RDIMa.RMT.512.22.2023

Prof. dr hab. inż. Jerzy Stanisław Zych
Katedra Tworzyw Formierskich, Technologii Form
I Odlewnictwa Metali Nieżelaznych
Wydział Odlewnictwa
Akademia Górniczo Hutnicza w Krakowie

RECENZJA
pracy doktorskiej
Pana mgra inż. Rafała Dwulata
pod tytułem
„Wpływ struktury wsadu i modyfikacji wtórnej na jakość metalurgiczną żeliwa przeznaczonego na odlewy motoryzacyjne"
wykonanej pod opieką promotora dra hab. inż. Krzysztofa Janerki, prof. PŚ
i promotora pomocniczego Pana mgr inż. Krzysztofa Grzesiaka,
opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa
Politechniki Śląskiej Pani Prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej
(pismo RDIM: 512.20.2023 prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej - Kopia z dnia 23.11.2023r.)

1. Ocena doboru problematyki rozprawy

Żeliwo, obok stopów AlSi, zawsze było i jest aktualnie podstawowych materiałem wykorzystywanych do produkcji komponentów, elementów zespołów i podzespołów różnego rodzaju pojazdów, w tym samochodów i innych zmechanizowanych pojazdów jako wyrobów przemysłu motoryzacyjnego. Zarówno w kraju jak i zagranicą jest wiele odlewni, które specjalizują się w produkcji żeliwnych komponentów dla motoryzacji. Dominujący segment w opisywanej produkcji stanowią odlewy z żeliwa wysokojakościowego – sferoidalnego. Wymagania jakościowe, które muszą spełniać odlewy dla motoryzacji są szczególnie wysokie i obejmują zarówno samo tworzywo jak i gotowy wyrób – odlew, który powinien być wolny od jakichkolwiek wad, w tym głównie wad wewnętrznych. Łatwiej jest wytwarzać żeliwo wysokojakościowe i odlewy bez wad, jeśli w strukturze wsadu metalowego dominują surówki odlewnicze specjalne dedykowane do produkcji żeliwa sferoidalnego. Taka technologia jest wysokokosztowa. Dlatego nie od dziś poszukuje się alternatywnych rozwiązań w zakresie doboru takiej struktury wsadu metalowego, przy której można uzyskać z jednej strony obniżkę kosztów wytwarzania, a z drugiej zachować szeroko rozumianą wysoką jakość żeliwa. W miejsce surówek specjalnych wprowadza się złom stalowy, a węgiel w składzie żeliwa uzupełnia się wprowadzając do kąpieli metalowej pył węglowy, grafit lub inne materiały wysokowęglowe. Taka technologia obarczona jest większym ryzykiem, dlatego konieczna jest wdrożenia zaawansowanych metod kontroli jakości metalurgicznej żeliwa, do których należy obok analizy spektralnej analiza termiczna (AT) i termiczna derywacyjna (ATD).

Oceniając wybór tematyki rozprawy należy stwierdzić, że wpisuje się ona w aktualny (chociaż nie nowy) nurt prac nad wdrażaniem alternatywnych rozwiązań w zakresie

Biuro Dziekana
wpłynęło dnia 29.01.2024
RDIMa | RMT/16/57/2024
nr ..... zał. .....

przygotowania żeliwa wyjściowego do procesu sferoidyzacji w celu uzyskania żeliwa o nie gorszych parametrach metalurgicznych, ale tańszego. Również w zakresie metodyki kontrolna - badawczej jakości żeliwa na etapie przed obróbką pozapiecową (przed sferoidyzacją i modyfikacją) jak i po tych zabiegach zastosowanie techniki AT i ATD w najnowszych jej wariantach należy uznać za dobry i aktualny kierunek badań.

Należy również dodać, iż tematyka pracy powiązana jest i wynika z problemu technologicznym, który w ramach doktoratu wdrożeniowego jest rozwiązywany w wybranym do realizacji pracy zakładzie - Odlewni Żeliwa „Lisie Katy".

2. Ocena strony formalnej pracy

Praca doktorska Pana mgra inż. Rafała Dwulata została zredagowana na 129 z zachowaniem klasycznej struktury i układu dla prac w dziedzinie nauk technicznych. Pierwsza część nazwana „Studium literatury" zajmująca wraz z podsumowaniem 61 stron, a część druga „Badania własne" została zredagowana na 56 stronach. W pracy wydzielono spis literatury (str. 123-127) oraz na końcu zawiera streszczenia pracy w języku polskim (str. 128) i angielskim (str.129). Studium literatury obejmuje 89 pozycji, w zbiorze są pozycje książkowej, publikacje, materiały konferencyjne, publikacje internetowe. Numeracja rysunków, tabel utrzymana jest w całej pracy w układzie ciągłym, bez wydzielania jej dwóch części/rozdziałów. Praca zawiera 103 rysunki i 31 tabele z opisem/podpisem każdego rysunku i tabeli.

