

Gliwice, 10.01.2011 r.

Prof. dr hab. inż. Zbigniew Rdzawski  
Politechnika Śląska w Gliwicach  
Wydział Mechaniczny Technologiczny  
Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych  
ul. Konarskiego 18 A  
44-100 GLIWICE



## OPINIA O PRACY DOKTORSKIEJ

Pani mgr inż. Barbary Dołęgańskiej

**Politechnika Śląska w Gliwicach**  
**Wydział Mechaniczny Technologiczny**

Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

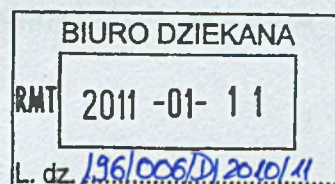
zatytułowanej:

**Struktura i własności spiekanych gradientowych materiałów  
narzędziowych o osnowie kobaltowej**

### 1. *Krótką charakterystyką pracy*

Przedstawiona do zaopiniowania praca doktorska stanowi opracowanie zagadnień sprecyzowanych w tytule pracy, które zawarto w dwóch częściach, części zasadniczej obejmującej 71 stron oraz atlasu zdjęć, rysunków i tabel zamieszczonych na 86 stronach. Łącznie tematowi dysertacji poświęcono 157 stron, zamieszczono 148 rysunków, 27 tabel oraz 13 wzorów.

Praca składa się z sześciu rozdziałów z klasycznym układem treści, w których po części pierwszej, stanowiącej przegląd piśmiennictwa dotyczący materiałów narzędziowych w tym gradientowych o osnowie kobaltowej wytwarzanych metodami





metalurgii proszków, następuje część druga, w której sformułowano tezę, zakres pracy, materiał i metodykę badań.

Kolejną część, najbardziej rozbudowaną poświęcono omówieniu wyników badań, a więc ściśle zagadnieniom pogłębionego przedmiotu badania naukowego.

W rozdziale 5, na siedmiu stronach dokonano podsumowania wyników badań, a syntetyczne wnioski zawarto w rozdziale szóstym, po którym zamieszczono spis literatury w ujęciu alfabetycznym obejmujący 165 pozycji.

Końcowa część dysertacji zawiera streszczenie pracy w języku polskim i angielskim.

## 2. Ocena pracy

Genezy pracy dopatrzeć się można w chęci połączenia przeciwstawnych cech materiałowych, wysokiej twardości i odporności na ścieranie z wysoką odpornością narzędzi na kruche pękanie. Do podjęcia tej problematyki zachęciły Autorkę dysertacji wykonane ostatnio w macierzystym Instytucie prace poświęcone metodom wytwarzania gradientowych materiałów narzędziowych. Stąd cel pracy ukierunkowano na opracowanie technologii wytwarzania nowych spiekanych gradientowych materiałów narzędziowych na bazie twardej fazy węglika wolframu z wiążącą osnową kobaltową. Zaś opracowanie tej technologii postanowiono oprzeć o subtelne badania struktury i własności nowo opracowanych spiekanych gradientowych materiałów narzędziowych.

***Takie podejście do rozwiązania problemu ma charakter głęboko zakorzeniony w badaniach podstawowych, jak też posiada charakter użytkowy.***

***Wynika stąd, że podstawowy cel pracy został ukierunkowany właściwie na rozwiązanie problemu, który stawia nauka i praktyka.***

***Podjęcie tematyki bliskiej realnych potrzeb gospodarki, przy tym ambitnej od strony poznawczej, uzasadnia w całej rozciągłości celowość podjęcia badań.***

Stosownie do przyjętego tematu pracy, rozwiązywanie tego zagadnienia Autorka rozpoczęła od przeglądu literatury dotyczącej materiałów narzędziowych o osnowie kobaltowej wytwarzanych metodami metalurgii proszków. Stwierdza, że materiały narzędziowe powinny się charakteryzować dużą twardością, ciągliwością, sztywnością i wytrzymałością zmęczeniową. Ponadto powinny posiadać dużą



odporność na ścieranie, na działanie podwyższonej temperatury, oraz na zmęczenie cieplne a także powinny się charakteryzować dobrymi własnościami skrawającymi oraz odpornością na czynniki korozyjne. Spełnienie tych wszystkich wymagań przez klasyczne materiały narzędziowe jest niemożliwe. W praktyce najczęściej poszukuje się kompromisu pomiędzy wysoką odpornością na pękanie a własnościami mechanicznymi.

