

Kraków, 20 maja 2022 roku

Prof. dr hab. inż. Dariusz Kopyciński
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica
ul. Wł. Reymonta 23, 30-059 Kraków
e-mail: djc@agh.edu.pl

Recenzja

**Rozprawy Doktorskiej Pani mgr inż. Natalii Przyszlak,
pt.: Technologia obróbki cieplnej stali X46Cr13 zintegrowana z procesem odlewania
żeliwa szarego w układzie bimetalowym.**

*Recenzja została wykonana na zlecenie Przewodniczącej Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej
Pani prof. dr hab. inż. Mari Sozańskiej w Politechnice Śląskiej,
Wydział Mechaniczny Technologiczny w Gliwicach (pismo nr RDJMa.RMT.512.6.2022).*

Temat i badania opisane w pracy dotyczą poszukiwań nowych rozwiązań w zakresie łączenia dwóch odmiennych materiałów i następnie wytworzenia z nich gotowego wyrobu, odlewu warstwowego tzw. bimetalu. Przedmiotowe zagadnienie dobrze wpisuje się w obszar Inżynierii Materiałowej, tej związanej z poszukiwaniem nowych możliwości tradycyjnych materiałów inżynierskich w miarę zwiększających się perspektyw osiągniętych w badaniach naukowych. W pracy doktorskiej mgr inż. Natalia Przyszlak oceniła potencjał wytworzenia połączenia żeliwa szarego z wybranym przez siebie gatunkiem stali. Podczas opracowania technologii produkcji takiego odlewu warstwowego w układzie bimetalowym pojawił się zamysł opracowania warunków sterowania strukturą stali w formie odlewniczej w celu otrzymania w niej martenzytu. Wydaje się, że takie rozwiązanie jest nowatorskie i ma podstawy ekonomiczne do tego aby prowadzić badania naukowe nad tego rodzaju zagadnieniem. Ponadto poruszony problem okazał się głównym wątkiem przedstawionej do recenzji rozprawy doktorskiej.

Część teoretyczna wraz z tezami stanowi 31 stron, całość rozprawy doktorskiej obejmuje 150 stron maszynopisu. Analiza 92 pozycji literatury zamieszczonej w pracy naprowadziła doktorantkę do wniosku, że odlewy warstwowe posiadają największy potencjał do zastosowania jednak tylko w technologii ciec - ciało stałe, oraz przy zastosowaniu metody bazującej na tzw. preparowaniu wnętrza formy wkładką monolityczną. Ponadto, zgodnie z założeniem sformułowanym w pracy doktorskiej: *cyt. „wytwarzanie tą metodą odlewów warstwowych, niesie za sobą wymierne korzyści ekonomiczne, z jednej strony wynikające z możliwości optymalizacji zużycia drogich stopów np. stali wysokostopowych, Ti i innych - poprzez ograniczenie ich zastosowania jedynie do obszaru warstwy roboczej bimetalu....część nośna jest wykonana z taniego tworzywa”* autorka zaproponowała zastosowanie żeliwa szarego z grafitem płatkowym jako tworzywa do stosowania na część nośną projektowanego bimetalu. Doktorantka podczas analizowania literatury podkreśla, że korzyści ekonomiczne dodatkowo mogą wynikać z możliwości wytworzenia podczas jednej operacji technologicznej gotowego wyrobu z bimetalu o zróżnicowanych właściwościach użytkowych żeliwa i stali oraz uzyskania połączenia o dużej twardości

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 24.05.2022.
RDJMa/RMT/35151/2022
nrzał.....

z dobrą spawalnością. Jednak w swoich badaniach doktorantka nie podejmuje tematu spawalności odlewów warstwowych. Stąd w tym miejscu nasuwa się pytanie - w jakim celu pojawia się w części teoretycznej pojęcie spawalności połączeń bimetalowych?