Przyjęty w rozprawie układ pracy nie budzi zastrzeżeń. Część pierwsza (Studium literatury) obejmuje 8 punktów zawierających podpunkty oraz podsumowanie. Treść utrzymana jest w logicznym ciągu i obejmuje ogólną analizę technologii wytwarzania żeliwa sferoidalnego, teorii zarodkowania i krzepnięciami żeliwa sferoidalnego, analizę typowych dla tego gatunku wad odlewniczych. Analizę literatury zamyka rozdział dotyczący zastosowania analizy termicznej do kontroli jakości metalu w technologii produkcji żeliwa sferoidalnego.

Powiązanie treści pracy z przyjętym jej tytułem ogólnie jest dość spójne, ale byłoby jeszcze bardziej, gdyby w tytule było zawarte, że praca dotyczy tylko wybranego gatunku żeliwa tj. żeliwa sferoidalnego lub gdyby we wprowadzeniu zostało to jasno dodefiniowane, że praca dotyczy tego właśnie gatunku. Żeliwo przeznaczone na odlewy motoryzacyjne w wielu wypadkach nie jest i nie może być żeliwem sferoidalne. Podręcznikowym przykładem jest tutaj żeliwo szare z grafitem płatkowym powszechnie stosowane na tarcze i bębny hamulcowe samochodów osobowych. Takich przykładów jest dużo więcej.

Treść pracy zarówno w obszarze analizy literatury jak i w zakresie badań własnych zogniskowana została na tematyce żeliwa sferoidalnego. W części obejmującej analizę na jego właściwościach fizycznych i mechanicznych bez analizy właściwości technologicznych, technologiami topienia metalu, wpływem składu chemicznego na strukturę i właściwości żeliwa, metodami obróbki pozapiecowej – sferoidyzującej i modyfikującej, teorią zarodkowania, układami równowagi fazowej żeliwa i analizą termiczną, jako metodą szybkiej

oceny stanu fizykochemicznego ciekłego żeliwa. W związku z tytułem pracy w opisywanej analizie teoretycznej brakuje przykładów i analizy odlewów, ich konstrukcji i stawianym im wymagań, wytwarzanych dla przemysłu motoryzacyjnego z żeliwa sferoidalnego.

W części badawczej przedstawiono wyniki badań podążających za pierwszą częścią tytułu pracy, a więc obejmujących prace badawcze wykonane w warunkach laboratoryjnych (wytopy w małym piecu indukcyjnym) jak i wyniki badań w warunkach przemysłowych, nad wpływem struktury wsadu metalowego na jakość metalurgiczną żeliwa. Wykonanie badań przemysłowych jest zgodnie z wymaganiami formalnymi realizacji doktoratu wdrożeniowego. Badania własne obejmowały określenie wpływy relacji udział surówki: udział złomu stalowego przy uzyskaniu podobnego składu chemicznego żeliwa na jakość metalurgiczną żeliwa ocenianą z wykorzystaniem analizy termicznej i derywacyjnej. Widoczną część prac badawczych obejmują prace nad wytypowaniem na drodze prób modyfikatora, który w realnych warunkach technologicznych Odlewni Żeliwa Lisie Katy byłby najbardziej przydatny i skuteczny w podwyższaniu jakości metalurgicznej żeliwa sferoidalnego. Oceniano również wrażliwość na szybkość stygnięcia żeliwa uzyskanego przy różnych składach wsadu metalowego. Badania w pełni przemysłowe wykonano w Odlewni Żeliwa Lisie Kąty, wytwarzając żeliwo w procesie duplex: żeliwiak + piec indukcyjny a same odlewy/wlewki próbne wykonywano automatycznej linii formowania z pionowym podziałem. Te badania należy traktować jako weryfikujące/walidacyjne dla opracowanej nowej technologii wytwarzania żeliwa sferoidalnego z wsadu zawierającego znaczący udział złomy stalowego.

