

Politechnika Śląska  
Wydział Mechaniczny Technologiczny  
Katedra Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

**Rozszerzone streszczenie rozprawy doktorskiej**

# **Badania własności stali nierdzewnej typu duplex drukowanej technologią SLM**

**Material characterization of SLM-printed duplex stainless steel**

Doktorant: mgr inż. Mengistu Jemberu Dagnaw  
Promotor: dr hab. inż. Zbigniew Brytan  
Dyscyplina naukowa: inżynieria materiałowa  
Miejsce i rok: Gliwice, Polska, 2026

# 1 Tło badawcze i kontekst naukowy

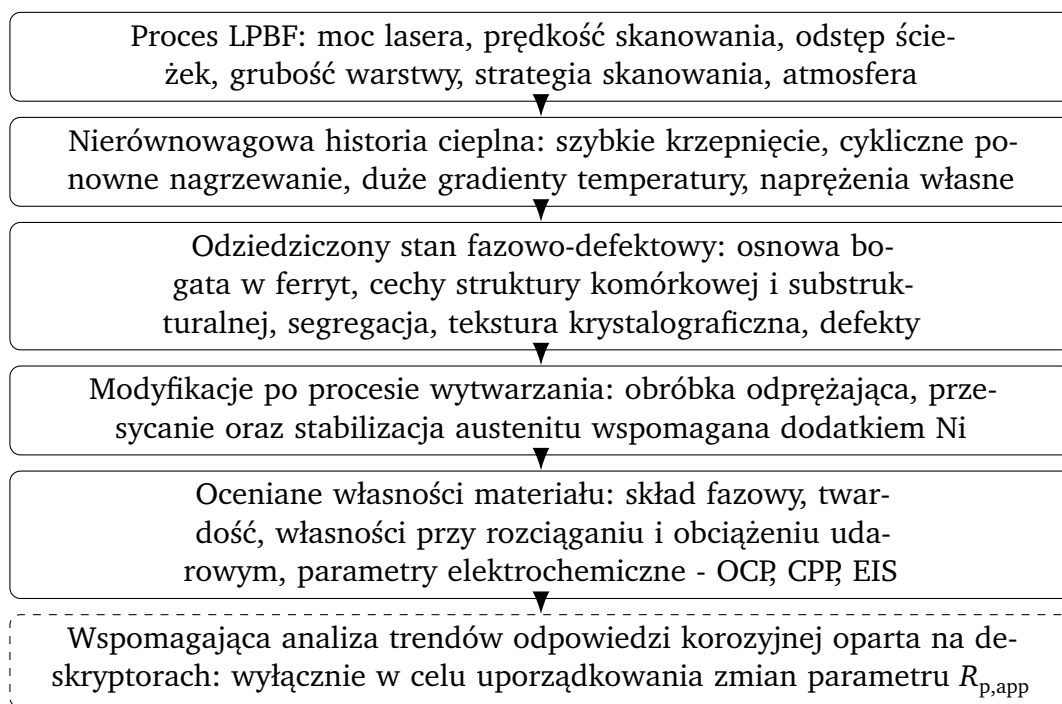
Technologia LPBF umożliwia wytwarzanie elementów ze stali nierdzewnych o złożonej geometrii, zbliżonych kształtem do wyrobu końcowego. Jednocześnie proces ten generuje historię cieplną zasadniczo odmienną od tej, która występuje podczas konwencjonalnej przeróbki plastycznej [4]. W przypadku stali nierdzewnej superduplex 2507 ma to szczególne znaczenie, ponieważ jej przydatność inżynierska zależy od kontrolowanej struktury ferrytyczno-austenitycznej [1, 2]. Ferryt odpowiada głównie za wysoką wytrzymałość oraz odporność na korozję naprężeniową w środowiskach chlorkowych, natomiast austenit korzystnie wpływa na plastyczność, udurowienie oraz zdolność materiału do akomodacji odkształcenia [1, 3]. Z tego względu uzyskanie zwartej struktury o małej porowatości w procesie wytwarzania przyrostowego nie oznacza automatycznie otrzymania stali nierdzewnej duplex o akceptowalnym stanie metalurgicznym.

W niniejszej rozprawie stal nierdzewną superduplex (SDSS) typu 2507 wytworzoną metodą LPBF rozpatruje się jako materiał o nierównowagowym stanie metalurgicznym. Stan ten jest konsekwencją specyficznej historii cieplnej procesu, obejmującej szybkie krzepnięcie, wysokie gradienty temperatury, cykliczne ponowne nagrzewanie, nakładanie się jeziorek przetopienia oraz powstawanie naprężeń własnych. Towarzyszą temu struktury komórkowe i subkomórkowe, lokalna segregacja pierwiastków, tekstura krystalograficzna oraz defekty, które łącznie kształtują stan wyjściowy materiału [4, 5, 7]. W tym ujęciu główny problem naukowy nie polega jedynie na wykazaniu możliwości wytworzenia stali SDSS 2507 metodą LPBF. Istotą zagadnienia jest określenie, czy odziedziczony po procesie LPBF stan fazowo-defektowy może być skutecznie kontrolowany przez odpowiednio dobraną obróbkę cieplną oraz modyfikację składu chemicznego dodatkiem niklu. Celem takiego podejścia jest uzyskanie korzystnego skojarzenia równowagi fazowej, właściwości mechanicznych oraz laboratoryjnie ocenianej odpowiedzi elektrochemicznej.

Takie ujęcie ogranicza ryzyko nadinterpretacji wyników opartej wyłącznie na wysokiej gęstości względnej materiału. Kontrola porowatości jest warunkiem koniecznym, jednak mała porowatość nie stanowi dowodu odtworzenia właściwej struktury duplex, homogenizacji chemicznej, korzystnego stanu naprężeń własnych, braku przemian lub wydzielen w skali nanometrycznej ani odporności na korozję lokalną. Z tego względu rozprawę zorganizowano wokół spójnej ścieżki badawczej obejmującej zależności między procesem wytwarzania, mikrostrukturą, właściwościami mechanicznymi oraz odpowiedzią elektrochemiczną. Nie ograniczono jej natomiast do analizy pojedynczej, izolowanej zmiennej procesowej.

Strukturę koncepcyjną rozprawy ujęto syntetycznie na rysunku 1. Przedstawiony schemat pokazuje, że proces LPBF prowadzi do powstania nierównowagowego stanu fazowo-defektowego, wynikającego ze specyficznej historii cieplnej oraz warunków krzepnięcia materiału. Stan ten podlega następnie modyfikacji poprzez dodatek niklu oraz zastosowanie obróbki cieplnej po wytworzeniu. Jego ocenę przeprowadzono na podstawie zintegrowanej analizy mikrostrukturalnej, mechanicznej i elektrochemicznej, wspomaganą wstępną analizą trendów opartą na deskryptorach materiałowych i elektrochemicznych.

Przyjęte ramy wyznaczają zakres interpretacji wyników rozprawy. Procedura przesiewowej



**Rysunek 1:** Schemat koncepcyjny powiązań między procesem LPBF, odziedziczonym stanem fazowo-defektowym, modyfikacją po wytworzeniu oraz odpowiedzią materiału SDSS 2507. Analiza trendów korozyjnych oparta na parametrze  $R_{p,app}$  pełni wyłącznie funkcję wspomagającą na poziomie deskryptorów.

oceny korozyjnej pełni funkcję wspomagającej analizy trendów opartej na deskryptorach. Zasadnicze wnioski oparto natomiast na bezpośredniej charakterystyce mikrostrukturalnej, badaniach mechanicznych oraz pomiarach elektrochemicznych przeprowadzonych metodami CPP i EIS.

## 2 Luka badawcza i uzasadnienie podjęcia tematu

W literaturze wskazuje się na cztery powiązane luki badawcze, które stanowią uzasadnienie podjęcia tematyki niniejszej rozprawy. Po pierwsze, stale nierdzewne duplex i superduplex wytwarzane metodą LPBF są często oceniane przede wszystkim na podstawie stopnia zagęszczenia materiału oraz właściwości wytrzymałościowych, chociaż ich przydatność inżynierska zależy również od równowagi fazowej ferrytu i austenitu, morfologii defektów, wskaźników odkształceń resztkowych, tekstury krystalograficznej, lokalnego składu chemicznego, podatności na powstawanie faz wtórnych oraz odpowiedzi korozyjnej [5, 7]. Wysoka gęstość względna jest zatem warunkiem koniecznym, lecz niewystarczającym do potwierdzenia właściwego stanu strukturalno-fazowego materiału.

Po drugie, odprężanie oraz wyżarzanie przesycające stosowane po procesie wytwarzania są często interpretowane z wykorzystaniem pojęć wypracowanych dla stali SDSS przerabianych plastycznie lub spawanych [1, 3]. Takie przeniesienie interpretacyjne jest jednak niepełne, ponieważ proces LPBF prowadzi do ukształtowania odmiennego stanu wyjściowego materiału: mikrostruktury bogatej w ferryt, niejednorodnej chemicznie, zawierającej defekty, wykazującej teksturę krystalograficzną oraz obciążonej odkształceniami szczątkowymi [4, 7]. Odpowiedź materiału na obróbkę cieplną należy zatem oceniać w odniesieniu do mikrostruktury odzie-

dzicznej po procesie LPBF, obejmującej zarówno skład fazowy, jak i obecność defektów, a nie zakładać jej na podstawie zachowania konwencjonalnie wytwarzanych stali SDSS.

Po trzecie, dodatek niklu jest powszechnie traktowany jako bezpośrednia strategia stabilizacji austenitu. Chociaż Ni może sprzyjać tworzeniu austenitu, jego wpływ w stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF nie jest automatycznie korzystny, ponieważ końcowa odpowiedź materiału zależy od równowagi fazowej, ciągłości i wzajemnego powiązania faz, zastosowanej obróbki cieplnej oraz lokalnego składu chemicznego [1, 3, 7]. Nadmierne wzbogacenie w Ni może przesunąć stan stopu w kierunku struktury bogatej w austenit, zamiast zrównoważonej struktury duplex. Może również wpływać, w sposób zależny od przyjętego kryterium oceny, na wytrzymałość, plastyczność, odpowiedź uderową, ciągłość faz oraz zachowanie elektrochemiczne.

