

prof. dr hab. inż. **Zbigniew Konopka** Częstochowa, dn. 02.07.2018 r.
Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów
Katedra Odlewnictwa
Politechnika Częstochowska

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Doroty Siekaniec

**pt.: "Kształtowanie gradientowej struktury i wybranych właściwości
w odlewach z żeliwa wysokochromowego"**

opracowana na zlecenie Dziekana Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo Hutniczej

1. Ocena przedmiotu rozprawy

Przedstawiona do oceny rozprawa dotyczy badania procesu krystalizacji żeliwa wysokochromowego o różnym składzie chemicznym i oceny jego właściwości mechanicznych, technologicznych i specjalnych. Celem pracy jest sterowanie krystalizacją i krzepnięciem za pomocą temperatury zalewania, zabiegu modyfikacji i wytworzenia zewnętrznej, kompozytowej warstwy na odlewach tak aby wywołać krystalizację endogeniczną (objętościową), korzystną w punktu widzenia uzyskania najlepszych właściwości użytkowych wyrobów gotowych w miejsce krystalizacji egzogenicznej (kierunkowej). W połączeniu z wytworzeniem zewnętrznej warstwy kompozytowej oczekiwane mikrostruktury utworzą strukturę gradientową w odlewie nie spotykaną w tradycyjnych odlewach z tego żeliwa.

Rozwiązywane w pracy zagadnienia mają innowacyjny charakter naukowy i praktyczny ponieważ obejmują: nie przedstawianą do tej pory kompleksową analizę mechanizmu krystalizacji i tworzenia struktury pierwotnej w odlewach z żeliwa wysokochromowego, opracowanie nowych receptur modyfikatorów złożonych (przygotowywane do zgłoszenie patentowego) oraz wytworzenie kompozytowej warstwy

in situ o zwiększonej odporności na ścieranie na powierzchni odlewów, będące przedmiotem zgłoszenia patentowego.

Do oceny mechanizmu krystalizacji, identyfikacji ziaren pierwotnych i tworzenia struktury pierwotnej w odlewach z żeliwa wysokochromowego Autorka zastosowała unikatową metodę EBSD (Electron Backscatter Diffraction Analysis) w badaniach na mikroskopie skaningowym.

Innowacją dotyczącą nowego produktu będącą wynikiem pracy jest opracowanie konkurencyjnego żeliwa wysokochromowego z kompozytową warstwą wierzchnią o lepszych właściwościach od obecnie stosowanego. Ze względu na przedstawione powyżej elementy praca lokuje się w innowacyjnym obszarze badań naukowych a uzyskanie pozytywnych wyników w tym zakresie oznaczać może nawet innowację przełomową.

2. Charakterystyka i ocena rozprawy

Tekst rozprawy liczy 141 stron, który uzupełniają bibliografia zawierająca 97 pozycji literaturowych i streszczenie. Rozprawa składa się z dwóch głównych części. W pierwszej części przedstawiono przegląd literatury dotyczący: charakterystyki żeliwa wysokochromowego, ze szczególnym uwzględnieniem opisu jego krystalizacji i kształtowania mikrostruktury, wpływu różnych pierwiastków na strukturę i właściwości oraz opisu metod analizy termicznej i EBDS. Ten fragment rozprawy został opracowany bardzo dobrze pod względem merytorycznym, językowym i edytorskim. Dowodzi to, bez wątpienia, wysokiej wiedzy Autorki w zakresie teorii krystalizacji i krzepnięcia odlewów. Tą część pracy oceniam bardzo wysoko, a poziom tego opracowania odpowiada wymogom pracy doktorskiej.

W drugiej części pracy Autorka przedstawia badania własne formułując na wstępie cel i 5 tez pracy. Dwie tezy dotyczą znanego, pozytywnego wpływu zabiegu modyfikacji na rozdrobnienie struktury i poprawę właściwości (zmniejszenie skłonności do pęknięć na gorąco-teza 1 i zwiększenie udarności i odporności na zużycie ścierne-teza 4), a także dwie zagadnienia modelowania struktury pierwotnej (opis prawa wzrostu ziaren pierwotnych-teza 2 i wykorzystanie danych z oceny mikrostruktury techniką EBDS do modelowania struktury pierwotnej-teza 3).