Praca kończy się pełną analizą wyników, ich podsumowaniem i wnioskami o charakterze technologicznym opisującym technologię wytwarzania żeliwa wyjściowego do sferoidyzacji, parametrów obróbki pozapiecowej (sferoidyzacji i modyfikacji) oraz analizy termicznej, jako systemu kontroli jakości metalurgicznej żeliwa.

Reasumując i po uwzględnieniu uwag co do zawartych w pracy treści, wymagania formalne stawiane pracom doktorskim doktoratu wdrożeniowego zostały spełnione. Tematyka pracy wpisuje się w pełni dyscyplinę naukową Inżynieria Materiałowa.

3. Ocena merytoryczna pracy

3.1. Studium literatury

Przegląd literatury w pracy doktorskiej Pana mgra inż. Rafała Dwulata został opracowany z wykorzystaniem 89 pozycji. Jakkolwiek wszystkie pozycje są przywołane w teksie, to już samo zestawienie zawiera kilka błędów:

a. Pozycja 1 – brak daty pobrania strony https//
b. Pozycja 14 i 36 – powtórzenie
c. Pozycja 15 – błąd w numeracji (superata)
d. Pozycja 21- niepełna dane

e. Pozycja 25 i 26 błąd w opisie, to jest jedna pozycja
f. Pozycja 29 – należało przywołać autora rozdziału, a głównego autora Poradnika
g. Pozycja 33 – błąd w nazwisku: jest J. Pistowski, powinno być J. Piaskowski
h. Pozycja 88 – brak daty pobrania strony

Oceniając aktualność analizowanej literatury należy podkreślić, że obejmuje ona okres po roku 2000 i tylko kilka pozycji książkowych pochodzi z wcześniejszego okresu. Problematyką wiodącą w analizie jest teoria krystalizacji żeliwa sferoidalnego, metalurgia żeliwa, technologie obróbki pozapiecowej, analiza termiczna. Tematyka literatury jest zbieżna z obszarem badań własnych.

Szczegółowa analiza treści rozdziału „Studium literaturowe „prowadzi z jednej strony do generalnego wniosku, iż poddana przeglądowi problematyka jest spójna z obszarem badawczym rozprawy, to nasuwa również kilka wątpliwości z zakresu merytorycznego, terminologii i formalnego zapisu/opisu. I tak:

- Rozdział 1. „Wprowadzenie", jak wynika z samej jego nazwy powinien wprowadzić czytelnika w sposób przejrzysty w obszar pracy. Brakuje w nim odniesienia do drugiej części tytułu pracy: ... *żeliwo przeznaczone na odlewy motoryzacyjne*. Autor wprost przechodzi do zagadnienia żeliwa sferoidalnego, co można zinterpretować, iż inne gatunki żeliwa nie są stosowane w motoryzacji. Tak nie jest.
- Rozdział 2. „Charakterystyka żeliwa sferoidalnego" zawiera opis poszczególnych składników mikrostruktury metalograficznej i ich roli w kształtowaniu właściwości fizycznych i mechanicznych, przywołana jest norma gatunków żeliwa sferoidalnego. Na stronie 9 Autor stwierdza, że ważnym segmentem w gatunkach żeliwa sferoidalnego są gatunki do pracy w niskiej temperaturze, ale jako przykład ich zastosowania przywołuje elementy elektrowni wiatrowych, kiedy te gatunki są bardzo często stosowane w motoryzacji, co stanowi przedmiot pracy.
- Rozdział 3. „Etapy produkcji Żeliwa sferoidalnego" obejmujące ~22 str. Składa się z kilku podrozdziałów i zawiera analizę materiałów wsadowych, technik topienia żeliwa wyjściowego, analizę roli składu w kształtowaniu struktury i właściwości oraz opis metod sferoidyzacji jako obróbki pozapiecowej. Opisana została modyfikacja żeliwa zawierająca krótką analizę składów chemicznych klasycznych modyfikatorów. Analiza oparta jest na bazowych pozycjach książkowych powszechnie znanych w tematyce żeliwa sferoidalnego.
- Rozdział 4. „Teoria zarodkowania" obejmuje zwięzły opis teorii zarodkowania w procesie krystalizacji żeliwa sferoidalnego. Autor nie podejmuje próby ich oceny, a skupia się ich opisem zaczerpniętym z cytowanych źródeł literaturowych.
- Rozdział 5. „Podstawy krystalizacji grafitu sferoidalnego" na jednej stronie przywołane zostało kilka hipotez dotyczących tworzenia się zarodków grafitu kulkowego z przywołaniem roli napięcia powierzchniowego ciekłego żeliwa w procesie wzrostu i kształtowaniu postaci grafitu w żeliwie.