Warto również podkreślić, że doktorantka podczas badań dostrzegła ważny aspekt uzyskania wymiernych korzyści finansowych związanych z wytwarzaniem odlewów warstwowych, to jest możliwość sterowania strukturą części roboczej bimetalu (wkładki stalowej) podczas obróbki cieplnej zrealizowanej bezpośrednio w formie odlewniczej. To spostrzeżenie, oparcie na nim tezy pracy doktorskiej i udowodnienie jej poprzez realizację systematycznych badań uważam za najważniejsze osiągnięcie pracy naukowej doktorantki w zakresie zrealizowanej pracy doktorskiej. Jednak myślę, że teza ujęta w rozprawie, cyt.: „Zważając na możliwość wywołania podczas chłodzenia nawet z niezbyt dużymi szybkościami przemiany martenzytycznej w stali X46Cr13, istnieje potencjał do zintegrowania jej efektywnej obróbki cieplnej z procesem odlewnia żeliwa szarego, a zatem procesem wytwarzania bimetalu odlewane go charakteryzującego się trwałym połączeniem stalowej warstwy roboczej z żeliwną częścią nośną”, jest mało czytelna. Dla porządku proponuję nieco zmienić jej treść w celu poprawienia ogólnie wysokiej oceny rozprawy. Proponowana treść tezy pracy to: *Łatwość wywołania przemiany martenzytycznej w stali X46Cr13 warunkuje zaistnienie dużego potencjału wykorzystania tej właściwości do wytworzenia wysokojakościowego odlewu warstwowego w układzie bimetalowym złożonego z części nośnej odlanej z żeliwa szarego i roboczej warstwy ze stali zahartowanej bezpośrednio w formie odlewniczej.* Natomiast głównym celem w pracy doktorskiej było określenie wpływu zmiennych czynników odlewnia żeliwa szarego dotyczących części nośnej na efektywność procesu hartowania wkładki wykonanej ze stali X46Cr13 umieszczonej bezpośrednio w formie odlewniczej, i sformułowanie to jest w pełni poprawne i prawdziwe.

Cześć praktyczna pracy została ujęta na 113 stronach i dotyczy 15 podrozdziałów. Doktorantka podzieliła swoje badania na wstępne i zasadnicze, te wstępne przeprowadziła w oparciu o dane literaturowe. W tej części pracy określiła kryteria i w następstwie tego stosując metodę wag i wskaźników funkcjonalnych doktorantka wybrała gatunek stali do wykorzystania na część roboczą bimetalu, czyli stal chromowa X46Cr13. Do wyboru doktorantka brała pod uwagę jeszcze stal austenityczną X2CrNi18-9 oraz stal ferrytyczną X6Cr13. W dalszej części badań wstępnych doktorantka przeprowadziła obróbkę cieplną wybranej stali w celu określenia możliwości otrzymania martenzytycznej mikrostruktury i oceny jej właściwości mechanicznych. W przewidywaniu parametrów obróbki cieplnej wykorzystwała wyniki analizy składu chemicznego badanej stali otrzymane przy użyciu optycznego spektrometru emisyjnego a także wyniki pozyskane przy użyciu programów komputerowych do prognozowania składu fazowego ThermoCalc oraz JMatPro. Na tej podstawie doktorantka scharakteryzowała proces hartowania w różnych ośrodkach chłodzących tzn. na wolnym powietrzu, w oleju i w wodzie. Druga faza badań wstępnych polegała na wyborze tworzywa odlewniczego na część nośną odlewu warstwowego. W następnej kolejności podczas badań doktorantka opracowała i dobrała technologię otrzymywania odlewu warstwowego w układzie bimetalowym. Muszę tu podkreślić, że poprawny dobór masy formierskiej miał kluczowe znaczenie w udowodnieniu przyjętej tezy pracy. Chodziło głównie o wyznaczenie współczynnika przewodzenia ciepła, którego wartość w tym wypadku ma znaczenie rozstrzygające, co do możliwości zahartowania

stalowej wkładki bezpośrednio w formie odlewniczej w czasie po zalaniu ciekłym metalem wnętrza formy. W efekcie końcowym wstępnych rozważań badawczych wybrano żeliwo szare z grafitem płatkowym oraz w technologii formy odlewniczej zastosowano trzy wybrane masy formierskie na osnowie piasku kwarcowego, chromitowego oraz węgla krzemowego SiC i obliczono współczynniki przewodzenia ciepła. Zatem opracowano metodykę badań, która powinna dać w efekcie powtarzalne wyniki badań a ich analiza udowodni przyjętą tezę pracy.