Dla udowodnienia tez w pracy zrealizowano program badawczy o bardzo szerokim zakresie obejmujący: wykonanie odlewów próbek do badania wytrzymałości na zginanie, odporności na pękanie na gorąco, stopnia wypełnienia formy, do analizy krzywych stygnięcia i krystalizacji, mikrostruktury i odporności na zużycie ścierne oraz wykonanie pomiarów

wyżej wymienionych właściwości, wykonanie odlewów z kompozytową warstwą wierzchnią. Odlewano próbki z żeliwa wysokochromowego podeutektycznego, eutektycznego i nadeutektycznego wyjściowego (bez modyfikacji) i z zabiegiem modyfikacji. Odlewy wykonano w warunkach laboratoryjnych i przemysłowych.

Na podstawie wyników kinetyki stygnięcia odlewów, wyglądu ich przelomu i wytrzymałości na zginanie (R_g) stwierdzono wpływ wyższej temperatury odlewania (1490°C) w porównaniu do 1460°C na zwiększenie udziału krystalizacji endogenicznej kryształów austenitu pierwotnego, wydłużenie czasu krystalizacji i istotne zwiększenie wytrzymałości na zginanie.

W wyniku zastosowania zabiegu modyfikacji żeliwa wysokochromowego modyfikatorem FeTi, a także własnymi o nazwie WOSTAR uzyskano zwiększenie wytrzymałości na zginanie żeliwa podeutektycznego z wartości 821 MPa (żeliwo wyjściowe niemodyfikowane) do 995 MPa (żeliwo modyfikowane dodatkiem 0.33% FeTi) i 1025 MPa (żeliwo modyfikowane modyfikatorem WOSTAR 4). Odlewy z żeliwa nadeutektycznego modyfikowanego miały R_g równe 670 MPa, w porównaniu do 543 MPa dla żeliwa niemodyfikowanego. Wyniki badania odporności na pękanie na gorąco potwierdzają korzystny wpływ modyfikacji nowo opracowanym, własnym modyfikatorem WOSTAR. Modyfikacja żeliwa FeTi, szczególnie o zawartości modyfikatora 0.33% ponad 3-krotnie zwiększyła udarność żeliwa, a modyfikacja modyfikatorami z grupy WOSTAR zwiększyła udarność 2-krotnie w stosunku do udarności żeliwa niemodyfikowanego. Identyczną tendencję stwierdzono w wynikach badania odporności na zużycie ściernie badanego żeliwa.

Wartościowe wyniki uzyskano w badaniach wypełniania wnęki formy dla próby schodkowej odzwierciedlające lejność badanego żeliwa wysokochromowego. Stwierdzono poprawę stopnia wypełniania wnęki formy w wyniku modyfikacji żeliwa szczególnie podeutektycznego, co umożliwia wykonywanie odlewów o cieńszych ściankach. Dla porównania żeliwo wysokochromowe charakteryzuje się małą lejnością, a z żeliwa niemodyfikowanego podeutektycznego nie jest możliwe otrzymanie odlewu o grubości ścianki mniejszej niż 3 mm.

Podsumowując wyniki badań właściwości badanego żeliwa wysokochromowego stwierdzam, że uzyskano istotną poprawę wszystkich właściwości w wyniku zmiany mechanizmu krystalizacji na objętościową, a w konsekwencji struktury odlewów. Efekty takie uzyskano dzięki zastosowaniu zabiegu modyfikacji i optymalizacji warunków odlewania.

Naukowe aspekty oddziaływania modyfikacji na krystalizację żeliwa badano w pracy stosując pomiary stygnięcia i krystalizacji metodą analizy termicznej i kompleksowe badania mikrostruktury odlewów.

Z krzywych stygnięcia i krystalizacji odczytano charakterystyczne temperatury: likwidus (T_L), maksymalną temperaturę eutektyki ($T_{eut,max}$), maksymalne przechłodzenie eutektyczne (T_{rk}), maksymalną szybkość podgrzewania metalu (rekalescencja) wskutek oddziaływania ciepła krystalizacji eutektyki, minimalną temperaturę eutektyki ($T_{eut,min}$), minimalne przechłodzenie eutektyczne, temperaturę solidus (T_S). Ze sporządzonego wykresu krystalizacji równowagowej dla układu potrójnego 1,81% C-21,19% Cr-Fe odczytano temperaturę równowagową krystalizacji austenitu pierwotnego oraz temperaturę równowagową eutektyki, wynoszące odpowiednio 1369°C i 1300°C.