Po czwarte, oparta na danych przesiewowa analiza odpowiedzi korozyjnej może wspomagać porządkowanie trendów wynikających ze składu chemicznego, parametrów procesu wytwarzania, obróbki cieplnej oraz deskryptorów elektrochemicznych, nie może jednak zastępować bezpośrednich wyników badań OCP, CPP, EIS ani obserwacji po badaniach korozyjnych [8, 9]. Deskryptory wyznaczone na podstawie modelu wymagają jednoznacznie określonego zakresu stosowalności i powinny być traktowane jako wskaźniki wspomagające, a nie jako niezależny dowód odporności na korozję lokalną.

Podjęte badania są zatem uzasadnione potrzebą oceny stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF jako sprzężonego układu: proces wytwarzania - struktura - właściwości - odpowiedź korozyjna. Ich wartość naukowa polega na identyfikacji zachowania zależnego od zastosowanej ścieżki technologicznej w przypadku stopu klasycznego oraz wariantów z dodatkiem +3% mas. Ni i +6% mas. Ni, a nie na wskazaniu jednego uniwersalnego optimum opartego na gęstości, zawartości Ni, temperaturze obróbki cieplnej lub pojedynczym wskaźniku właściwości użytkowych.

### 3 Cel, teza rozprawy i hipotezy robocze

Celem rozprawy jest określenie, w jaki sposób obróbka cieplna zastosowana po procesie wytwarzania oraz celowa modyfikacja składu chemicznego dodatkiem Ni wpływają na mikrostrukturę odziedziczoną po procesie LPBF, właściwości mechaniczne oraz zachowanie elektrochemiczne stali SDSS 2507. W pracy porównano klasyczną stal UNS S32750/SDSS 2507 oraz dwa warianty modyfikowane niklem: SDSS 2507 +3% mas. Ni i SDSS 2507 +6% mas. Ni. Zastosowano wspólną bazę procesu LPBF oraz ścieżki obróbki cieplnej dobrane odrębnie dla poszczególnych wariantów stopu. Główna teza naukowa rozprawy została sformułowana następująco:

*Właściwości użytkowe stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF są determinowane przez sprzężony stan fazowy, defektowy i odkształceniowy materiału, wynikający ze składu chemicznego stopu, historii cieplnej procesu LPBF oraz obróbki zastosowanej po wytworzeniu. Dodatek Ni oraz obróbka cieplna mogą modyfikować równowagę ferrytyczno-austenityczną i odpowiedź materiału. Optymalna ścieżka technologiczna zależy jednak od przyjętego kryterium oceny i nie ma charakteru uniwersalnego.*

Zakres tego sformułowania został celowo ograniczony. Takie ujęcie pozwala uniknąć nadmiernych uogólnień dotyczących monotonicznego korzystnego wpływu dodatku Ni, uniwersalnej poprawy odporności korozyjnej oraz kwalifikacji materiału do zastosowań eksploatacyjnych wyłącznie na podstawie laboratoryjnych badań elektrochemicznych. W rozprawie zweryfikowano trzy hipotezy robocze, oznaczone jako H1–H3, przy czym symbol „H” oznacza hipotezę roboczą:

- H1. **Hipoteza stabilizacji austenitu wspomaganej dodatkiem Ni.** Celowy dodatek Ni sprzyja zwiększeniu udziału austenitu w stali SDSS 2507 bezpośrednio po wytworzeniu metodą LPBF w porównaniu ze stopem standardowym. Nadmierne wzbogacenie stopu w Ni może jednak przesunąć skład fazowy w kierunku struktury bogatej w austenit, zamiast prowadzić do uzyskania zrównoważonej struktury duplex.
- H2. **Hipoteza ścieżki obróbki cieplnej po procesie wytwarzania.** Wyżarzanie odprężające oraz przesycanie modyfikują odziedziczony po procesie LPBF stan fazowy i defektowy materiału poprzez odmienne ścieżki cieplne. Wyżarzanie odprężające wpływa głównie na zachowany, bogaty w ferryt stan wyjściowy, natomiast przesycanie umożliwia bardziej efektywne odtworzenie równowagi ferrytyczno-austenitycznej.
- H3. **Hipoteza sprzężenia między stanem fazowym, defektowym i odpowiedzią materiału.** Właściwości mechaniczne oraz zachowanie elektrochemiczne zależą od sprzężonego oddziaływania składu fazowego, stanu defektowego, niejednorodności orientacji krystalograficznej, lokalnego składu chemicznego oraz warunków obróbki cieplnej, a nie wyłącznie od porowatości, nominalnej zawartości Ni lub temperatury obróbki.

## 4 Zakres badań i ograniczenia interpretacyjne

Zakres badań obejmuje klasyczny wariant stali SDSS 2507 wytworzony metodą LPBF oraz dwa eksperymentalne warianty stopu modyfikowane dodatkiem Ni. Analizowany obszar obejmuje stan po wytworzeniu, wybrane warianty wyżarzania odprężającego oraz wybrane warianty przesycania. Środowiskiem elektrochemicznym był naturalnie napowietrzony roztwór 3,5% mas. NaCl o temperaturze 25 °C. Zakres analiz obejmował SEM, XRD, EBSD, wybrane badania TEM/STEM, pomiary twardości, próbę rozciągania, badanie uderności metodą Charpy’ego na próbkach bez karbu, a także pomiary elektrochemiczne OCP, CPP i EIS oraz ograniczoną procedurę przesiewowej analizy trendów opartą na parametrze  $R_{p,app}$ .

Badania nie zostały zaprojektowane jako pełny eksperyment czynnikowy. Schematy obróbki cieplnej były specyficzne dla poszczególnych wariantów stopu, dlatego porównania między stopami należy interpretować jako porównania ścieżek technologicznych, a nie jako bezpośrednie porównania zależności skład chemiczny - temperatura - czas. Rozprawa nie obejmuje również oceny odporności zmęczeniowej, odporności na korozję naprężeniową, odporności na korozję szczelinową, krytycznej temperatury korozji wżerowej, ilościowej analizy głębokości wżerów, odporności korozyjnej chropowatej powierzchni w stanie po wytworzeniu, prognozowania trwałości eksploatacyjnej ani kwalifikacji w skali elementu konstrukcyjnego. Ograniczenia te nie mają charakteru wyłącznie formalnego. Wyznaczają one granicę między uzasadnioną

laboratoryjną oceną przesiewową a nadmierną interpretacją wyników.

## 5 Materiały i plan badań eksperymentalnych

Przebadano trzy układy materiału proszkowego: klasyczny wariant stali SDSS 2507, SDSS 2507 +3% mas. Ni oraz SDSS 2507 +6% mas. Ni. Proszki modyfikowane przygotowano przez mieszanie proszku typu 2507 z proszkiem czystego niklu. Ponieważ proces mieszania proszków może prowadzić do zachowania lokalnej niejednorodności składu, stopy modyfikowane niklem należy traktować jako eksperymentalne warianty składu chemicznego, a nie jako bezpośrednie odpowiedniki komercyjnej stali UNS S32750.

Nominalne składy chemiczne trzech badanych układów proszkowych zestawiono w tabeli 1. Stopniowe zwiększanie zawartości Ni zastosowano w celu przesunięcia równowagi stabilności ferrytu i austenitu, natomiast towarzyszące temu zmiany zawartości Cr, Mo oraz N uwzględniono w interpretacji składu fazowego i odpowiedzi korozyjnej materiału.

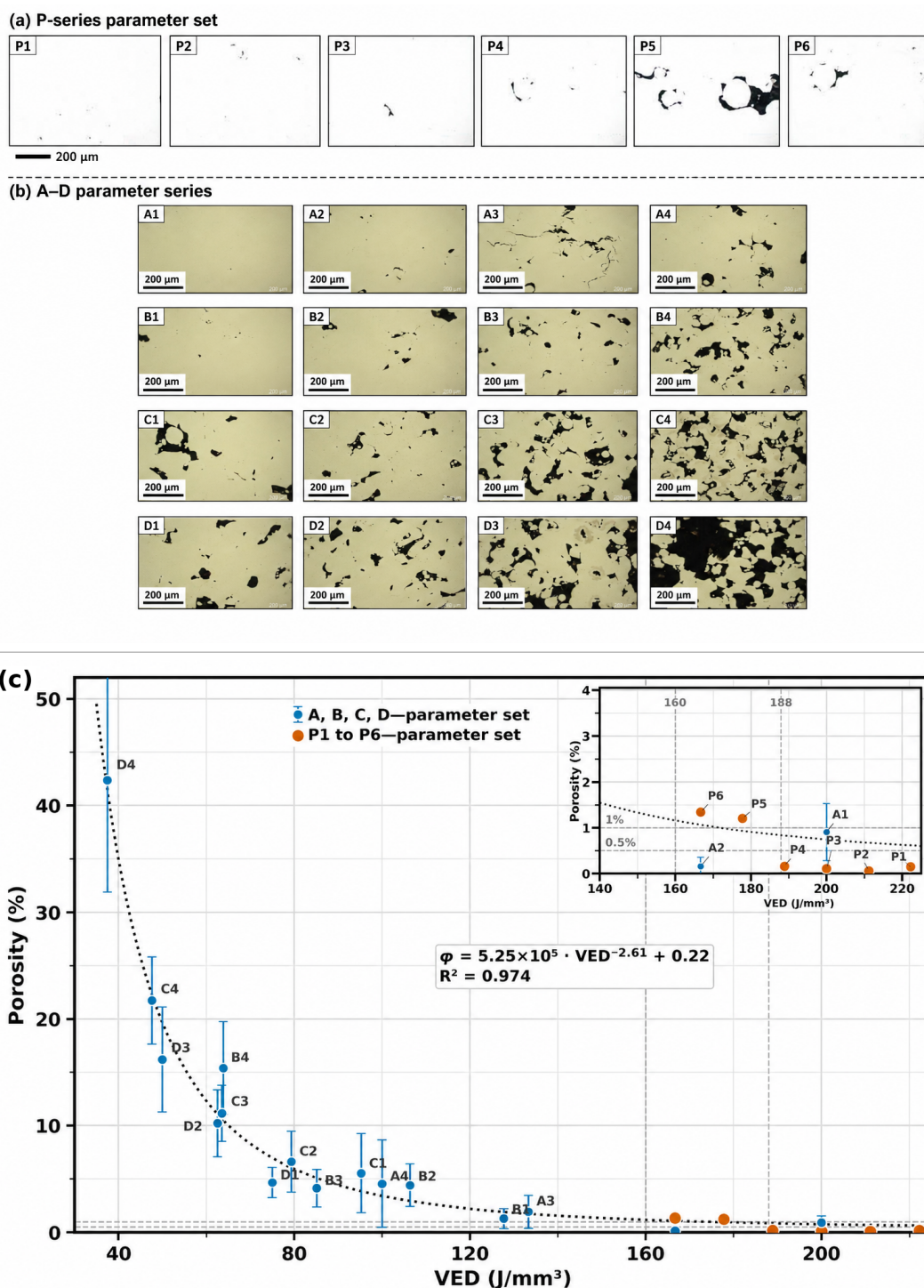
**Tabela 1:** Nominalne składy chemiczne badanych systemów proszkowych, % mas.