W badaniach zasadniczych doktorantka udowodniła, że podczas hartowania stali gatunku X46Cr13 w oleju lub na wolnym powietrzu w jej strukturze kształtuje się martenzyt. Wysoka hartowność jest zapewniona dużym stężeniem węgla i chromu w wybranej stali. Przedmiotowa stal po hartowaniu powinna spełniać kryteria narzucone przez normę, tj.: $R_m > 1000 \text{ MPa}$ i twardość $> 610 \text{ HV}$ (56HRC). Przedstawione właściwości użytkowe wytypowanej stali po hartowaniu będą ideowymi wartościami do których doktorantka będzie porównywać własne wyniki badań. Hartowanie stali doktorantka prowadziła z różnych wartości temperatury. W pracy zaprezentowano analizę metalograficzną przedmiotowej stali po hartowaniu w temperaturze 1150°C . W mikrostrukturze pokazano osnowę martenzytyczną i węgliki typu M_{23}C_6 rozmieszczone wewnątrz ziaren i nieliczne wydzielania po granicach ziaren. Ten etap badań doktorantka zakończyła stwierdzeniem, że wraz ze wzrostem temperatury austenitowania rośnie twardość wybranej stali stopowej X46Cr13 bez względu na zastosowany w procesie jej hartowania ośrodek chłodzący.

W dalszej części pracy w sposób metodyczny doktorantka przedstawiła badania nad doborami tworzyw na część roboczą odlewów warstwowych również według ustalonych kryteriów dotyczących: zdolności do trwałego połączenia dyfuzyjnego z wybranym już gatunkiem stali. Dodatkowo tworzywo to musiało spełniać wymagania niewielkiego skomplikowania technologii otrzymywania oraz charakteryzować się niewielką ceną. Doktorantka przeprowadziła analizę miar i wag zgodnie z przyjętą metodyką. Z tej analizy wynika, że materiałem odpowiednim na część roboczą bimetalu jest żeliwo szare z grafitem płatkowym o osnowie perlitycznej. Oznaczenie gatunku żeliwa podaje wg PN-EN 1561, ale to dotyczące wymagań twardości czyli EN-GJL-HB255. Na stronie 67 pojawia się również oznaczenie dotyczące żeliwa EN-GJL-HB235. Można więc zadać pytanie, jaki gatunek żeliwa został wybrany? oraz jaka technologia otrzymywania żeliwa obowiązywała podczas badań? Rozumiem, że rozważane było żeliwo modyfikowane. Szkoda, że doktorantka pominęła w swojej pracy zagadnienie modyfikacji żeliwa. Natomiast wzorcowo zostały pokazane mikrostruktury otrzymanego żeliwa i raczej główny nacisk pracy dotyczył dobrania technologii wytwarzania odlewów warstwowych jako całości bez zastanawiania się nad możliwością kontroli np. wydzielenia ziaren grafitowych w żeliwie. W wyniku analizy tego problemu w pracy doktorantka zaproponowała technologię w układzie ciecz - ciało stałe podczas wytwarzania odlewu warstwowego i przyjęła metodę preparowania wnętrza formy. Wkładka stanowiąca część roboczą bimetalu czyli stal wysokochromowa X46Cr13 została umieszczona we wnętrzu formy i w następnym etapie tak przygotowana forma została zalana ciekłym metalem o określonej temperaturze. Ciekły metal w przypadku podjętej już decyzji oznacza ciekłe żeliwo szare, które stanowi część nośną odlewu warstwowego. Jak wynika z pracy przyjęta technologia otrzymywania bimetalu pomija zabiegi piaskowania, podgrzewania i pokrywania topnikiem wkładki stalowej. Dlaczego więc pominięto zabieg

topnikowania?, który z założenia powinien ułatwiać połączenie dyfuzyjne: wkładka stalowa - żeliwo oraz chronić powierzchnię stalową wkładki przed utlenieniem - proszę o wyjaśnienie.

Następnie doktorantka dobrała cechy geometryczne odlewów warstwowych. Długość i szerokość odlewów wynosiła 50x50mm różna była grubość części nośnej oraz stałą wartość grubości posiadała wkładka stalowa, która wynosiła 5 mm - tyle ile grubość blachy dostępnej w Polsce. Przeprowadziła symulację krzepnięcia przedmiotowych odlewów warstwowych przy użyciu oprogramowania Magmasoft dla danej grubości (5 mm, 10 mm, 20 mm, 40 mm, 50 mm oraz 60 mm) części nośnej bimetalu, tej wykonanej z żeliwa. Zbadala zależności temperatury od czasu zalewania i krzepnięcia przedmiotowego odlewu warstwowego. Wynikiem symulacji było ostateczne zatwierdzenie projektu formy odlewniczej zawierającej w sobie trzy wnęki o wysokości: 20 mm, 40 mm i 60 mm. Bardzo ważnym etapem badań okazało się sprecyzowanie technologii formy i wybór piasku formierskiego. Jak już wspomniałem na osnovę formy odlewniczej został wytypowany: piasek kwarcowy, chromitowy oraz węgiel krzemu. W tekście pracy zobrazowano wybrane rodzaje piasku formierskiego, jak i zdefiniowano wymiar jego frakcji podczas analizy sitowej.

Następnie doktorantka eksperymentalnie wyznaczyła współczynniki przewodzenia ciepła dla wybranych piasków formierskich w różnej temperaturze pracy. Najwyższą przewodnością cieplną zaprojektowanych form odlewniczych wykazała się forma wykonana z zastosowaniem węgla krzemu, a najniższą masa formierska wykonana na osnovie piasku kwarcowego. W celu wyznaczenia maksymalnej temperatury powierzchni zewnętrznej wkładki T_m . Opracowana forma składała się z dolnej połówki formy wykonanej np. z węgla krzemu z zastosowaniem spoiwa Carbophen 9026 i górnej połówki wykonanej np. z piasku kwarcowego. Zaprojektowana forma odlewnicza była przewidziana do zalania ciekłym metalem w temperaturze 1400°C. W założeniu trzy wnęki formy odlewniczej o różnych wysokościach (grubość odlewów warstwowych) były jednej operacji wypełniane ciekłym metalem. I tak na przykład w obliczeniach symulacyjnych w przypadku zastosowania piasku chromitowego otrzymana temperatura T_m na powierzchni zewnętrznej wkładki stalowej wyniosła 800 °C dla grubości odlewu z żeliwa 40 i 60 mm. Analiza układu równowagi fazowej obliczonego dla stali chromowej wykazała, że austenit niestety występuje powyżej tej temperatury. Zatem nie jest pewna dla tego przypadku całkowita przemiana austenitu w martenzyt. W efekcie pojawiła się decyzja zwiększenia temperatury zalewania. I co ciekawe dla zastosowanego węgla krzemu pomimo zwiększenia temperatury zalewania ciekłego metalu do 1500 °C nie odnotowano w symulacji znacznego zwiększenia temperatury T_m . W tym miejscu doktorantka postawiła dodatkowa tezę (jednak jej formalnie nie podkreśliła, co uważam za błąd), że istnienie stref przejściowych na granicy kontaktu ciecz i ciało stałe zakłóca obliczenia symulacyjne T_m . Zatem pozostałe pomiary należało wykonać dla warunków rzeczywistych również dla pozostałych piasków formierskich. Należy pochwalić systematyczność realizacji badań przyjętych w doktoracie, ponieważ tym sposobem doktorantka mogła rozpocząć najważniejszą część rozprawy (którą najwyżej oceniam) i wyznaczyć rzeczywistą temperaturę powierzchni zewnętrznej wkładki ze stali chromowej zalewanej ciekłym metalem w temperaturze: 1400 °C, 1450 °C i 1500°C. W tym przypadku formę odlewniczą wykonano z masy formierskiej o osnovie piasku kwarcowego, chromitowego oraz z węgla krzemu. Parametry termiczne i kinetyczne części roboczych odlewów warstwowych zestawiono w tabeli 32 na str. 98 pracy doktorskiej i zawarto w niej