*Autorka wskazuje na wybrane prace, z których wynika możliwość otrzymania materiału narzędziowego o dużej twardości w warstwie wierzchniej przy zachowaniu znacznej ciągliwości w pozostałej jego części. Taką możliwość stwarzają materiały gradientowe wytwarzane metodami metalurgii proszków.*

Zagłębiając się w tę problematykę pewną część przeglądu piśmiennictwa poświęca podziałowi nowoczesnych materiałów narzędziowych, charakterystyce faz węglkowych, metodom wytwarzania proszków oraz ich konsolidacji. Dalszą część przeglądu poświęca Autorka na szczegółowe omówienie zagadnień związanych z procesem wytwarzania węglków spiekanych z osnową wiążącą. **Zwraca uwagę na każdy istotny element procesu technologicznego i jego wpływ na własności użytkowe węglków spiekanych.** Przytacza typowe zastosowania tych materiałów oraz omawia czynniki wpływające na ich zużycie.

Ta szczegółowa analiza prowadzi Autorkę do konkluzji, iż intensywność zużywania zależy zarówno od własności ścierniwa (twardość, wielkość i kształt ziaren), własności materiału ścieranego (twardość, moduł sprężystości) jak też warunków w jakich przebiega ścieranie (obciążenie, prędkość, temperatura). **Jednak decydujący wpływ na przebieg procesu zużycia ściernego materiałów twardych i kruchych ma odporność na kruche pękanie i twardość, a więc uzasadnione jest poszukiwanie takich technologii dla których będzie możliwe osiągnięcie dużej twardości oraz odpowiedniej ciągliwości w wytwarzanych materiałach narzędziowych.** Możliwość rozwiązania tego problemu jest związana z technologią wytwarzania spiekanych gradientowych materiałów narzędziowych, które stanowią specjalną grupę materiałów kompozytowych.

Ostatnia część przeglądu piśmiennictwa, konsekwentnie do tematu i celu dysertacji, poświęcona jest właśnie tej problematyce. Dokonana zostaje charakterystyka materiałów gradientowych, dla których własności zmieniają się stopniowo w objętości materiału wraz ze zmianą składu chemicznego, wielkości



ziaren, struktury lub uporządkowania w zależności od położenia. **Są to więc materiały niejednorodne o złożonej strukturze.**

Dalej, omówiony zostaje podział materiałów gradientowych w oparciu o przyjęte kryteria oraz metody ich wytwarzania, wśród których przytoczone zostają:

- metody metalurgii proszków ze swymi odmianami,
- techniki nanoszenia powłok , w tym nanokrystaliczne gradientowe materiały funkcjonalne,
- technologie przetapiania, stopowania i wtapiania laserowego,
- metody laminacji („platerowania”) oraz inne.

Użycie określonej metody wynika z przewidywanego zastosowania oraz warunków eksploatacyjnych tych materiałów.

Materiały gradientowe wykorzystuje się na odpowiedzialne elementy konstrukcyjne, termomechaniczne, jako przetworniki energii, w medycynie, optyce i elektronice. **Natomiast gradientowe materiały narzędziowe znajdują szerokie zastosowanie do produkcji narzędzi wiertniczych, sprzętu górniczego, gdzie wymagana jest wysoka odporność na zużycie ściernie i kruche pękanie i do tych celów jest wykorzystywany materiał o gradientowej strukturze WC-Co, który stanowi przedmiot badań objętych niniejszą dysertacją**

**Pragnę zaznaczyć, iż w przeglądzie piśmiennictwa Autorka przywołuje aktualne wyniki szerokich badań prowadzonych na świecie oraz w macierzystej Uczelni (107 pozycji z lat 2005-2010).**