| Stop                     | Fe     | Cr   | Ni   | Mo  | Mn  | Si   | N    | Cu   | C     | P     | S     | O     |
|--------------------------|--------|------|------|-----|-----|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| Klasyczna stal SDSS 2507 | reszta | 25,0 | 6,3  | 3,8 | 0,4 | 0,35 | 0,30 | 0,15 | 0,016 | 0,024 | 0,001 | 0,017 |
| SDSS 2507 +3% mas. Ni    | reszta | 24,4 | 9,1  | 3,7 | 0,4 | 0,29 | 0,30 | 0,14 | 0,016 | 0,023 | 0,001 | 0,016 |
| SDSS 2507 +6% mas. Ni    | reszta | 23,7 | 11,9 | 3,6 | 0,4 | 0,28 | 0,30 | 0,14 | 0,015 | 0,023 | 0,001 | 0,016 |

Wybrane parametry procesu LPBF wynosiły:  $P = 180 \text{ W}$ ,  $v = 300 \text{ mm s}^{-1}$ ,  $h = 120 \mu\text{m}$  oraz  $t = 30 \mu\text{m}$ , co odpowiadało objętościowej gęstości energii  $V_{\text{ED}} = 166,7 \text{ J mm}^{-3}$ . Jak pokazano na rysunku 2, przesiewowa ocena okna procesowego oparta na analizie porowatości uzasadnia wybór tych parametrów jako wspólnej bazy procesu wytwarzania o małej porowatości. Wybór ten nie powinien być jednak interpretowany jako wskazanie zoptymalizowanego stanu metalurgicznego materiału w odniesieniu do wszystkich kryteriów fazowych, mechanicznych i korozyjnych.

Próbki do badań metalograficznych i elektrochemicznych wycinano z wydrukowanych próbek, w uzasadnionych przypadkach wzdłuż zdefiniowanych płaszczyzn odniesionych do kierunku wytwarzania. Następnie próbki inkludowano w żywicy epoksydowej, szlifowano na papierach SiC, polerowano z użyciem zawieszin diamentowych oraz krzemionki koloidalnej, a następnie trawiono elektrochemicznie w roztworze kwasu szczawiowego w celu ujawnienia mikrostruktury. W przypadku porównań elektrochemicznych zachowano stałą powierzchnię eksponowaną oraz jednakowy sposób końcowego przygotowania powierzchni. Informacje te uwzględniono, ponieważ sposób przygotowania powierzchni oraz orientacja przekroju względem kierunku wytwarzania mogą wpływać na jakość wyników SEM/EBSD, a także na parametry charakteryzujące zachowanie elektrochemiczne i korozyjne materiału.

Macierz obróbki cieplnej po procesie wytwarzania, opracowaną odrębnie dla poszczególnych wariantów stopu, przedstawiono w tabeli 2. Oznaczenie FC odnosi się do chłodzenia z piecem, natomiast WQ oznacza chłodzenie w wodzie. Ponieważ schematy obróbki cieplnej nie tworzyły pełnego układu czynnikowego dla trzech analizowanych układów stopowych, porównania między stopami interpretowano jako trendy zależne od zastosowanej ścieżki technologicznej, a



**Rysunek 2:** Przesiewowa ocena okna procesowego LPBF dla stali SDSS 2507 oparta na analizie porowatości: (a) zestaw parametrów P1–P6 z zastosowaniem podgrzewania wstępnego, (b) seria parametrów A–D, (c) udział powierzchniowy porowatości w funkcji objętościowej gęstości energii. Rysunek uzasadnia wybór wspólnych parametrów procesu LPBF umożliwiającą uzyskanie małej porowatości, nie stanowi jednak potwierdzenia spełnienia kryteriów metalurgicznych, mechanicznych ani korozyjnych materiału.

nie jako bezpośrednie efekty zależności temperatura - czas - skład chemiczny.

**Tabela 2:** Macierz obróbki cieplnej specyficzna dla wariantu stopu.

| <b>Skład stopu</b>    | <b>Stan</b> | <b>Temperatura</b> | <b>Czas</b> | <b>Chłodzenie/klasa</b>   |
|-----------------------|-------------|--------------------|-------------|---------------------------|
| Klasyczna SDSS 2507   | AS          | –                  | –           | stan po druku             |
|                       | SR300       | 300 °C             | 5 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR400       | 400 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR550       | 550 °C             | 5 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SA1100      | 1100 °C            | 15 min      | WQ, przesycanie           |
| SDSS 2507 +3% mas. Ni | AS          | –                  | –           | stan po druku             |
|                       | SR400       | 400 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR450       | 450 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR500       | 500 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR550       | 550 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SA1100      | 1100 °C            | 15 min      | WQ, przesycanie           |
| SDSS 2507 +6% mas. Ni | AS          | –                  | –           | stan po druku             |
|                       | SR350       | 350 °C             | 2 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR425       | 425 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SR525       | 525 °C             | 1 h         | FC, wyżarzanie odpężające |
|                       | SA1150      | 1150 °C            | 10 min      | WQ, przesycanie           |

## 6 Metody badawcze

Metodyka badań została zaprojektowana jako zintegrowany układ komplementarnych technik badawczych. Metodę SEM zastosowano do obserwacji morfologii oraz cech związanych z obecnością defektów. Metodę XRD wykorzystano do identyfikacji faz oraz porównawczej oceny parametrów poszerzenia refleksów dyfrakcyjnych. Metoda EBSD posłużyła do określenia udziału faz w analizowanych obszarach, morfologii ziaren, relacji orientacji krystalograficznych, charakterystyki granic, parametrów KAM, GROD i GOS oraz deskryptorów tekstury. Techniki TEM/STEM, SAED oraz STEM-EDS zastosowano do wybranej oceny zjawisk w skali nanometrycznej. Pomiary twardości, próby rozciągania oraz badania udarności Charpy’ego na próbkach

bez karbu wykorzystano do oceny odpowiedzi mechanicznej materiału. Pomiary OCP, CPP oraz EIS posłużyły do charakterystyki odpowiedzi elektrochemicznej. Dodatkowo zastosowano ograniczoną procedurę uczenia maszynowego opartą na parametrze  $R_{p,app}$ , której celem było uporządkowanie trendów odpowiedzi korozyjnej w granicach przyjętego zakresu interpretacji. Metodę XRD zastosowano wraz z analizą Williamsona-Halla jako podejście o charakterze opisowym, służące do porównawczej oceny poszerzenia refleksów dyfrakcyjnych, a nie jako bezwzględny pomiar naprężeń resztkowych lub gęstości dyslokacji [10]. Parametry granic wyznaczone metodą EBSD interpretowano z wykorzystaniem koncepcji krystalograficznego opisu granic, w tym - tam, gdzie było to uzasadnione - klasyfikacji granic zbliżonych do CSL [11]. Wyniki OCP, CPP oraz EIS traktowano jako laboratoryjne parametry elektrochemiczne, przy czym wnioski dotyczące korozji lokalnej ograniczono do zakresu wynikającego z możliwości badań elektrochemicznych oraz zasad interpretacji korozji wżerowej [8, 9].

Główne metody charakterystyki i badań, wraz z przyjętymi ograniczeniami interpretacyjnymi, zestawiono w tabeli 3. Określenie tych granic jest istotne, ponieważ żadna pojedyncza metoda badawcza nie pozwala samodzielnie potwierdzić równowagi fazowej, stanu wydzielen w skali nanometrycznej, właściwości mechanicznych oraz odporności korozyjnej materiału.