temperaturę T_m zmierzoną na powierzchni zewnętrznej wkładki stalowej. Przypominam, że temperatura ta wyznacza możliwość udowodnienia przyjętej tezy dotyczącej otrzymania martenzytu w strukturze wkładki ze stali bezpośrednio w formie odlewniczej. Ponadto ocenie poddano jakość połączenia wyrażonego procentowym udziałem powierzchni kontaktu, na którym wystąpiło trwale połączenie w bimetalu. Ocena jakości połączenia przeprowadzono poprzez analizę widma defektogramu oraz wielokierunkowych badań makroskopowych. Badania ultradźwiękowe przeprowadzono na defektoskopie Dio 1000 Starman's Electronics z głowicą PN10-4C. W tym miejscu proszę doktorantkę o wyjaśnienie trzeciego zdania znajdującego się na 100 stronie. Czy 100%-e trwale połączenie otrzymano dla wszystkich odlewów o grubości 60 mm? - bez względu na przyjętą technologię wytworzenia bimetalu, a tylko w dwóch przypadkach dla grubości 40 mm odlewu przy zastosowaniu temperatury zalewania 1450 °C oraz 1500°C. Wspomniane zdanie nie jest do końca jasne i może wprowadzić w błąd czytelnika. W dalszej części badań zasadniczych doktorantka wzorcowo opisała skład fazowy i mikrostruktury odlewów warstwowych w tym także ważnych stref przejściowych. Do tego celu wykorzystwała mikroskopie skaningową, analizę EDS oraz transmisyjną mikroskopię elektronową oraz dyfraktometr rentgenowski. Podczas tych badań w rozprawie udowodniono, że istnieje wielostrefowe połączenie - na 102 stronie jest wielostrefowe (nie jestem pewny czy to jest poprawne określenie tej mikrostruktury). Zatem pojawia się opis strefy części nośnej (osnowa metalowa perlityczna i grafit płatkowy), pierwsza strefa przejściowa o mikrostrukturze perlitycznej (jako efekt odwęglenia żeliwa), druga strefa przejściowa o osnowie perlitycznej z wydzieleniami węglików chromu, trzecia strefa przejściowa w wydzieleniami niewielkiej ilości martenzytu, osnowie perlitycznej i ukształtowanymi węglnikami chromu i strefy warstwy roboczej o osnowie martenzytowo-perlitycznej i wydzieleniach węgla chromu typu $M_{23}C_6$. Jak wynika z analizy badań, najmniejszy udział perlitu od 3.5 do ok. 5% (w zależności od temperatury zalewania ciekłym metalem oraz grubości części roboczej odlewu warstwowego) w osnowie metalowej martenzytowej otrzymano w formie odlewniczej wykonanej z masy na osnowie piasku chromitowego. W formie odlewniczej na osnowie piasku kwarcowego zawartość perlitu był wyższa i wynosiła od 9% do 18%. Struktura części roboczej odlewu warstwowego otrzymanego w formie z zastosowaniem masy formierskiej na osnowie węgla krzemu wykazywała ferryt, więc doktorantka zrezygnowała z dalszej analizy porównawczej.

Największą wartość twardości i najmniejszy ubytek masy próbek otrzymano w odlewach wytworzonych w formie odlewniczej z użyciem masy formierskiej na osnowie piasku chromitowego. W tych badaniach otrzymano wartość twardości równą 513 HV i ubytek masy próbki równy 0,26g. Badanie odporności na zużycie ściernie warstwy roboczej odlewu wykonano w oparciu o zmodyfikowaną metodę pin-on-disk przeprowadzono przy użyciu urządzenia Tribotestera 3-POD. Należy pamiętać, że powyższe wyniki doktorantka porównała z właściwościami otrzymanymi dla wkładki stalowej osobno hartowanej w której twardości osiąga wartość 748HV, a część robocza bimetalu charakteryzuje się ubytkiem masy 0,16 g. Jednak przedmiotowa stal chromowa w stanie dostawy charakteryzuje się twardością 299 HV i ubytkiem masy próbki 0,51g. Niewątpliwie wynika z tego, że jest możliwe uzyskanie efektu hartowania wkładki ze stali chromowej bezpośrednio w formie odlewniczej, tym samym tezę przyjętą w pracy uważam za udowodnioną. Dodatkowo potwierdzam posiadanie przez doktorantkę dużych umiejętności w prowadzeniu badań naukowych, w tym