**Dokonany wybór literatury oraz zestawione informacje a także swój krytyczny osąd do niektórych doniesień, świadczą o dojrzałości naukowej Autorki dysertacji oraz dokumentuje znajomość przedmiotu badań oraz sposobu rozwiązania problemu badawczego.**

**Pragnę podkreślić, iż przedmiot rozprawy jest prawidłowo osadzony w realiach naukowo-badawczych a temat pracy jest jasno sprecyzowany.**

Dokonany przegląd literatury oraz wyniki badań wykonanych także w macierzystej Uczelni pozwoliły Autorce stwierdzić:

- *po pierwsze*, że kształtowanie struktury oraz własności mechanicznych, odporności na zużycie ściernie i kruche pękanie jest możliwe dzięki zastosowaniu zmiennego stężenia fazy wiążącej-kobaltu,



- *po drugie*, że jedyną metodą wytwarzania węglików spiekanych jest metalurgia proszków, która pozwala na produkcję tych materiałów o jednorodnej strukturze,
- *po trzecie*, nieznaczna modyfikacja procesu formowania umożliwia wytwarzanie węglików o strukturze gradientowej, charakteryzującej się zmiennym stężeniem objętościowym fazy wiążącej.

***To prowadzi Autorkę do wniosku, że otrzymanie materiału gradientowego tą metodą jest możliwe przez zasypywanie w matrycy kolejnych warstw mieszanin proszków różniących się udziałem osnowy, zależnym od wymaganych własności wytwarzanego materiału, a następnie ich sprasowanie i spiekanie.***

Taki też jest wydzwięk tezy rozprawy, którą sprecyzowano następująco:

**„Nowo opracowana technologia metalurgii proszków polegająca na kolejnym zasypywaniu formy warstwami o rosnącym udziale węglików i zmniejszającym się stężeniu kobaltu i następnym spiekaniu tak przygotowanej wypraski umożliwia zapewnienie wymaganej struktury i własności, w tym odporności na pękanie i na zużycie ściernie gradientowych materiałów narzędziowych, w wyniku uzyskania wysokiej twardości i odporności na zużycie ściernie na powierzchni oraz wysokiej odporności na pękanie w rdzeniu tak wytworzonych materiałów”**

Do udowodnienia przyjętej tezy oraz osiągnięcia zamierzonego celu pracy polegającego na opracowaniu nowej grupy spiekanych gradientowych materiałów narzędziowych węglika wolframu na osnowie kobaltu, ustalono następujący zakres pracy:

- opracowanie i zastosowanie technologii wytwarzania mieszanin i formowania materiałów gradientowych węglika wolframu na osnowie kobaltu,
- opracowanie i zastosowanie warunków spiekania oraz dogęszczania izostatycznego,
- badania mikrostruktury, składu fazowego i chemicznego spiekanych materiałów gradientowych węglika wolframu na osnowie kobaltowej,
- określenie własności mechanicznych i fizycznych spiekanych materiałów gradientowych węglika wolframu na osnowie kobaltu,



- opracowanie symulacji komputerowej naprężeń własnych i odkształceń powstałych podczas pracy gradientowego materiału narzędziowego.

Materiał do badań postanowiono wytworzyć konwencjonalną metodą metalurgii proszków, polegającą na prasowaniu w matrycy zamkniętej kolejno zasypywanych, uprzednio odpowiednio przygotowanych warstw, o stopniowo zmieniającym się udziale objętościowym kobaltu i węglika wolframu. ***I tu powstało pytanie badawcze jakie dobrać udziały objętościowe kobaltu i węglika wolframu w poszczególnych warstwach jak też, ile utworzyć warstw oraz jakie wybrać kryterium oceny.***

W oparciu o przegląd piśmiennictwa oraz wcześniejsze badania własne zdecydowano się udział objętościowy kobaltu zawrzeć w przedziale 3 – 15% i odpowiednio udział objętościowy węglika wolframu w zakresie 97 – 85%. Dla tych warunków wykonano 4 rodzaje próbek:

- trzywarstwową o udziale objętościowym kobaltu 3, 9 i 15%, reszta odpowiednio WC, symbol 85WC\_3
- czterowarstwową o udziale objętościowym kobaltu 3, 5, 7, i 9%, reszta odpowiednio WC, symbol 91WC\_4
- pięciowarstwową o udziale objętościowym kobaltu 3, 4, 5, 6, i 7%, reszta WC, symbol 93WC\_5,
- pięciowarstwową o udziale objętościowym kobaltu 3, 6, 9, 12 i 15%, reszta WC, symbol 85WC\_5

Wytworzone wypraski spiekano w piecu próżniowym po czym poddano badaniom porowatości i gęstości, które przyjęto za kryterium oceny. Najkorzystniejszymi cechami ze względu na to kryterium okazał się materiał czterowarstwowy i ten materiał został wybrany do dalszych badań. Dla tego materiału w oparciu o dane literaturowe opracowano warunki spiekania. W celu konsolidacji proszków zastosowano spiekanie swobodne, spiekanie z dogęszczaniem izostatycznym lub izostatyczne prasowanie na gorąco.

Dla spiekania swobodnego oraz spiekania z dogęszczaniem izostatycznym zastosowano temperaturę 1400°, 1430° i 1460°C. Spiekanie izostatyczne na gorąco odbywało się w temperaturze 1400°C. Stwierdzono, że spiekane materiały charakteryzują się wyższą gęstością i mniejszą porowatością po spiekaniu z dogęszczaniem izostatycznym w porównaniu do materiałów po spiekaniu swobodnym.



W jednym urządzeniu i w jednym cyklu wykonano proces odparafinowania, spiekania oraz dogęszczania izostatycznego na gorąco w atmosferze argonu. Otrzymane w ten sposób narzędziowe materiały gradientowe stanowiły przedmiot dalszych badań metalograficznych, własności mechanicznych i fizycznych oraz analizy symulacyjnej rozkładu naprężeń własnych w materiale po spiekaniu i w warunkach eksploatacji.

***Przeprowadzone badania makro i mikroskopowe spiekanych gradientowych materiałów narzędziowych o odpowiednio zmiennym udziale węgliku wolframu i kobaltu w poszczególnych warstwach materiału nie wykazywały rozwarstwień po spiekaniu.***

Dalsze badania wykonane w elektronowym mikroskopie skaningowym i na cienkich foliach w transmisyjnym mikroskopie elektronowym a także badania rozkładu powierzchniowego pierwiastków i rentgenowskiej analizy fazowej potwierdziły dwufazową budowę materiału o zmiennym udziale faz w poszczególnych warstwach materiału.

***Wykazano w tych badaniach, że pomimo wyraźnej budowy warstwowej wyprasek wytwarzanych przez prasowanie jednostronne, w wyniku spiekania i towarzyszącej temu procesowi dyfuzji, zachodzi lokalne wyrównywanie składu fazowego w obszarze połączenia warstw, a końcowa gradientowa struktura stopu ma charakter ciągły a nie skokowy.***

Wytworzona gradientowa struktura materiału o malejącym udziale węgliku wolframu i rosnącym stężeniu osnowy kobaltowej w kierunku przeciwnym wpływa na własności mechaniczne, które zmieniają się także w sposób gradientowy. Potwierdzają to wyniki pomiarów twardości, których wartość spada w kierunku od powierzchni do rdzenia.

Gradientową zmianę własności fizycznych potwierdzono również badaniami współczynnika  $K_{1C}$  z których wynika, że odporność na kruche pękanie warstwy wierzchniej badanych spieków jest mniejsza od odporności na kruche pękanie rdzenia.

Występowanie gradientu własności wytworzonych materiałów potwierdzono także badaniami naprężeń wewnętrznych, które ze względu na duży udział fazy węglikowej w warstwie wierzchniej są największe. Kolejne warstwy o rosnącym stężeniu kobaltu kompensują naprężenia do wartości minimalnej występującej w



rdzeniu. Zbadane doświadczalnie wartości naprężenia były zbliżone do wartości otrzymanych w wyniku symulacji komputerowej i były rozciągające.

Wykazano także, że wytworzone spiekane gradientowe materiały narzędziowe o osnowie kobaltowej charakteryzują się korzystną odpornością na zużycie ścierne.