**Tabela 3:** Metody badawcze i przyjęte ograniczenia interpretacyjne.

| Metoda                                  | Dostarczane informacje                                                                                           | Ograniczenie interpretacyjne                                                                                                                                                          |
|-----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| SEM/EDS                                 | Mikrostruktura, cechy jezierek przetopienia i defektów oraz lokalny skład chemiczny w skali mikrometrowej        | Ograniczona przydatność do identyfikacji wydzielen w skali nanometrycznej oraz oceny składu chemicznego zależnego od zawartości azotu.                                                |
| XRD                                     | Identyfikacja faz oraz porównawcza analiza poszerzenia refleksów dyfrakcyjnych                                   | Metoda nie umożliwia bezwzględnego wyznaczenia naprężeń resztkowych, gęstości dyslokacji ani udziału faz bez rygorystycznej korekcji i ilościowego dopasowania profilu dyfrakcyjnego. |
| EBSD                                    | Udział faz wyznaczony w analizowanych obszarach, tekstura, dezorientacja krystalograficzna oraz parametry granic | Wyniki odnoszą się do analizowanego obszaru; nie stanowią pełnoobjętościowej oceny równowagi fazowej ani bezwzględnej miary energii zmagazynowanej.                                   |
| TEM/STEM                                | Wybrane dowody dotyczące struktury nanometrycznej i substruktury                                                 | Ocena lokalna; brak wydzielen w jednym obszarze analizy nie potwierdza ich globalnego braku w materiale.                                                                              |
| Badania mechaniczne                     | Twardość, właściwości przy rozciąganiu oraz udużność próbek bez karbu                                            | Wyniki zależą od geometrii i orientacji próbek; wartości energii Charpy'ego dla próbek bez karbu mają wyłącznie charakter porównawczy.                                                |
| OCP/ CPP/ EIS                           | Laboratoryjne parametry odpowiedzi elektrochemicznej                                                             | Nie stanowią podstawy do kwalifikacji odporności korozyjnej w warunkach eksploatacyjnych bez statystyki wżerów, wyznaczenia CPT lub badań długotrwałej ekspozycji.                    |
| Analiza przesiewowa z wykorzystaniem ML | Porządkowanie trendów na poziomie wybranych parametrów opisowych                                                 | Nie stanowi predykcji możliwej do uogólnienia ani niezależnego potwierdzenia odporności korozyjnej.                                                                                   |

## 7 Główne wyniki

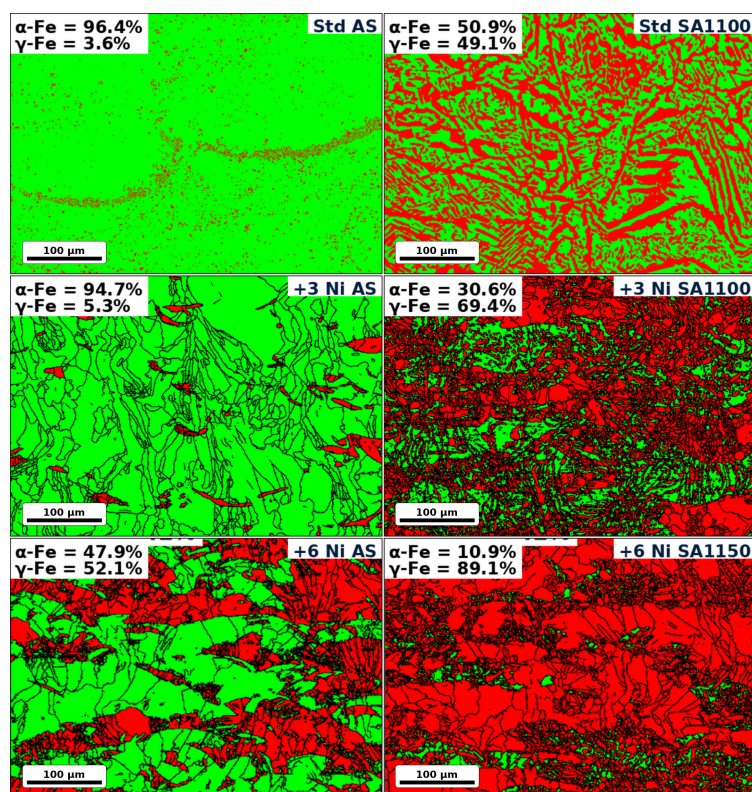
Wybrany zestaw parametrów procesu LPBF stanowił wspólną podstawę technologiczną o niskiej porowatości, umożliwiającą porównawczą ocenę wpływu składu chemicznego stopu oraz obróbki cieplnej. Przyjęcie takiej bazy procesowej było niezbędne do porównania analizowanych stanów materiału. Nie oznaczało jednak samo w sobie odtworzenia zrównoważonej mikrostruktury duplex.

Materiały proszkowe charakteryzowały się przeważnie kulistą morfologią cząstek, przy czym obserwowano również cząstki satelitarne oraz lokalne nieregularności morfologiczne. Materiał proszkowy SDSS 2507 +6% mas. Ni wykazywał nieznaczne przesunięcie rozkładu wielkości cząstek w kierunku większych średnic w porównaniu z proszkiem klasycznej stali SDSS 2507 oraz wariantem SDSS 2507 +3% mas. Ni. Cecha ta została uwzględniona jako potencjalna zmienna związana z materiałem proszkowym w interpretacji porównawczej między analizowanymi wariantami stopu.

Wyniki dotyczące składu fazowego wykazały, że klasyczna stal SDSS 2507 oraz wariant SDSS 2507 +3% mas. Ni pozostawały silnie wzbogacone w ferryt po procesie LPBF oraz po wyżarzaniu odprężającym. Przesycanie w temperaturze 1100 °C doprowadziło w klasycznej stali SDSS 2507 do uzyskania w przybliżeniu zrównoważonych udziałów faz w mapowanych obszarach, wynoszących 50,9%  $\alpha$ -Fe oraz 49,1%  $\gamma$ -Fe. W przeciwieństwie do tego, wariant SDSS 2507 +3% mas. Ni po przesycaniu w temperaturze 1100 °C stał się bogaty w austenit, osiągając udział  $\gamma$ -Fe równy 69,4%. Wariant SDSS 2507 +6% mas. Ni wykazywał podwyższony udział austenitu już w stanie po wytworzeniu oraz po wyżarzaniu odprężającym: 52,1%  $\gamma$ -Fe w stanie AS, 54,2% po SR350 i SR425, 60,8% po SR525 oraz 89,1% po SA1150. Wyniki te wskazują, że dodatek Ni sprzyjał stabilizacji austenitu, jednak jego wpływ nie miał charakteru uniwersalnie korzystnego ani monotonicznego. W szczególności stan SDSS 2507 +6% mas. Ni po SA1150 przekroczył docelowy zakres równowagi fazowej typowy dla struktury duplex i stał się silnie wzbogacony w austenit.

Ścieżkę zmian równowagi fazowej, określoną na podstawie mapowanych obszarów, podsumowano na rysunku 3. Rysunek ten stanowi główne źródło danych EBSD dotyczących ewolucji udziału faz, ponieważ porównuje stany graniczne - po wytworzeniu oraz po przesycaniu - dla klasycznego wariantu stali SDSS 2507 oraz wariantów stopowych SDSS 2507 +3% mas. Ni i SDSS 2507 +6% mas. Ni.

Analiza granic oraz relacji orientacji krystalograficznych wykonana metodą EBSD wspierała interpretację ponownego tworzenia austenitu jako procesu kontrolowanego przemianą fazową. W przypadku wariantu stopowego SDSS 2507 +3% mas. Ni przesycanie w temperaturze 1100 °C zwiększyło udział długości granic  $\Sigma 3$  w obrębie tej samej fazy oraz doprowadziło do powstania populacji dezorientacji na granicach międzyfazowych ferryt-austenit. Populacje te były zgodne z relacjami orientacji Kurdjumowa-Sachsa i Nishiyamy-Wassermanna, charakterystycznymi dla przemian fazowych. Zmiany parametrów KAM, GROD i GOS wskazywały na zmniejszenie lokalnej niejednorodności orientacji krystalograficznej po przesycaniu. Wielkości wyznaczone metodą EBSD wykorzystano jako porównawcze wskaźniki niejednorodności orientacyjnej, a nie jako bezpośrednie miary naprężeń resztkowych.

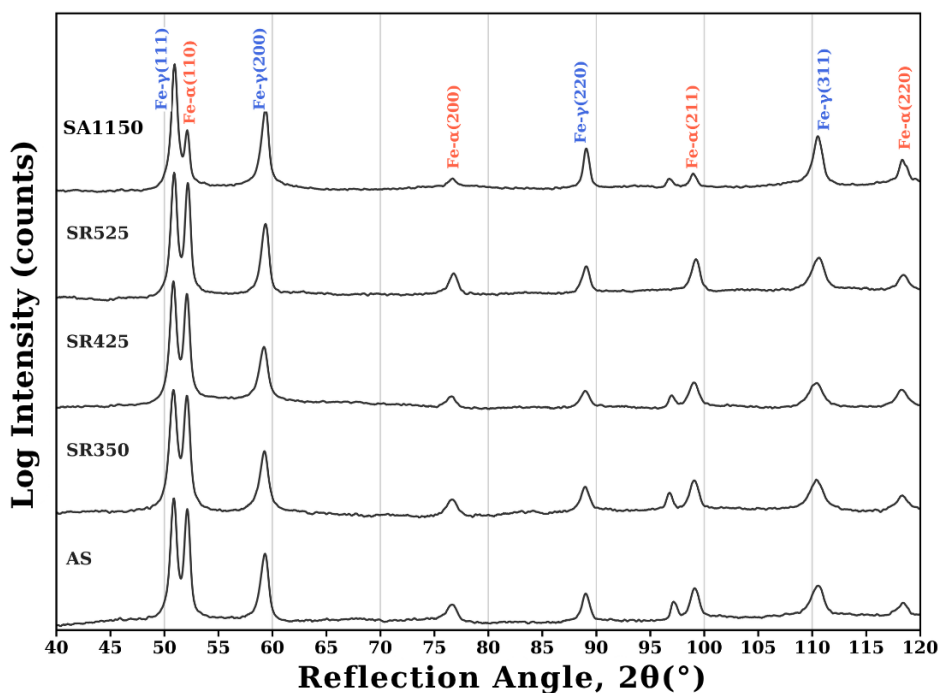


**Rysunek 3:** Ścieżka zmian równowagi fazowej wyznaczona metodą EBSD dla wybranych stanów stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF: klasycznego wariantu stopu oraz wariantów z dodatkiem +3% mas. Ni i +6% mas. Ni. Mapy porównują stany bogate w ferryt, zbliżone do struktury duplex oraz bogate w austenit, z wykorzystaniem udziałów faz określonych w mapowanych obszarach. Podane wartości należy traktować jako parametry opisowe EBSD odnoszące się do analizowanych obszarów, a nie jako objętościowe udziały faz w całym wytworzonym elemencie.