- Rozdział 6. „Krzepnięcie Żeliwa sferoidalnego" obejmuje głównie analizę wykresów równowagi fazowej Fe-C dla żeliwa o składzie podeutektycznym, nadeutektycznym i okołoeutektycznego. Należy go traktować jako wstęp do analizy termicznej, która jest wykorzystywana jako narzędzie kontroli stanu ciekłego żeliwa.
- Rozdział 7: Wady skurczowe w odlewach żeliwnych" obejmuje zwięzły opis etapów tworzenie się pustek w odlewach, które mogą mieć charakter skupiony- i wtedy tworzą się jamy skurczowe lub rozproszony – i wtedy powstaje porowatość skurczowa. Analiza tej tematyki prowadzona jest na poziomie dość ogólnym i nie wprowadza pod rozwagę roli formy piaskowej, jej cech wytrzymałościowych i sprężystych w kształtowaniu wad w odlewach wykonywanych z żeliwa, a szczególnie żeliwa sferoidalnego. Pominięcie tego zagadnienia jest, pewnym uproszczeniem w analizie mechanizmu rozwoju wad skurczowych w odlewach żeliwnych wytwarzanych w wilgotnych formach paskowych. Szkoda, że w analizie zjawisk skurczowych nie opisano zjawiska „rozszerzalność przedskurczowej" żeliwa, które odgrywa kluczową rolę w tworzeniu porowatości skurczowej. Zjawisko to jest szeroko opisywane w materiałach dotyczących zasilania odlewów żeliwnych, w tym pozycjach książkowych z ostatniego okresu.
- Rozdział 8. „Zastosowanie technik analizy termicznej do produkcji żeliwa sferoidalnego" – sam tytuł zawiera błąd (skrót myślowy), analizę termiczną wykorzystuje się do kontroli procesu wytwarzania żeliwa lub innego stopu, a nie do jego produkcji. Do której potrzebujemy wsad metalowy, piece hutnicze/odlewnicze, urządzenia do transportu materiałów, itp. Na tle pozostałych - to dość obszerny rozdział, zawierający sporo podstawowych informacji o krzywych stygnięcia w sensie ogólnym w pierwszej części i bardziej szczegółowo w opisie krzywych dla żeliwa sferoidalnego.
- Rozdział 9. „Podsumowanie przeglądu literatury" zawiera krótką reasumpcję wniosków cząstkowych zwartych w poszczególnych podpunktach. Wyjaśniony został motyw realizacji pracy – wdrożenie opracowanej technologii w Odlewni Żeliwa Lisie Kąty. Postawiono również wiodącą tezę pracy, iż system kontroli procesu metalurgicznego przy pomocy analizy termiczno-gradientowej (ATD) w sposób znaczący umożliwi wytwarzanie żeliwa wysokojakościowego o kontrolowanej zdolności do grafityzacji.

Podsumowując opracowanie części literaturowej należy zaznaczyć, iż obszar tematyczny został dobrze wybrany i poddany opisowi. Niestety w opisie znalazło się spora „niedoskonałości" terminologicznych i błędnych sformułowań. Poniżej kilka przykładów;

- str. 5 „żeliwo sferoidalne z grafitem kulkowym" – pytanie: czy jest żeliwo sferoidalne z inną postacią grafitu?

- str. 6 „Żeliwo składa się głównie z żelaza (Fe), węgla .... – niezręczne sformułowanie, powinno być: w skład żeliwa wchodzą: żelazo ...itd.

- str. 6. „ ... węgiel wytrąca się w postaci grafitu ...- węgiel się „nie wytrąca' ale powstaje na drodze krystalizacji – lepiej byłoby „wydziela się",

- str. 6. kształt cząstek grafitu – powinno być „kształt wydzieleń grafitu",. Definiuje to norma: PN – EN -ISO 945-1-2009: „Klasyfikacja wydzieleń grafitu ...". Pytanie, dlaczego w pracy wykorzystuje się norma DIN -EN -ISO – 945 a nie przywołaną powyżej normę, w wersji polskiej?

str. 7 „żeliwo charakteryzuje się „obecnością" węgla w postaci kulek- niezręczne sformułowanie. Powinna być: w żeliwie węgiel występuje w postaci .....

