

Dr hab. inż. Stanisław Roskosz
Politechnika Śląska
Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny HARABAS pt. „Ilościowa ocena mikrostruktury i odporności na zużycie supergruboziarnistych węglików spiekanych z osnową zawierającą nikiel”

wykonana na zlecenie Dziekana Wydziału Inżynierii
Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej z dnia 21 marca 2017 r.

1. Tematyka i teza pracy

Węglik spiekane, produkowane od 1914 roku, do dziś są z powodzeniem szeroko stosowane w wielu gałęziach przemysłu, zwłaszcza jako narzędzia do skrawania metali i kompozytów, narzędzia do przeróbki plastycznej oraz narzędzia górnicze. Pomimo upływu ponad 100 lat węgliki spiekane są nadal atrakcyjnym materiałem inżynierskim z licznymi tendencjami rozwojowymi. Do tendencji rozwojowych węglików spiekanych należą między innymi: gatunki gradientowe, regulowanie wielkości ziarna cząstek węglików oraz zastosowanie innych niż kobalt osnów metalicznych.

W te dwie ostatnie tendencje rozwojowe wpisuje się rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Harabas, której tematyka skupia się na supergruboziarnistych węglkach spiekanych z nowymi wariantami metalicznej osnowy na bazie niklu, mających potencjalne zastosowanie jako narzędzia dla przemysłu górniczego. Autorka rozprawy stawia śmiałą tezę, że takie nowe, supergruboziarniste gatunki węglików spiekanych mają większą wartość użytkową w porównaniu do supergruboziarnistych gatunków klasycznych, a w szczególności są tańsze, charakteryzują się większą odpornością na zużycie i odpornością korozyjną, przy zachowaniu pozostałych właściwości użytkowych materiału na porównywalnym poziomie.

Nowe, supergruboziarniste gatunki węglików spiekanych będące przedmiotem badań rozprawy doktorskiej mają osnowę metaliczną zawierającą stopy niklu z molibdenem i stopy niklu z kobaltem i molibdenem. W sumie zaprojektowano cztery warianty spieków, przy zachowaniu jednakowych udziałów masowych składników, tj. 9,5% osnowy metalicznej oraz 90,5% węgla wolframu. Nowe gatunki porównano pod względem struktury i właściwości użytkowych ze spiekami supergruboziarnistymi o osnowie kobaltowej i takim samym udziale masowym węgla wolframu. Ponadto, w części rozprawy poświęconej badaniom metalograficznym, jako gatunek referencyjny analizowano dodatkowo gruboziarnisty gatunek węgla spiekanego o osnowie kobaltowej.

2. Układ pracy i zakres badań własnych

Rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Harabas została wykonana w ramach projektu badawczego Narodowego Centrum Nauki nr N N507222240 pt. „Opracowanie nowych gatunków supergruboziarnistych węglików spiekanych z osnową zawierającą nikiel”.

Rozprawa została podzielona na 4 rozdziały zajmujące 115 stron. Zamieszczono w niej 59 rysunków oraz 34 tabele.

Pierwszy rozdział rozprawy jest wyczerpującym przeglądem danych literaturowych dotyczących charakterystyki węglików spiekanych, alternatywnych osnow węglików spiekanych oraz związków pomiędzy parametrami mikrostruktury, a właściwościami tych materiałów. Wybór literatury źródłowej (88 pozycji) jest trafny, a sposób ich cytowania poprawny. Zestaw wykorzystanych źródeł zawiera prace opublikowane w ostatnich latach w renomowanych dla zakresu pracy czasopismach, takich jak „International Journal of Refractory Metals and Hard Materials” oraz „Wear”. Słabością jest brak w spisie literatury własnych, istniejących publikacji doktorantki.

W drugim rozdziale sformułowano główną tezę rozprawy oraz cele poznawcze, użytkowe i metodyczne (w sumie 7 celów). Dla udowodnienia postawionej w rozprawie tezy zrealizowano obszerny program badań obejmujący: badania metalograficzne, badania fraktograficzne (przełomów po zginaniu oraz powierzchni po ścieraniu), badania mechaniczne (twardość, odporność na pękanie powierzchniowe, wytrzymałość na zginanie) oraz ocenę odporności na ścieranie i żaroodporności spieków. Wyniki badań laboratoryjnych zostały zweryfikowane próbami trwałości narzędzi górniczych wykonanych z supergruboziarnistych węglików spiekanych NiMo_{2,5}; NiCoMo₃ i NiCo₁Mo₂. Otrzymane wyniki szybkości zużycia noży porównano z wynikami dla spieku supergruboziarnistego o osnowie kobaltowej, wnioskując o większej odporności na zużycie narzędzi z nowych gatunków węglików spiekanych. Wyżej wymienione próby trwałości wykonano we współpracy z Katedrą Maszyn Górniczych, Przeróbczych i Transportowych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie.

Rozdział poświęcony metodyce i wynikom badań zakończono oceną ekonomiczną nowych materiałów i narzędzi. W rozdziale tym przeprowadzono analizę wartości użytkowej narzędzi górniczych z węglików spiekanych o osnowie niklowej oraz konwencjonalnej (kobaltowej), wnioskując o około 3-krotnie większej wartości użytkowej nowych narzędzi. Wysoko oceniam wykonaną analizę wartości, jednak analizując tylko dwa kryteria: koszt materiałowy i szybkość zużycia narzędzi, jej wynik był z góry przesądzony na korzyść nowych spieków z niklem. Uważam, że w analizie wartości użytkowej nowych spieków można było wziąć pod uwagę wszystkie kryteria opisujące właściwości użytkowe nowych węglików spiekanych (m.in. twardość, wytrzymałość na zginanie, odporność na pękanie, odporność na ścieranie, żaroodporność) i przeprowadzić ją metodą decyzji wymuszonych.

Takie wyniki umożliwiłyby pełne porównanie nowych spieków o osnowie niklowej z gatunkiem klasycznym.

3. Ocena pracy

Przyjęte cele rozprawy zostały osiągnięte, a teza rozprawy została dowiedziona. Rozprawa wnosi cenny wkład do zasobu wiedzy o supergruboziarnistych węglkach spiekanych z osnową niklową. Doktorantka rozwiązała zadanie badawcze o dużej aktualności naukowej i praktycznej, potwierdzając dobre przygotowanie do dalszej pracy naukowej.

Do najważniejszych osiągnięć Doktorantki o charakterze poznawczym i metodycznym można zaliczyć:

- ocenę wpływu składu chemicznego metalicznej osnowy na mikrostrukturę, właściwości mechaniczne oraz odporność na ścieranie i korozję nowych supergruboziarnistych węglków spiekanych,
- określenie mechanizmów zużycia, dekohezji i korozji supergruboziarnistych spieków z osnową na bazie niklu,
- opracowanie metodyki i wykonanie badań odporności na zużycie ściernie węglków spiekanych.

Najistotniejszym celem praktycznym rozprawy jest wstępne zaprojektowanie narzędzi górniczych z nowych węglków spiekanych i analiza ich przydatności w warunkach kontrolowanej eksploatacji.

Ponadto bardzo wysoko oceniam jakość wykonanych badań metalograficznych i badań fraktograficznych węglków spiekanych będących przedmiotem rozprawy oraz wnioski na podstawie wyników tych badań o odporności na zużycie węglków spiekanych.

4. Uwagi krytyczne

Do nielicznych niedociągnięć rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyna Harabas zaliczam:

1. Zamieszczona na str. 38 w tablicy 8 zmierzona gęstość 4 nowych gatunków węglków spiekanych jest większa od gęstości teoretycznej. Jest to trudne do wyjaśnienia, zwłaszcza, że spieki te mają niewielką porowatość (0,02% obj.). Proszę też o wyjaśnienie, jak oceniano tę porowatość i co jest podstawą do stwierdzenia, że obecne w spieku pustki są mniejsze niż 10 μm ?
2. Oznaczenie wymienionej na str. 52 normy dotyczącej sposobu pomiaru odporności na pękanie powierzchniowe metodą Palmqvista jest nieprawidłowe. Nie jest to norma ISO 28028, ale norma ISO 28079:2009. Ponadto nie wiadomo, dlaczego do wyznaczenia odporności na pękanie powierzchniowe Doktorantka wykorzystała wzór (3) – w literaturze jest kilkanaście innych równań do obliczania odporności na pękanie z długości pęknięć.

3. Wyznaczone w próbie zginania trójpunktowego wartości wytrzymałości na zginanie węglików spiekanych charakteryzują się dużym rozrzutem. Wyniki badań wytrzymałości na zginanie zamieszczone w tabeli 19 na str. 54 zawierają jedynie wartość średnią z 10 pomiarów. Do pełnej oceny wytrzymałości na zginanie nowych spieków niklowych i porównania ich z konwencjonalnym spiekami kobaltowym, dane te powinny być uzupełnione przynajmniej o wartość odchylenia standardowego, a najlepiej o analizę wariancji.
4. Zamieszczony na str. 14 rys. 8 nie przedstawia zależności pomiędzy średnią długością ścieżki a zużyciem ściernym spieków, jest to tylko zestawienie danych: średnia długość ścieżki – zużycie ściernie dla różnych gatunków węglików spiekanych.

W rozprawie występują ponadto nieliczne błędy stylistyczne i redakcyjne:

1. Na str. 6 zamieszczono zdanie: „Spieki WC-Co, będące kombinacją niewielkiej ilości (10÷20%) bardzo twardego węgliku wolframu z metaliczną osnową, zaczęto wytwarzać w latach dwudziestych XX wieku”. W całej historii wytwarzania węglików spiekanych nie było spieków o takim udziale węgliku wolframu, zapewne chodziło tutaj o ilość metalicznej fazy wiążącej.
2. Zamieszczony na str. 9 rys. 4 nie pochodzi z cytowanego źródła; ponadto rysunek ten, stanowiący istotną część rozdziału „Charakterystyka węglików spiekanych WC-Co” można było wykonać w lepszej jakości.
3. Na str. 12 zamieszczono zdanie: „Największą wielkością ziaren charakteryzuje się spiek WNT z dodatkiem TiC, który wykazuje również wyższą twardość niż referencyjny spiek z osnową zawierającą wyłącznie nikiel (gatunek WNO)”. Przecież wszystkie przedstawione w tablicach 2 i 3 spieki mają w osnowie tylko nikiel. Ta sama uwaga dotyczy również ostatniego zdania na str. 13.
4. Na str. 18 zamiast „odporność na zginanie” powinno być „wytrzymałość na zginanie”.
5. Na podstawie parametrycznego testu zgodności λ Kołmogorowa zamieszczonego na str. 45 sformułowano niejasny wniosek, że „wyniki wykazały istotne odstępstwo od rozkładu normalnego”. Wniosek taki należało sformułować następująco: „Na podstawie wyników parametrycznego testu zgodności λ Kołmogorowa należy przyjąć hipotezę alternatywną, że badany rozkład nie jest rozkładem normalnym”. Jest to istotne, ponieważ rodzaj rozkładu badanej cechy warunkuje wybór odpowiednich testów statystycznych do dalszych analiz.
6. W kilku miejscach rozprawy, w tym na str. 97 błędnie zapisano wzór trójtlenku molibdenu - zamiast MO_3 powinno być MoO_3 .

Przedstawione uwagi i zastrzeżenia nie obniżają jednak istotnie wartości merytorycznej rozprawy.

5. Wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że Pani mgr inż. Katarzyna Harabas dobrze rozwiązała postawiony w rozprawie doktorskiej problem naukowo-badawczy. Efektem pracy było opracowanie grupy nowych supergruboziarnistych węglików spiekanych z osnowami na bazie niklu, o podwyższonej wartości użytkowej, przygotowanych do prób w warunkach przemysłowych.

Osiągnięcia poznawcze zaprezentowane w pracy mgr inż. Katarzyny Harabas pozwalają mi stwierdzić, że zgodnie z „Ustawą o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki”, z dnia 14 marca 2003 roku, wraz ze zmianami z dnia 18 marca 2011 roku, spełnia ona wymagania stawiane rozprawom doktorskim i wnioskuję o jej dopuszczenie do publicznej obrony.

Katowice, dnia 11 kwietnia 2017 r.

Łoskoś Stanisław