Dobrze przemyślany i precyzyjnie zaplanowany tok prac badawczych ułatwił prezentację wyników badań. Analizę wyników badań przeprowadzono poprawnie. Zwrócono uwagę na najbardziej istotne wyniki badań oraz odniesiono się krytycznie do własnych rezultatów, wskazując w niektórych fragmentach ich niepewność związaną z dokładnością i czułością stosowanych metod. Jest to oznaka dojrzałości badawczej Doktorantki

Przedstawiona do oceny praca wpisuje się w kontynuację wieloletnich badań z zakresu materiałów gradientowych i wypełnia brakujące informacje i dane odnośnie własności i struktury gradientowych materiałów narzędziowych o osnowie kobaltowej.

***Oceniając pracę chcę zaznaczyć, że na szczególne podkreślenia zasługuje fakt kompleksowego rozwiązania zadania naukowo-badawczego. Przejrzysta i konsekwentna realizacja przyjętego zakresu badań dokumentuje trafność dobranych metod badawczych jak też wiarygodność otrzymanych rezultatów. Autorka wykazała się nie tylko wiedzą teoretyczną, umiejętnym posługiwaniem się warsztatem naukowym ale także dużym doświadczeniem i wytrwałością. Pragnę podkreślić wyjątkową konsekwencję i rzetelność w opracowaniu wyników badań. Sposób interpretacji wyników i formułowania wniosków uważam za poprawny.***

Mimo niekwestionowanych zalet pracy niestety, Autorka nie uniknęła nielicznych, błędów stylistycznych, korektorskich i niezgrabności językowych, które nie obniżają wartości naukowej pracy.

Pewien niedosyt budzi ucieczka przed formułowaniem bardziej ogólnych wniosków, które na pewno by się pojawiły gdyby zostały sprecyzowane założenia procesowe wytwarzania nowo opracowanych spiekanych gradientowych materiałów narzędziowych o osnowie kobaltowej.

Trudno też odnieść się do określonego jako optymalne ciśnienia prasowania 340 MPa gdyż nie sprecyzowano wielkości powierzchni ani też wymiarów wyprasek. Brakuje również informacji odnośnie grubości poszczególnych warstw.

Nie podjęto też próby skomentowania wyników badań ścieralności (tab. 4.2.4. do 4.2.10 oraz rys. 4.2.29. do 4.2.36.)



Niewłaściwe jest standaryzowanie stężenia wolframu i kobaltu w mieszaninie do wartości 100% (tab. 4.1.3. do 4.1.6), gdyż w mieszaninie występuje węgiel wolframu a przy tym, metoda którą użyto do określenia stężenia jest nieprecyzyjna.

### 3. Wniosek końcowy

Przedstawiona do zaopiniowania praca stanowi znaczące osiągnięcie w obszarze inżynierii materiałowej. Trafnie postawiony problem naukowy został rozwiązany, teza pracy została dowiedziona. Samodzielność Doktorantki oraz umiejętności eksperymentalne przy rozwiązywaniu postawionego problemu nie budzą wątpliwości. Uwagi dyskusyjne, odnoszą się do sposobu interpretacji rezultatów i do gromadzenia informacji o charakterze dodatkowym. Nie zmienia to faktu, że praca została wykonana dobrze i z dużą znajomością zasad pracy naukowej w obrębie inżynierii materiałów narzędziowych. Oceniana praca stanowi twórcze rozwinięcie znanych nauce zagadnień teoretycznych i praktycznych. Osiągnięte przez Autorkę rezultaty można uważać za istotne i liczące się w tej dziedzinie.

Pragnę z szacunkiem podkreślić duży wysiłek z jakim Autorka starała się rozwiązać problem naukowy i w pewnym wymiarze również użyteczny jak też włożoną pracę w przygotowanie dysertacji doktorskiej.

Mając na uwadze powyższe, stwierdzam, że w mojej opinii przedstawiona praca spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim przez „Ustawę z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki” i wnioskuję o dopuszczenie Pani mgr inż. Barbary Dołżańskiej do publicznej obrony przedstawionej pracy przed Radą Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach

