

30.03.2017 r.

dr hab. inż. Katarzyna GAWDZIŃSKA, prof. nadzw. AM
Akademia Morska w Szczecinie

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 21.03.2017r.)

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Tematyka rozprawy doktorskiej mgr. inż. Katarzyny Harabas należy do jednego z ważniejszych kierunków badań rozwijanych w Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii PŚ, dotyczy bowiem ważnych współcześnie materiałów narzędziowych, jakimi są węgliki spiekane, wytwarzane metodami metalurgii proszków. Materiały te, opatentowane w 1923 roku, zawierają głównie kompozyt złożony z węglika wolframu połączony osnową - najczęściej kobaltową lub niklową, czasami z dodatkami innych węglików np.: węglika niobu, tantalu czy tytanu. Ich rozwój ciągle cechuje duża dynamika. Przyczyniają się one do zwiększenia wydajności wielu procesów technologicznych, trwałości części odpornych na ścieranie oraz narzędzi z nich wykonanych. Tym samym ich zastosowanie umożliwia uzyskanie znacznych efektów ekonomicznych. Współcześnie produkowane węgliki spiekane charakteryzują się często zróżnicowanymi właściwościami, specjalnie dostosowanymi do potrzeb różnych odbiorców. Znajdują one szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu np.: narzędziowym, wydobywczym, zbrojeniowym i samochodowym. Tak liczne zastosowania węglików spiekanych, także w złożonych warunkach pracy, i zapewnienie wysokiej trwałości wykonanych z nich elementów jest wynikiem kombinacji wysokiej odporności na ścieranie, twardości, wytrzymałości na zginanie, odporności na korozję i kruche pękanie. Zagadnienia te należy rozpatrywać także z uwzględnieniem specyficznych cech struktury czyli wielkości ziaren i doboru metalicznej osnowy.

Ten ostatni wątek podjęła w opiniowanej obecnie rozprawie doktorskiej mgr inż. Katarzyna Harabas. W swoich badaniach przeprowadziła ocenę wpływu stosowania alternatywnych osnow metalicznych w supergruboziarnistych węglkach spiekanych na ich właściwości oraz ocenę zjawisk, występujących podczas procesu ścierania, dekohezji, utleniania i korozji. Można więc wnioskować, że tematyka rozprawy dotyczy zagadnień istotnych ze względów poznawczych oraz użytkowych i ma charakter nowatorski.

Praca doktorska mgr inż. Katarzyny Harabas, której promotorem jest Prof. nzw. Politechniki Śląskiej, dr hab. inż. Janusz RICHTER, składa się z 3 rozdziałów, wstępu, podsumowania i wniosków wraz ze spisem literatury i zawarta jest na 109 stronach wydruku.

2. Charakterystyka koncepcji i zakresu badań własnych

W tzw. „literaturowej” części rozprawy (rozdz. 1.1 – 1.6) Doktorantka w racjonalnym zakresie opisała zagadnienia, które stanowią zasadniczą podbudowę teoretyczną do interpretacji wyników badań własnych, a więc przedstawiła: rozwój węglików spiekanych na przestrzeni XX wieku (rozdz. 1.1), kompleksową charakterystykę węglików spiekanych WC-Co, ze szczególnym uwzględnieniem obszarów zastosowania tych tworzyw z zależności od wielkości WC i zawartości kobaltu oraz, co jest szczególnie istotne z punktu widzenia celu rozprawy, alternatywne osnowy węglików spiekanych (rozdz. 1.3-1.3.5). Opisała, jakie elementy mikrostruktury wpływają na właściwości spieków. Powiązała te elementy ze zjawiskami zachodzącymi na powierzchni i w warstwie przypowierzchniowej węglików spiekanych podczas działania siły w obecności cząstek ściernych. W rozdziale 1.5.1 zaprezentowała gradację węglików od gatunków nanoziarnistych (mniejszych od 0,2 μm) do supergruboziarnistych (powyżej 5 μm) oraz zużycie węglików spiekanych w zależności od wielkości cząstek WC jak również zawartości kobaltu. Wskazała tendencje rozwojowe i bardzo istotne (z punktu niniejszej pracy) zużycie narzędzi górniczych (rozdz.1.6), w których zastosowane są omawiane materiały, wraz z ich mechanizmami niszczenia. Rozważając to ostatnie zagadnienie, Doktorantka zaproponowała autorski opis zmian geometrii ostrza w czasie eksploatacji, obrazując zmiany od niezniszczonego ostrza przez starte ostrze, ostrze z pęknięciami do całkowitego zniszczenia ostrza np.: przez wyłamanie. Przeprowadzona dyskusja czynników pozwoliła określić Doktorantce zasadniczy wniosek i sformułować tezę pracy, mówiącą że *„Zastosowanie w supergruboziarnistych gatunkach węglików spiekanych nowych wariantów metalicznej osnowy na bazie niklu pozwala zwiększyć ich odporność na zużycie oraz wartość użytkową”* Uznając się to za motto badań własnych mgr. inż. Katarzyny Harabas, co pozwoliło jej sformułować cele badań (rozdział 2). Doktorantka przyjęła za obiekt badań (rozdz. 3) supergruboziarniste węgliki spiekane o zaprojektowanych nowych składach chemicznych osnowy. W celu zapewnienia podobieństwa nowych gatunków spieków pod względem zawartości fazy węglikowej i metalicznej założyła jednakowy udział tych faz we wszystkich tworzywach – odpowiednio 90,5 % i 9,5%. Badała wykonane spieki z osnową, zawierającą nikiel i molibden (1 wariant) oraz nikiel, kobalt i molibden (3 warianty), w celach porównawczych uwzględniła wykonanie spieku z klasyczną osnową kobaltową. Za główne zadania badawcze, których realizacja miała zapewnić Doktorantce osiągnięcie celu uznano: ocenę wpływu składu chemicznego metalicznej osnowy na mikrostrukturę; właściwości mechaniczne oraz odporność na ścieranie i korozję nowych supergruboziarnistych węglików spiekanych; określenie przebiegu i skutków ścierania, dekohezji oraz korozji supergruboziarnistych spieków z nowymi wariantami osnowy zawierającej nikiel; określenie czynników wysokiej trwałości narzędzi wykonanych z badanych gatunków supergruboziarnistych węglików spiekanych; a także ocenę profilu właściwości nowych gatunków supergruboziarnistych węglików spiekanych, szczególnie do produkcji narzędzi górniczych wraz z oceną kosztów i wartości użytkowej nowych spieków. W ramach tych zadań mgr inż. Katarzyna Harabas opracowała metodykę ilościowej oceny struktury supergruboziarnistych gatunków węglików spiekanych oraz metodyki jakościowych i ilościowych badań odporności na zużycie ściernie węglików spiekanych metodą mikrościerania. Program badań własnych obejmował: ocenę jakości zaprojektowanych i wykonanych spieków WC z osnową zawierającą Ni, Co i Mo tj. porowatość, obecność szkodliwych faz, gęstość; pomiar (wraz z analiza statystyczną) wielkości fazy α (WC); pomiar twardości metodą Vickersa (HV30); badanie odporności na kruche pękanie (KIC) oraz

badanie wytrzymałości na zginanie i ścieralności metodą mikrościerania wraz z oceną żaroodporności metodą termograwimetryczną. W przypadku tych 3 ostatnich zastosowano badania fraktograficzne oparte na analizie obrazów uzyskanych przy pomocy elektronowego mikroskopu skaningowego wraz z mikroanalizą rentgenowską. Umożliwiły one Doktorantce rozpoznawanie mechanizmów utraty spójności badanych spieków na podstawie charakterystycznych cech przelomu, które wiążą się z mechanizmem pęknięcia, torem pęknięcia i zachowaniem się materiału w procesie odkształcania. Pozwoliły również na sformułowanie wniosku, że dominacja przelomu transkrystalicznego łupliwego w spiekach z osnową zawierającą nikiel może świadczyć o większej adhezji węglików wolframu i osnowy (może to wpływać na podwyższenie trwałości narzędzi wykonanych z tych spieków). W pracy przeprowadzono również badania korozyjne metodą potencjodynamiczną oraz eksploatacyjne noży górniczych. Wykonano analizę ekonomiczną zastępowania kobaltu niklem i molibdenem.

3. Ocena końcowa wyników badań

Doktorantka udowodniła, że badane spieki, z alternatywnymi fazami wiążącymi zawierającymi nikiel, charakteryzują się wysoką jakością granic faz, niską porowatością, brakiem wydzieleni szkodliwych faz oraz twardością wymaganą dla gatunków stosowanych w przemyśle górniczym. Przeprowadzone przez mgr inż. Katarzynę Harabas pomiary wielkości fazy α (ziaren WC) oraz zastosowane testy statystyczne potwierdziły, że wszystkie badane spieki można zaliczyć do grupy supergruboziarnistych. Wykazano, że w gatunkach z niklową osnową występują ziarna węglików wolframu o mniejszej długości cięciw w porównaniu do konwencjonalnego spieku kobaltowego, pomimo zastosowania jednakowej zawartości i wielkości ziaren WC w mieszaninie oraz prowadzenia procesu spiekania w zbliżonych warunkach. Potwierdzono, że wprowadzenie niklu do metalicznej osnowy spieku (przy zachowaniu wymaganych właściwości mechanicznych), pozwala na istotne zwiększenie odporności na zużycie supergruboziarnistych węglików spiekanych w warunkach symulujących pracę narzędzi górniczych. Do czynników wysokiej trwałości narzędzi z nowych spieków można zaliczyć przede wszystkim: wysoką jakość granic faz, czystość metalurgiczną, niską porowatość, zespół określonych właściwości mechanicznych, wysoką adhezję ziaren WC i osnowy oraz wyższą żaroodporność w porównaniu do konwencjonalnego spieku kobaltowego. Wyniki badań potencjodynamicznych wykazały, że odporność korozyjna węglików spiekanych z osnową zawierającą nikiel jest znacznie wyższa niż gatunku z konwencjonalną osnową kobaltową, co stanowi ważny wniosek z punktu widzenia późniejszej eksploatacji tych materiałów.

Przeprowadzone badania potwierdziły tezę rozprawy oraz realizację przyjętych celów poznawczych, użytkowych i metodycznych. Bardzo interesującą częścią rozprawy jest przeprowadzenie badań omawianych materiałów w warunkach kontrolowanej eksploatacji i ocena ekonomiczna tych tworzyw. Autorka wyznaczyła w ten sposób tzw. „wartość użytkową” badanych supergruboziarnistych spieków. Pozwala to na jednoczesne uwzględnienie kosztu oraz trwałości narzędzia, co znacząco podnosi walory niniejszego opracowania i jednoznacznie wskazuje, że opracowano grupę nowych gatunków supergruboziarnistych węglików spiekanych z osnowami na bazie niklu o podwyższonej wartości użytkowej, przygotowanych do prób w warunkach przemysłowych.

3.1 Najważniejsze zalety rozprawy

- a - Praca interesująca, koncepcja pracy odpowiednia do założonego celu, zakresu badań i zastosowanej metodyki;
- b - Zaprojektowanie składu chemicznego spieków WC z osnową zawierającą Ni, Co i Mo;
- c - Pozyskanie cennych informacji porównawczych, dotyczących spieków WC-Co i spieków WC z osnową zawierającą Ni, Co i Mo;
- d - Uzyskanie nowej wiedzy, dotyczącej mikrostruktury i odporności na zużycie supergruboziarnistych węglików spiekanych z osnową zawierającą nikiel;
- e - Określenie tzw. „wartości użytkowej” badanych supergruboziarnistych spieków;
- f - Osiągnięcie celu pracy i potwierdzenie słuszności przyjętej na wstępie tezy.

Uwaga dodatkowa

Warto tu podkreślić współpracę Doktorantki z Akademią Górniczo-Hutniczą w zakresie badania omawianych tworzyw i nadmienić, że część wyników objętych rozprawą została już opublikowana w formie 3. artykułów w czasopiśmie branżowych.

3.2 Zauważone niedociągnięcia

Do nielicznych niedociągnięć rozprawy, niemających istotnego wpływu na jej końcową ocenę, zaliczam:

- * brak konsekwencji w określaniu ilości badanych próbek materiału np.: nie określono liczebności próby w analizie statystycznej, co w znacznej mierze przyczynia się do wyboru odpowiedniej metody opisu;
- * nie wiadomo, dlaczego Autorka zdecydowała się na wybór zawiesziny diamentowej o granulacji 1 μm a nie 9 μm (rozdz.3.6.2, str.70) - brak komentarza;
- * nieliczne literówki (np.rozdz.1.4.1 str. 22) i błędy interpunkcyjne;
- * niekiedy błędnie używanie słowa: „własności” zamiast „właściwości” str. 10, 12, 21;
- * brak spisu rysunków i tabel.

4. Wniosek końcowy

Rozprawę doktorską mgr. inż. Katarzyny Harabas oceniam jako dobrą. Cechuje ją nowatorskie podejście Autorki do tematyki kształtowania struktury supergruboziarnistych węglików spiekanych z osnową zawierającą nikiel, co pozwala zwiększyć ich odporność na zużycie oraz wartość użytkową. Rozprawa stanowi kompleksowe zbadanie interesującego problemu naukowego, osiągnięcie wielu wartościowych wyników zarówno natury podstawowej, jak też metodycznej i praktycznej. Rozprawa wnosi istotny wkład do dyscypliny „inżynieria materiałowa”.

Wnioskuje więc o przyjęcie tej rozprawy doktorskiej i dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej.