doświadczalnych. Co prawda rezultaty pracy badawczej jakich doktorantka oczekiwała nie są idealne ale myślę, że otrzymany wynik pracy jest bardzo dobry i bezdyskusyjnie nadaje się do wdrożenia przemysłowego. W podsumowaniu pracy w oparciu o uzyskane wyniki analizy ilościowej doktorantka przedstawiła zależności twardości HV oraz ilości perlitu S w funkcji g - grubości odlewów warstwowych i T_{zal} - temperatury ich odlewania. W tej części pracy brakuje propozycji zastosowania zaprojektowanej nowej technologii otrzymywania odlewu warstwowego. Rozprawę kończą dobrze sformułowane wnioski.

Na koniec dyskusji z autorką pracy chciałbym usłyszeć jej opinię, czy widzi możliwość w opracowanej technologii wytwarzania odlewu warstwowego wyeliminowania perlitu z części roboczej odlewu (i tym samym otrzymać 100% martenzytu w osnowie metalowej), oraz czy może rozdrobnienie oraz kształt grafitu w strukturze żeliwa byłby kluczowy w pozbyciu się perlitu ze struktury stali przeznaczonej na część robocza odlewu warstwowego (może wpłynie to na wartości temperatury T_m mierzonej na powierzchni zewnętrznej wkładki stalowej). Dlatego m.in. wcześniej w recenzji poruszałem temat modyfikacji żeliwa.

Również wysoko oceniam formalną stronę pracy, recenzowana praca jest napisana poprawnie również językowo i nie zawiera błędów edytorskich, pomyłek czy dużych niejasności. Kilka błędów, które wymagają poprawy wymieniam poniżej:

- Str. 3; drugi akapit od dolnej części strony – jest zdanie zaczynające od cyt.: „W założeniu, jeżeli wybrać...” - za bardzo rozbudowane (nieczytelne) zdanie.
- Str. 11; tabela nr 3 powinna znaleźć się na stronie 9.
- Str. 12; w.10 - jest grafit w postaci kulistej - powinno być w postaci kulkowej (sferoidalnej); w.12 - jest jako czynnika modyfikującego - powinno być sferoidyzującego.
- Str.22; w.16 - jest 5 warstw - powinno być 5 warstw.
- Str. 41; w.23 - jest modelowych biemetali - powinno być bimetali.
- Str. 83, 84; rys. 58 - jest nietypowo rozmieszczony na obydwu stronach, podobnie rys. 60, rys. 61, rys. 109.
- Str 122; w. 7 - jest zdanie: Perlit, nazwany przez autorów „fazą drobnopłytkową”... może powinno być „fazą drobnopłytkową”.

Oceniając całość pracy doktorskiej, systematyczność prowadzenia badań, ewaluowanie metodyki badań, dociekliwość przejawiającą się w prezentacji wykonanych badań proponuję wyróżnić recenzowaną rozprawę. Przeprowadzone badania doprowadziły do opracowania nowej technologii otrzymywania wysokojakościowych odlewów warstwowych w układzie bimetalowym, stąd niewątpliwie wnoszą wkład w rozwój Inżynierii Materiałowej w Polsce. Najważniejszym osiągnięciem przedstawionych badań jest uzyskanie bezpośrednio w formie odlewniczej efektu hartowania wkładki stalowej części roboczej w odlewie warstwowym. Dlatego, według mnie praca doktorska mgr inż. Natalii Przyszlak, pt.: „Technologia obróbki cieplnej stali X46Cr13 zintegrowana z procesem odlewania żeliwa szarego w układzie bimetalowym” spełnia wymagania stawiane przez Ustawę o Tytule Naukowym i Stopniach Naukowych wobec czego wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej w Politechnice Śląskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