Wyniki badań XRD nie wykazały uniwersalnego trendu odbudowy strukturalnej. W klasycznym wariantcie stopu wyżarzanie odpężające doprowadziło do zmniejszenia parametrów poszerzenia refleksów dyfrakcyjnych ferrytu, natomiast stopy modyfikowane dodatkiem Ni wykazywały odpowiedź niemonotoniczną. W przypadku wariantu SDSS 2507 +6% mas. Ni stan wyżarzony odpężająco SR425 charakteryzował się największym wzrostem poszerzenia refleksów, podczas gdy stan wyżarzony odpężająco SR525 wykazywał największą niejednorodność orientacji krystalograficznej określoną na podstawie parametru KAM. Zestawione dyfraktogramy XRD wariantu SDSS 2507 +6% mas. Ni, przedstawione na rysunku 4, stanowią podstawę jakościowej identyfikacji faz dla stanu po wytworzeniu AS, stanów wyżarzonych odpężająco SR350, SR425 i SR525 oraz stanu po przesycaniu SA1150. W niniejszej analizie wykorzystano je jako jakościowe potwierdzenie ewolucji refleksów ferrytu i austenitu, a nie jako substytut analizy udziału faz w mapowanych obszarach wykonanej metodą EBSD.

Uzyskane wyniki nie uzasadniają zatem uproszczonej interpretacji, zgodnie z którą wzrost temperatury obróbki cieplnej musi prowadzić do postępującej odbudowy strukturalnej materiału. Analiza TEM/STEM klasycznego wariantu stopu w stanie SR550 ujawniła nanometryczny i substrukturalny kontrast w osnowie ferrytycznej. Nie potwierdzono jednak obecności wydzielen fazy sigma, fazy chi ani azotków chromu w analizowanym obszarze na podstawie zastosowanych technik TEM/STEM, SAED oraz STEM-EDS. Obserwację tę należy ograniczyć do wybranego obszaru analizy oraz granic wykrywalności zastosowanych metod.

Zachowanie mechaniczne materiału odzwierciedlało kompromis pomiędzy wytrzymałością,

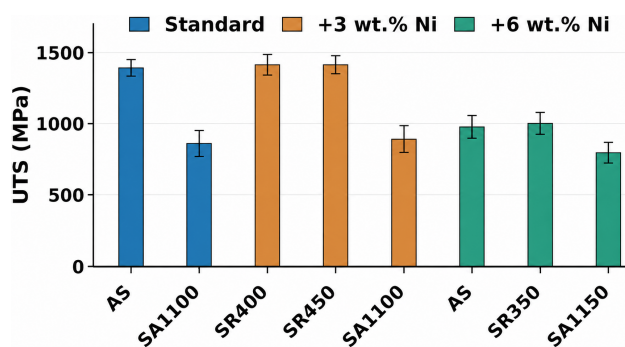


**Rysunek 4:** Dyfraktogramy XRD stopu SDSS 2507 +6% mas. Ni wytworzonego metodą LPBF w stanach AS, SR350, SR425, SR525 oraz SA1150. Refleksy ferrytyczne i austenityczne oznaczono odpowiednio jako  $\alpha$ -Fe oraz  $\gamma$ -Fe. Dyfraktogramy stanowią jakościowe potwierdzenie identyfikacji faz i nie powinny być interpretowane jako ilościowy pomiar udziału faz.

plastycznością i odpornością na obciążenia udarowe. Stany po wytworzeniu oraz po wyżarzaniu odprężającym charakteryzowały się wyższą twardością i wytrzymałością, natomiast przesycanie prowadziło do zwiększenia wydłużenia oraz poprawy odpowiedzi udarowej, przy jednoczesnym obniżeniu wytrzymałości. Ścieżka technologiczna obejmująca wariant SDSS 2507 +3% mas. Ni w stanach po wyżarzaniu odprężającym SR400/SR450 zapewniła najwyższy poziom wytrzymałości na rozciąganie, osiągający około 1414 MPa. Stany po przesycaniu były korzystniejsze z punktu widzenia plastyczności oraz energii pochłanianej podczas próby udarowości, natomiast wybrane stany po wytworzeniu AS oraz po wyżarzaniu odprężającym SR wariantu SDSS 2507 +6% mas. Ni stanowiły korzystny kompromis między plastycznością a odpowiedzią udarową bez zastosowania przesycania. Zaobserwowane zależności wskazują, że stan optymalny zależy od przyjętego kryterium oceny właściwości mechanicznych. Wysoka wytrzymałość stanów po wytworzeniu oraz po wyżarzaniu odprężającym jest zgodna z ferrytycznym charakterem składu fazowego, rozdrobnieniem mikrostruktury wynikającym z procesu LPBF oraz zachowaną niejednorodnością orientacji krystalograficznej i stanu odkształcenia. Przesycanie sprzyjało natomiast akomodacji odkształcenia związanej z obecnością austenitu oraz poprawiało porównawcze wydłużenie i odpowiedź udarową próbek bez karbu, lecz jednocześnie zmniejszało udział mechanizmów umocnienia odziedziczonych po procesie LPBF.

Porównanie wytrzymałości na rozciąganie przedstawiono na rysunku 5. Rysunek ten służy jednoznaczному zobrazowaniu obniżenia wytrzymałości związanego z przesycaniem oraz przewagi wytrzymałościowej ścieżki technologicznej obejmującej wariant SDSS 2507 +3% mas. Ni w stanach SR400/SR450. Przedstawione wartości należy interpretować jako porównawcze wyniki próby rozciągania, właściwe dla zastosowanej geometrii próbek oraz przyjętej macierzy wariantów procesowych.

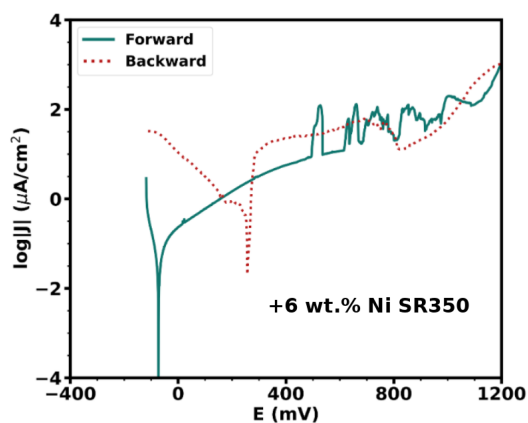
Klasyfikacja odpowiedzi elektrochemicznej również zależała od przyjętego parametru oceny. Pa-



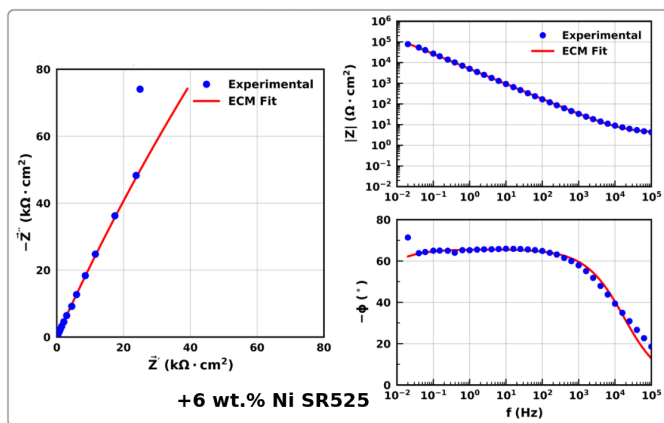
**Rysunek 5:** Zestawienie wytrzymałości na rozciąganie dla wybranych ścieżek stop-stan obróbki stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF. Wykres wskazuje na wysoką wytrzymałość stanów po wytworzeniu oraz po wyżarzaniu odpężającym, a także na obniżenie wytrzymałości po przesycaniu. Słupki błędów przedstawiają rozrzut danych dostępny dla wyników próby rozciągania.

rametry  $J_{\text{corr}}$ ,  $R_p$ ,  $E_{\text{br}}$ ,  $E_{\text{rp}}$  oraz rezystancja przeniesienia ładunku  $R_{\text{ct}}$  wyznaczona na podstawie pomiarów EIS nie wskazały jednego, uniwersalnego stanu optymalnego. W obrębie klasycznego wariantu stopu korzystną ścieżką był stan SR400. Dla wariantu +3% mas. Ni korzystne wyniki uzyskano w stanach SR500/SR550 w odniesieniu do parametrów wyznaczanych na podstawie CPP oraz w stanach SR450/SR550 w odniesieniu do wartości  $R_{\text{ct}}$  wyznaczanej metodą EIS. Dla wariantu +6% mas. Ni stan SR350 był korzystny z punktu widzenia parametrów przebicia i repasywacji, natomiast stan SR525 - z punktu widzenia parametrów związanych z oporem elektrochemicznym. Wyniki te stanowią laboratoryjną klasyfikację opartą na parametrach elektrochemicznych. Nie potwierdzają one długotrwałej odporności korozyjnej w warunkach eksploatacyjnych, odporności na korozję wżerową, odporności na korozję szczelinową, odporności na korozję naprężeniową ani odporności ocenianej na podstawie krytycznej temperatury korozji wżerowej. Reprezentatywne wyniki elektrochemiczne dla wariantu SDSS 2507 +6% mas. Ni przedstawiono na rysunku 6. Odpowiedź CPP dla stanu SR350 wykorzystano jako reprezentatywną dla ścieżki związanej z przebiciem warstwy pasywnej i repasywacją, natomiast odpowiedź EIS dla stanu SR525 reprezentuje ścieżkę związaną z parametrami oporowymi. Przedstawione wykresy należy interpretować jako reprezentatywne przebiegi i parametry elektrochemiczne, a nie jako statystyczny dowód trwałości korozyjnej materiału w warunkach eksploatacyjnych.