W badaniach mikrostruktury badanego żeliwa zidentyfikowano ziarna austenitu, węglików chromu typu Cr_7C_3 oraz węgliki tytanu. Obliczone wartości przechłódzeń krystalizacji ziaren pierwotnych jak i eutektyki węglikowej potwierdzają zarodkotwórcze oddziaływanie modyfikatora FeTi i dowodzą sformułowane w pracy tezy. Dzięki zastosowanej technice EBSD Autorka w swoich badaniach wyznaczyła liczbę ziaren austenitu pierwotnego w badanych żeliwach, a uwzględniając znany stopień przechłodzenia zależny od dodatku modyfikatora FeTi przedstawiła model matematyczny prawa wzrostu ziaren austenitu pierwotnego.

Te oryginalne wyniki mają bardzo dużą wartość naukową i znaczenie dla technologii odlewów głównie w zakresie sterowania szybkością stygnięcia w formie, co decyduje o uzyskiwanych właściwościach. W mojej ocenie przedstawiony opis mechanizmu krystalizacji żeliwa wysokochromowego jest najważniejszym osiągnięciem naukowym recenzowanej pracy.

Bardzo wartościowy z punktu widzenia naukowego jest rozdział 8.7, dotyczący wytwarzania kompozytowej warstwy in situ na zewnętrznej powierzchni odlewu. W wyniku wprowadzenia do odlewu podczas jego krystalizacji w formie mieszaniny FeTi i FeS_2 uzyskano istotne rozdrobnienie struktury i zwiększenie grubości zewnętrznej warstwy odlewu. Wyniki badań laboratoryjnych zostały potwierdzone na przykładzie odlewów stosowanych w urządzeniu do rozdrabniania drewna. Odlewy tarcz takich rozdrabniaczy o odporności na zużycie ściernie większe o 50% od aktualnie stosowanych wykonano w warunkach przemysłowych dużej odlewni w Polsce.

Sekwencję badań własnych kończy krótkie podsumowanie i wnioski. Autorka nie przedstawia szerszej analizy wyników w tym końcowym rozdziale pracy, co jest uzasadnione ponieważ wszystkie uzyskane wyniki cząstkowe zostały skomentowane i opisane w rozdziałach pracy prezentujących wyniki badań. Wnioski wynikające z analizy wyników są zgodne ze znaną do tej pory teorią. Opracowanie to dowodzi dojrzałości naukowej Doktorantki i jej zdolności do samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. W moim przekonaniu Autorce udało się osiągnąć cel pracy, a jednocześnie zebrany bogaty materiał badawczy pozwolił na udowodnienie postawionych w pracy tez.

3. Uwagi szczegółowe

W pracy wykonywano odlewy prób do badania różnych właściwości żeliwa wysokochromowego w różnych formach odlewniczych. Odlewy wykonywano w formach piaskowych na bentonicie, z sypkich mas samoutwardzalnych a także w kokilach. Czy analizowano w badaniach wpływ różnych form na szybkość stygnięcia w nich metalu i kształtowanie struktury odlewu?. Proszę o komentarz do tego zagadnienia.

W badaniach krystalizacji metodą analizy termicznej stwierdza się, że dodatek modyfikatora skraca czas krystalizacji odlewu próbnego z żeliwa podeutektycznego, a żeliwo nadeutektyczne krystalizuje o ok. 20 sekund dłużej (str.90 i 91). Proszę o komentarz do tego wyniku badań.

W tabeli 11 str. 95 temperatura likwidus żeliwa modyfikowanego dodatkiem 0.66% FeTi wynosi 1384°C , a więc jest wyższa od równowagowej temperatury likwidus równej 1369°C . Jak wyjaśnić ten wynik, czy jest to błąd drukarski?.

4. Ocena końcowa

Stwierdzam, że rozprawa Pani mgr inż. Doroty Siekaniec spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim ponieważ:

- jasno sformułowano cel i tezy badanego problemu naukowego,
- zaplanowano i zrealizowano badania stosując nowoczesne narzędzia naukowe według przyjętej metodyki badań, co dowodzi umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez doktorantkę,
- logicznie zinterpretowano uzyskane wyniki i sformułowano wnioski, co wskazuje na szeroką ogólną wiedzę teoretyczną kandydatki,

- doktorantka udowodniła postawioną tezę, a uzyskane wyniki wnoszą oryginalny wkład naukowy i praktyczny w teorię i praktykę odlewnictwa żeliwa wysokochromowego.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Doroty Siekaniec pt.: **"Kształtowanie gradientowej struktury i wybranych właściwości w odlewach z żeliwa wysokochromowego"** spełnia wymogi określone w Ustawie o stopniach i tytule naukowym. W związku z tym wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Doroty Siekaniec do publicznej dyskusji nad Jej rozprawą doktorską przed Radą Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo-Hutniczej.

Kaczyńska Złigniew