Procedura przesiewowej oceny odpowiedzi korozyjnej z wykorzystaniem uczenia maszynowego wykazała wysoką zgodność wewnętrzną dla parametru  $R_{\text{p,app}}$ , uzyskując wartości  $R^2 = 0,9786$ ,  $\text{MAE} = 0,0025$  oraz  $\text{RMSE} = 0,0040$ . Na przewidywaną odpowiedź wpływały deskryptory związane z zawartością Ni, Cr i Mo, wartością PREN, obróbką cieplną, procesem wytwarzania oraz środowiskiem, przy czym wpływ Ni miał charakter nieliniowy. Należy jednak podkreślić, że dane dotyczące wariantu +3% mas. Ni znajdowały się w zakresie danych treningowych modelu. Z tego względu uzyskane miary jakości należy interpretować jako potwierdzenie zgodności wewnętrznej modelu, a nie jako jego walidację zewnętrzną. Zastosowana procedura jest użyteczna jako narzędzie porządkowania trendów na poziomie wybranych parametrów opisowych, nie zaś jako samodzielny predyktor odporności korozyjnej. Architektura przesiewowej analizy korozyjnej oraz przewidywane projekcje parametrów opisowych przedstawiono na rysunku 7. Rysunek ten zamieszczono wyłącznie w celu udokumentowania sposobu uporządkowania trendów parametru  $R_{\text{p,app}}$ . Nie należy go interpretować jako bezpośredniego dowodu składu chemicznego warstwy pasywnej, zachowania korozyjnego rozdzielonego na poszczególne fazy



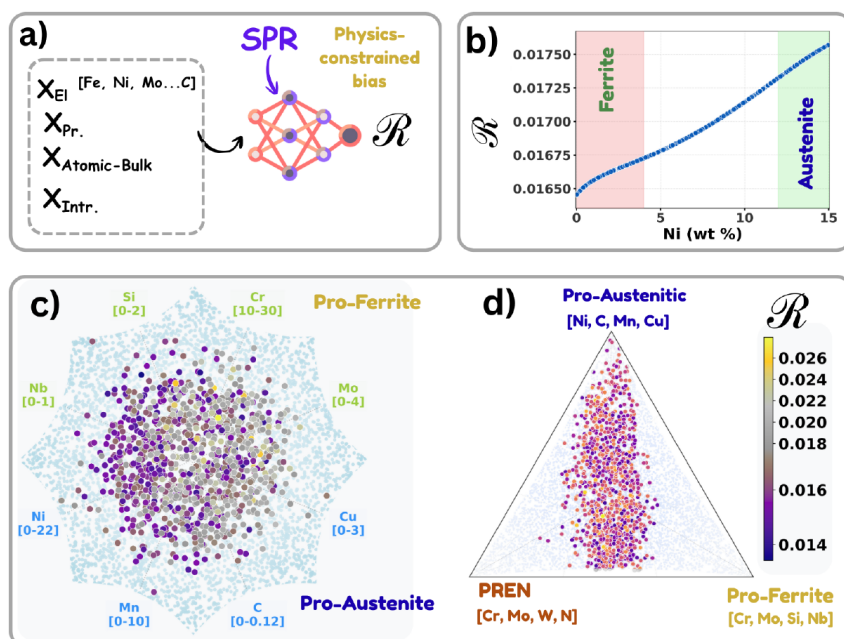
(a) +6% mas. Ni SR350 CPP



(b) +6% mas. Ni SR525 EIS

**Rysunek 6:** Reprezentatywne odpowiedzi elektrochemiczne dla wybranych stanów wariantu +6% mas. Ni: (a) krzywa CPP dla stanu SR350, wykorzystana jako reprezentatywna dla ścieżki związanej z parametrami przebicia warstwy pasywnej i repasywacji, oraz (b) odpowiedź EIS w postaci wykresów Nyquista i Bodego dla stanu SR525, wykorzystana jako reprezentatywna dla ścieżki związanej z parametrami oporowymi. Dopasowanie wyników EIS zastosowano jako porównawczy parametr opisowy, przy czym pozostaje ono zależne od przyjętego modelu.

ani zewnętrznej zdolności predykcyjnej modelu.



**Rysunek 7:** Architektura modelu oraz trendy odpowiedzi korozyjnej na poziomie analizy przesiewowej: (a) architektura sieci neuronowej, (b) warunkowa projekcja odpowiedzi związanej z zawartością Ni, (c) projekcja wpływu pierwiastków stopowych, (d) trójkątna projekcja PREN-SPER. Kolor znaczników odpowiada przewidywanej wartości  $R_{p,app}$ . Rysunek odtworzono z części rozprawy poświęconej przesiewowej analizie korozyjnej i należy go interpretować wyłącznie jako dowód wspomagający na poziomie parametrów opisowych.

W tabeli 4 przedstawiono logikę doboru stanu materiału w zależności od przyjętego kryterium oceny, wyprowadzoną na podstawie wyników badań eksperymentalnych. W zestawieniu wyodrębniono kryteria związane z równowagą fazową, wytrzymałością, plastycznością, odpowiedzią udarową, parametrami wyznaczonymi na podstawie CPP, wskaźnikami oporowymi określonymi metodą EIS oraz parametrami analizy przesiewowej. Takie rozdzielanie kryteriów pozwala uniknąć sugestii, że możliwe jest wskazanie jednego, uniwersalnego stanu optymalnego.

**Tabela 4:** Zestawienie preferowanych ścieżek technologicznych dla badanych wariantów stopowych stali SDSS 2507 wytworzonych metodą LPBF w zależności od przyjętego kryterium oceny.

| Kryterium wyboru                                   | Preferowana ścieżka                                                | Podstawa interpretacji                                                                                                             |
|----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Przywrócenie równowagi fazowej                     | Klasyczna stal SDSS 2507 SA1100                                    | Najbliższe odtworzenie zrównoważonego składu fazowego ferryt-austenit według wyników mapowania EBSD.                               |
| Maksymalna wytrzymałość na rozciąganie             | SDSS 2507 +3% mas. Ni SR400/SR450                                  | Najkorzystniejsza ścieżka pod względem wytrzymałości; zachowanie bogatego w ferryt stanu materiału ukształtowanego w procesie LPBF |
| Plastyczność                                       | Stany po przesycaniu                                               | Poprawa wydłużenia względem wysokowytrzymałych stanów po wytworzeniu i po wyżarzaniu odpężającym.                                  |
| Odpowiedź udarowa próbek bez karbu                 | Stany po przesycaniu oraz wybrane stany AS/SR wariantu +6% mas. Ni | Lepsza porównawcza odpowiedź udarowa; nie należy jej utożsamiać ze standardową udarnością Charpy'ego na próbkach z karbem V.       |
| Przebicie warstwy pasywnej i repasywacja           | SDSS 2507 +6% mas. Ni SR350                                        | Najkorzystniejsze zachowanie w zakresie przebicia i repasywacji według parametrów wyznaczonych metodą CPP.                         |
| Parametry związane z oporem elektrochemicznym      | SDSS 2507 +6% mas. Ni SR525                                        | Korzystne trendy parametrów oporowych wyznaczonych na podstawie wyników CPP/EIS.                                                   |
| Zrównoważona odpowiedź CPP w wariancie +3% mas. Ni | SDSS 2507 +3% mas. Ni SR500                                        | Najkorzystniej zrównoważona odpowiedź oceniana metodą CPP w grupie stanów wariantu +3% mas. Ni.                                    |

## 8 Zintegrowana dyskusja wyników

Uzyskane wyniki wspierają hipotezy robocze w granicach badanego zakresu. Dodatek Ni przesuwał skład fazowy w kierunku większego udziału austenitu, co jest zgodne z zasadami stabilności fazowej stali nierdzewnych duplex [1, 3]. Efekt ten nie miał jednak charakteru liniowo korzystnego w analizowanych warunkach procesu LPBF. Wyżarzanie odpężające modyfikowało stan materiału odziedziczony po procesie LPBF, lecz nie prowadziło w sposób pewny do odtworzenia równowagi duplex, podczas gdy przesycanie zapewniało najsilniejsze odtworzenie austenitu, zgodnie z aktualnymi wynikami badań dotyczących obróbki cieplnej stali SDSS wytwarzanych metodami LPBF/PBF-LB [6, 7]. Właściwości mechaniczne oraz zachowanie elektrochemiczne zależały od łącznego oddziaływania składu fazowego, stanu defektowego i stanu odkształcenia, a nie od pojedynczej zmiennej.

Najważniejszym argumentem naukowym rozprawy jest koncepcja ścieżki technologicznej. Materiał nie jest klasyfikowany wyłącznie na podstawie składu chemicznego, lecz przez przebieg technologiczny, który doprowadził do uzyskania określonego składu fazowego, niejednorodności orientacji krystalograficznej, stanu defektowego, właściwości mechanicznych oraz parametrów elektrochemicznych. Z tego względu w rozprawie wskazano kilka preferowanych stanów materiału, a nie jeden uniwersalny stan optymalny.

Klasyczny wariant stopu w stanie po przesycaniu SA1100 jest odpowiedni do odtworzenia równowagi fazowej w analizowanej macierzy badawczej. Ścieżka obejmująca wariant +3% mas. Ni w stanach po wyżarzaniu odpężającym SR400/SR450 jest właściwa z punktu widzenia uzyskania maksymalnej wytrzymałości na rozciąganie. Stany po wyżarzaniu odpężającym SR350 i SR525 wariantu +6% mas. Ni są preferowane w odniesieniu do różnych parametrów elektrochemicznych. Przesycanie jest korzystne z punktu widzenia plastyczności i odpowiedzi

udarowej, lecz nie sprzyja zachowaniu wysokiej wytrzymałości.

Model przesiewowej analizy korozyjnej należy zatem interpretować wyłącznie jako narzędzie wspomagające na poziomie parametrów opisowych. Nie stanowi on dowodu odporności korozyjnej w warunkach eksploatacyjnych. Podobnie brak potwierdzenia obecności wydzieleni fazy sigma, fazy chi lub azotków chromu w wybranym obszarze analizowanym metodami TEM/STEM nie dowodzi ich globalnego braku w skali całego materiału. Przyjęte ograniczenia interpretacyjne pozwalają zachować rozróżnienie między bezpośrednimi dowodami eksperymentalnymi, ich interpretacją oraz ekstrapolacją wyników.

## 9 Weryfikacja hipotez

Hipotezy badawcze zostały potwierdzone w granicach badanego obszaru eksperymentalnego.

Hipoteza H1 została potwierdzona, ponieważ dodatek Ni zwiększał udział austenitu wyznaczony metodą EBSD w badanych wariantach stali SDSS 2507 wytworzonych metodą LPBF. Jednocześnie stan SDSS 2507 +6% mas. Ni po przesycaniu SA1150 stał się silnie bogaty w austenit, co potwierdza, że nadmierne wzbogacenie stopu w Ni może przesunąć jego skład fazowy poza pożądany zakres równowagi ferrytyczno-austenitycznej właściwy dla struktury duplex.

Hipoteza H2 została potwierdzona, ponieważ wyżarzanie odprężające modyfikowało stan fazowy i defektowy odziedziczony po procesie LPBF, lecz nie prowadziło w sposób niezawodny do odtworzenia równowagi fazowej duplex, podczas gdy przesycanie powodowało najsilniejsze ponowne zrównoważenie udziału ferrytu i austenitu w ramach badanej macierzy obróbki cieplnej.

Hipoteza H3 została potwierdzona, ponieważ właściwości mechaniczne i zachowanie elektrochemiczne zależały od przyjętego kryterium oceny. Były one determinowane przez sprzężone oddziaływanie składu fazowego, stanu defektowego, niejednorodności orientacji krystalograficznej, lokalnego składu chemicznego oraz ścieżki obróbki cieplnej, a nie wyłącznie przez porowatość, nominalną zawartość Ni lub temperaturę obróbki cieplnej.

W związku z tym główny cel badawczy rozprawy został osiągnięty. W pracy określono, w jaki sposób modyfikacja składu chemicznego dodatkiem Ni oraz obróbka cieplna po procesie wytwarzania wpływają na mikrostrukturę odziedziczoną po LPBF, właściwości mechaniczne oraz laboratoryjne zachowanie elektrochemiczne stali SDSS 2507. Opracowano również ramy doboru ścieżek obejmujących wariant stopu i obróbkę cieplną, zależne od przyjętego kryterium oceny i ograniczone do analizowanego zakresu eksperymentalnego.

## 10 Główne wnioski

1. Wybrane warunki procesu LPBF stanowiły wspólną podstawę technologiczną o niskiej porowatości, umożliwiającą porównawczą ocenę analizowanych ścieżek obejmujących wariant stopu oraz obróbkę cieplną. Sama niska porowatość nie była jednak wystarczają-

cym kryterium potwierdzającym uzyskanie równowagi fazowej duplex, właściwego stanu mikrostrukturalnego ani spełnienia kryteriów odporności korozyjnej.

2. Skład fazowy materiału wykazywał silną zależność od wariantu stopu oraz zastosowanej obróbki cieplnej. Klasyczny wariant stopu oraz wariant +3% mas. Ni pozostawały bogate w ferryt po procesie LPBF i po wyżarzaniu odprężającym, natomiast istotne ponowne zrównoważenie udziału ferrytu i austenitu wymagało zastosowania przesycania. Wariant +6% mas. Ni wykazywał znaczący wzrost udziału austenitu wyznaczonego w mapowanych obszarach, obejmujący stany po wytworzeniu AS oraz po wyżarzaniu odprężającym SR zbliżone do struktury duplex. Jednocześnie stan po przesycaniu SA1150 prowadził do uzyskania składu fazowego silnie wzbogaconego w austenit.
3. Wyżarzanie odprężające nie prowadziło do uniwersalnego trendu zmian odpowiadających zdrowieniu mikrostruktury. Parametry opisowe wyznaczone metodami XRD i EBSD wykazywały odpowiedzi zależne od wariantu stopu oraz niemonotoniczny charakter zmian. Jednocześnie badania TEM/STEM klasycznego wariantu stopu w stanie po wyżarzaniu odprężającym SR550 nie potwierdziły obecności wydzieleni fazy sigma, fazy chi ani azotków chromu w analizowanym obszarze. Obserwacja ta ma charakter lokalny i nie dowodzi globalnego braku tego typu cech mikrostrukturalnych.
4. Właściwości mechaniczne oraz zachowanie elektrochemiczne były zależne od przyjętego kryterium oceny. Stany po druku oraz po wyżarzaniu odprężającym sprzyjały zachowaniu wysokiej wytrzymałości, natomiast przesycanie korzystnie wpływało na plastyczność i udurowienie, przy jednoczesnym obniżeniu wytrzymałości. Parametry opisowe wyznaczone na podstawie pomiarów elektrochemicznych CPP i EIS nie pozwoliły na wskazanie jednego, uniwersalnego optimum elektrochemicznego.
5. Głównym wkładem rozprawy do rozwoju wiedzy w zakresie inżynierii materiałowej jest opracowanie mapy ścieżek technologicznych zależnych od przyjętego kryterium oceny, łączącej proces LPBF, modyfikację składu chemicznego dodatkiem Ni, obróbkę cieplną, skład fazowy, właściwości mechaniczne, laboratoryjne parametry elektrochemiczne oraz ograniczoną analizę przesiewową opartą na parametrze pozornej rezystancji polaryzacyjnej  $R_{p,app}$ . Procedurę uczenia maszynowego należy interpretować wyłącznie jako narzędzie porządkowania trendów właściwe dla analizowanego zbioru danych, a nie jako walidację odporności korozyjnej w warunkach eksploatacyjnych ani jako przenoszalny model predykcji zachowania korozyjnego.

## 11 Oryginalny wkład naukowy

Oryginalny wkład niniejszej rozprawy nie sprowadza się do wskazania jednego optymalnego poziomu dodatku Ni ani jednego wariantu obróbki cieplnej, które można byłoby uznać za uniwersalnie najkorzystniejsze dla stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF. Wkład ten polega na opracowaniu ram interpretacyjnych i doboru ścieżek technologicznych, właściwych dla analizowanego procesu oraz ograniczonych zakresem uzyskanych dowodów eksperymentalnych, umożliwiających wybór wariantu stopu i obróbki cieplnej w zależności od dominującego

kryterium właściwości użytkowych. W pracy wykazano, że równowaga fazowa, wytrzymałość, plastyczność, uderzalność, parametry elektrochemiczne oraz wyniki modelu przesiewowego nie prowadzą do wskazania jednego, uniwersalnego optimum. Każda z tych odpowiedzi jest natomiast determinowana przez sprzężone oddziaływanie składu chemicznego stopu, historii cieplnej procesu LPBF, obróbki po druku, składu fazowego, stanu defektowego, niejednorodności orientacji krystalograficznej oraz lokalnego składu chemicznego. Rozprawa wnosi następujące oryginalne elementy:

- Porównawczą ocenę klasycznej stali duplex SDSS 2507, SDSS 2507 +3% mas. Ni oraz SDSS 2507 +6% mas. Ni, wytworzonych z zastosowaniem wspólnej bazy parametrów procesu LPBF
- Wyjaśnienie, że stabilizacja austenitu wspomagana dodatkiem Ni w stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF jest zależna od przyjętego kryterium oceny i w warunkach wysokotemperaturowego przesycania może przesunąć stop poza pożądany zakres równowagi fazowej duplex.
- Opracowanie zintegrowanej interpretacji zależności między procesem wytwarzania, strukturą, właściwościami i zachowaniem korozyjnym materiału, opartej na wynikach badań SEM, XRD, EBSD, TEM/STEM, pomiarach twardości, próbie rozciągania, badaniach uderzalności, pomiarach elektrochemicznych CPP i EIS oraz modelowaniu na poziomie parametrów opisowych.
- Opracowanie mapy doboru ścieżek technologicznych zależnej od dominującego kryterium oceny, umożliwiającej rozróżnienie ścieżek preferowanych ze względu na odtworzenie równowagi fazowej, maksymalną wytrzymałość na rozciąganie, plastyczność, uderzalność, parametry wyznaczone metodą CPP, wskaźniki oporowe określone metodą EIS oraz parametry przesiewowej analizy korozyjnej.
- Zastosowanie uczenia maszynowego w ograniczonym zakresie, jako narzędzia porządkowania trendów korozyjnych na poziomie parametrów opisowych, przy jednoczesnym zachowaniu bezpośrednich badań elektrochemicznych jako zasadniczej podstawy dowodowej w ocenie zachowania korozyjnego materiału.

## 12 Znaczenie praktyczne i inżynierskie

Znaczenie praktyczne rozprawy polega na opracowaniu logiki doboru stanu materiału dla stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF. Dobór wariantu stopu oraz obróbki cieplnej powinien być prowadzony w odniesieniu do dominującego kryterium inżynierskiego, a nie wyłącznie na podstawie nominalnej zawartości Ni lub temperatury obróbki cieplnej. W analizowanej macierzy badawczej klasyczna stal SDSS 2507 w stanie po przesycaniu SA1100 stanowi najkorzystniejszą ścieżkę, gdy priorytetem jest odtworzenie równowagi fazowej. Ścieżka obejmująca wariant +3% mas. Ni w stanach po wyżarzaniu odprężającym SR400/SR450 jest najkorzystniejsza wtedy, gdy wymagane jest uzyskanie maksymalnej wytrzymałości na rozciąganie. Stany po przesycaniu są bardziej odpowiednie, gdy priorytetem są plastyczność i uderzalność, natomiast

wybrane stany wariantu +6% mas. Ni po druku AS oraz po wyżarzaniu odpężającym SR pozostają istotne jako rozwiązania kompromisowe bez przesycania, łączące wytrzymałość, plastyczność i odporność na obciążenia udarowe.

W odniesieniu do laboratoryjnie ocenianego zachowania elektrochemicznego preferowana ścieżka technologiczna zależy od przyjętego kryterium dominującego, tj. od tego, czy ocena koncentruje się na zachowaniu związanym z przebiciem warstwy pasywnej i repasywacją, odpowiedzi oporowej układu, parametrach wyznaczonych na podstawie pomiarów CPP, czy wskaźnikach oporowych określonych metodą EIS. Rezultatem inżynierskim rozprawy nie jest zatem uniwersalna receptura procesowa, lecz zależne od kryterium oceny ramy doboru ścieżek obejmujących wariant stopu oraz obróbkę cieplną.

### 13 Publikacje, patenty i wkład własny doktoranta

Podstawę dorobku naukowego związanego z rozprawą stanowią artykuły opublikowane w czasopismach naukowych oraz recenzowane materiały konferencyjne dotyczące stali nierdzewnych duplex i superduplex wytwarzanych metodą LPBF. Prace te obejmują zagadnienia obróbki cieplnej po procesie wytwarzania, kształtowania mikrostruktury, właściwości mechanicznych, zachowania korozyjnego oraz przesiewowej analizy trendów korozyjnych prowadzonej na poziomie parametrów opisowych. Artykuły naukowe powiązane tematycznie z rozprawą obejmują:

1. Dagnaw M., Poudel S., Król M., Brytan Z., “Post-process heat treatment design for tunable strength and toughness in L-PBF 2507 super duplex stainless steel,” *Materialia*, 2026, Article no. 102799, doi: 10.1016/j.mtla.2026.102799.
2. Dagnaw M. J., Poudel S., Subedi U., Thapa R., Reimann Ł., Appiah A. N. S., Nuckowski P. M., Król M., Brytan Z., Moelans N., Kunwar A., “Integrating experiments and phase-field method through informatics for tailored corrosion performance of additively manufactured steel microstructures,” *Metals and Materials International*, 2026, accepted; DOI assigned: 10.1007/s12540-026-02369-4.
3. Dagnaw M. J., Brytan Z., Cimbala D., Simkulet V., Fita S., “Microstructure and hardness distribution of laser powder bed fusion-produced AISI 2507 super duplex stainless steel,” *Defect and Diffusion Forum*, 2026, vol. 448, pp. 125–130, doi: 10.4028/p-gmBT5y.
4. Snopiński P., Ardayfio B. N. A., Dagnaw M. J., Król M., Kotoul M., Brytan Z., “Effect of Ni addition on the phase balance and grain boundary character distribution in 2507 Super Duplex Stainless Steel fabricated via LPBF,” *Symmetry*, 2026, vol. 18, no. 1, Article 198, pp. 1–14, doi: 10.3390/sym18010198.
5. Brytan Z., Dagnaw M. J., Bidulská J., Bidulský R., Muhamad M. R., “Post-processing effect on the corrosion resistance of super duplex stainless steel produced by laser powder bed fusion,” *Materials*, 2024, vol. 17, no. 12, Article 2807, pp. 1–15, doi: 10.3390/ma17122807.
6. Dagnaw M. J., Brytan Z., Bidulská J., Bidulský R., “Corrosion evaluation of super duplex stainless steel made by LPBF,” *Acta Metallurgica Slovaca*, 2024, vol. 30, no. 1, pp. 34–40,

Recenzowane materiały konferencyjne oraz rozdziały w monografiach konferencyjnych powiązane tematycznie z rozprawą obejmują:

1. Olszewska A., Wanczura W., Czajkowski K., Jagła B., Toman K., Knysh O., Kolšovský A., Dagnaw M. J., Brytan Z., Bidulská J., "Shaping the microstructure and properties of duplex stainless steels manufactured via LPBF additive technology," *TalentDetector2025\_Summer: International Students Scientific Conference*, 2025, Prace Katedry Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, pp. 358–365, ISBN 978-83-65138-44-6.
2. Brytan Z., Dagnaw M. J., "Heat treatment effects on LPBF duplex stainless steel corrosion resistance," *28th IFHTSE 2023 Congress*, Yokohama, Japan, 2024, International Federation for Heat Treatment & Surface Engineering, ISBN 9781713889533.
3. Brytan Z., Bidulska J., Dagnaw M. J., "Investigation of corrosion resistance in various heat-treated states of LPBF-produced SDSS," *27th International Seminar of Ph.D. Students, SEMDOK 2024*, Western Tatras–Zuberec, Slovak Republic, 2024, Zilinska Univerzita, pp. 15–20, ISBN 978-80-554-2076-9.
4. Dagnaw M. J., Brytan Z., "Exploring the potential of duplex stainless steels in additive manufacturing: composition, corrosion, and challenges," *TalentDetector2024\_Winter: International Students Scientific Conference*, 2024, Prace Katedry Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, pp. 111–118, ISBN 978-83-65138-39-2.
5. Dagnaw M., Brytan Z., "3D printing of duplex stainless steels – possibilities and challenges," *TalentDetector2023\_Winter: International Students Scientific Conference*, 2023, Prace Katedry Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, pp. 127–139, ISBN 978-83-65138-34-7.
6. Dagnaw M., Brytan Z., Bidulska J., Król M., Jonda E., Pastorek F., Kajanek D., "Initial optimization of L-PBF printing parameters of super duplex stainless steel powder," *26th International Seminar of Ph.D. Students, SEMDOK 2023*, Western Tatras–Zuberec, Slovak Republic, 2023, Zilinska Univerzita, pp. 70–75, ISBN 978-80-554-1947-3.
7. Dagnaw M., Brytan Z., "Microstructural and hardness distribution analysis of Laser Powder Bed Fusion (LPBF) printed 2507 duplex stainless steel," *TalentDetector2023\_Summer: International Students Scientific Conference*, Brenna, Poland, 2023, Prace Katedry Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, pp. 193–200, ISBN 978-83-65138-38-5.

Nie wykazano patentów w dorobku akademickim kandydata. Nie opublikowano również monografii naukowych w wydawnictwie ujętym w wykazie ani innych rozdziałów w monografiach naukowych poza wskazanymi powyżej recenzowanymi materiałami konferencyjnymi oraz rozdziałami w monografiach konferencyjnych. Wkład własny kandydata obejmował zaprojektowanie i przeprowadzenie porównawczych badań stali SDSS 2507 wytworzonej metodą LPBF, opracowanie macierzy wariantów stopowych i obróbki cieplnej, analizę zbiorów danych mikrostrukturalnych, krystalograficznych, mechanicznych i elektrochemicznych, opracowanie oraz interpretację ograniczonej procedury przesiewowej opartej na parametrze  $R_{p,app}$ , przygotowanie manuskryptów i wystąpień konferencyjnych powiązanych z tematyką rozprawy, a także

syntezę mapy zależności obejmującej proces wytwarzania, strukturę, właściwości i zachowanie korozyjne materiału.

## Kluczowe pozycje literaturowe

- [1] R. N. Gunn, *Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications*. Woodhead Publishing, 1997.
- [2] J.-O. Nilsson, "Super Duplex Stainless Steels," *Materials Science and Technology*, vol. 8, no. 8, pp. 685–700, 1992.
- [3] J. C. Lippold and D. J. Kotecki, *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. Wiley, 2005.
- [4] T. DebRoy et al., "Additive manufacturing of metallic components – process, structure and properties," *Progress in Materials Science*, vol. 92, pp. 112–224, 2018.
- [5] X.-X. Zhu et al., "Laser Powder Bed Fusion of 2507 Duplex Stainless Steel: Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Performance," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 913, p. 147084, 2024, doi: 10.1016/j.msea.2024.147084.
- [6] A. D. Gandhi et al., "Solution Annealing of PBF-LB Manufactured 2507 Super Duplex Stainless Steel: A Computational Thermodynamics Approach," *Welding in the World*, 2025, doi: 10.1007/s40194-025-02264-3.
- [7] K. P. Davidson et al., "Effect of Build Orientation and Heat Treatment on the Microstructure, Mechanical and Corrosion Performance of Super Duplex Stainless Steels Fabricated via Laser Powder Fusion," *Materials Advances*, vol. 5, pp. 8177–8198, 2024, doi: 10.1039/D4MA00448E.
- [8] G. S. Frankel, "Pitting corrosion of metals: a review of the critical factors," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 145, no. 6, pp. 2186–2198, 1998.
- [9] M. Stern and A. L. Geary, "Electrochemical polarization: I. A theoretical analysis of the shape of polarization curves," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 104, no. 1, pp. 56–63, 1957.
- [10] G. K. Williamson and W. H. Hall, "X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram," *Acta Metallurgica*, vol. 1, pp. 22–31, 1953.
- [11] D. G. Brandon, "The structure of high-angle grain boundaries," *Acta Metallurgica*, vol. 14, pp. 1479–1484, 1966.

## Wykaz skrótów i symboli

|            |                                                              |             |                                                                        |
|------------|--------------------------------------------------------------|-------------|------------------------------------------------------------------------|
| AS         | stan po druku                                                | CPP         | cykliczna polaryzacja                                                  |
| DSS        | stal nierdzewna typu duplex                                  | EBSD        | potencjodynamiczna dyfrakcja elektronów                                |
| EIS        | elektrochemiczna spektroskopia impedancyjna                  | EDS         | wstecznie rozproszonych spektroskopia rentgenowska z dyspersją energii |
| GOS        | rozrzut orientacji ziarna                                    | GROD        | odchylenie orientacji względem orientacji referencyjnej ziarna         |
| KAM        | średnia lokalna dezorientacja krystalograficzna              | LPBF        | laserowe stapianie w łożu proszku                                      |
| OCP        | potencjał obwodu otwartego                                   | PREN        | równoważnik odporności na korozję wżerową                              |
| SA         | stan po przesycaniu                                          | SDSS        | stal nierdzewna superduplex                                            |
| SEM        | skaningowa mikroskopia elektronowa                           | SR          | stan po wyżarzaniu odprężającym                                        |
| TEM/STEM   | transmisyjna/skaningowo-transmisyjna mikroskopia elektronowa | XRD         | dyfrakcja rentgenowska                                                 |
| $E_{br}$   | potencjał przebiccia                                         | $E_{rp}$    | potencjał repasywacji                                                  |
| $J_{corr}$ | gęstość prądu korozyjnego                                    | $R_{ct}$    | opór przeniesienia ładunku                                             |
| $R_p$      | opór polaryzacyjny                                           | $R_{p,app}$ | pozorny deskryptor przesiewowy                                         |
|            |                                                              |             | wyprowadzony z CPP                                                     |