- w wielu miejscach pracy autor używa dwóch terminów w odniesieniu do opisu zbioru tych samy cech mechanicznych i fizycznych tworzywa: raz nazywa je „własnościami mechanicznymi, plastycznymi, fizycznymi," a innym razem, „właściwościami mechanicznymi, ...". Uwzględniając fakt, iż przedmiotowej literaturze można znaleźć przykłady na zastosowanie oby terminów, to za poprawne należy uznać termin „właściwości". Również dla zachowanie jednolitości i spójności opisu w pracy doktorskiej powinno być to ujednolicone.

- str. 24. „stężenie fosforu może być nawet ..... większe od zawartości fosforu. Dlaczego używamy określenia „stężenie" na początku zdania a „zawartość" na jego końcu. Czy możemy mówić o „stężeni" fosforu w żeliwie, które zakrzepło, a fosfor niemal w całości wydzielił się jako odrębna faza – eutektyka fosforowa? Proszę o wyjaśnienie tego zagadnienie.

- str. 45. Tab.2. „Gęstość żeliwa ...." W opisie tabeli podane są wartości „objętości właściwej różnych faz tworzących strukturę żeliwa. Pytanie: w jakich jednostkach układu SI mierzy się „gęstość właściwą" a w jakich „objętość właściwą"?.

- str. 56 podpis rysunku 43 „krzywe chłodzenia i krzywe dylatacji dla żeliwa ....- termin „dylatacja" nie jest najszczęśliwiej użyty. Raczej mówimy o przebiegu zmian wymiarowych podczas stygnięcia żeliwa – skurczu, rozszerzeniu. Dylatacja może mieć różne źródło, w tym wypadku możemy mówić co najwyżej o „dylatacji termicznej/cieplnej" lub używać terminów powszechnie przyjętych w przedmiotowej literaturze.

Podsumowując, analiza literatury jest przeprowadzona poprawnie, ujmuje najważniejsze zagadnienia wynikające z tytułu pracy i przyjętych tez. Niewielkie uchybienia terminologiczne nie obniżają jej ogólnej wartości merytorycznej.

BADANIA WŁASNE:

10. Cel, teza pracy i zakres badań

Cele, tezy pracy i zakres badań zostały opisane przez Pana mgra inż. Rafała Dwulata na str. 62 i 63 pracy. Celem badań było określenie struktury wsadu metalowego i przy zastosowaniu różnych modyfikatorów na jakość metalurgiczną żeliwa oraz jakość odlewu o zmiennej grubości ścianki. Doktorant wydziela cele badań i cele wdrożenia. Wdrożenie miało na celu zmniejszenie udziału drogiej surówki we wsadzie na rzecz tańszego składnik – złomu stalowego bez pogorszenia jakości metalurgicznej żeliwa sferoidalnego.

Teza pracy, którą można zawrzeć w zdaniu: przez odpowiedni dobór struktury wsadu i dobór modyfikatora można uzyskać poprawę właściwości mechanicznych, mikrostruktury żeliwa oraz ograniczyć skłonność do tworzenia wad pochodzenia skurczowego jest na tyle ogólna i uniwersalna, że na wiele sposobów można ją udowodnić.

Teza pracy doktorskie doktoratu wdrożeniowego powinna dodatkowo zawierać odniesienie do warunków technologicznych zakładu, w którym jest realizowana część wdrożeniowa. W recenzowanej pracy, w jej tezach, powinno się znaleźć odniesienie do tego, iż opisane wyniki/wskaźniki żeliwa uzyska się w procesie duplex tworzonym przez układ: żeliwiak kampanijny i piece indukcyjne. Wytwarzanie żeliwa sferoidalnego w układzie duplex bez zabiegu odsiarczania żeliwa wyjściowego z żeliwiaka jest ogólnie trudne, dlatego tym bardziej proponowane doprecyzowanie tezy jest wskazane i jest ono też na korzyść pracy i włożonego wysiłku badawczego jej Autora.

Zakres pracy obejmuje trzy zadania: studium literaturowe, badania wstępne wykonane w odlewni doświadczalnej Politechniki Śląskiej oraz badania zasadnicze/wdrożeniowe wykonane w Odlewni Żeliwa Lisie Katy.

Podsumowując ten rozdział i uwzględniając zebrane uwagi, tak cele jak i teza sformułowana może „niedoskonale" są poprawne, informują czytelnika do czego dąży Autor rozprawy i jaką drogą/metodami planuje osiągnąć założone cele i udowodnić przyjętą tezę. Dążenie do uzyskiwania tych samych celów (wytwarzania żeliwa sferoidalnego) przy obniżaniu kosztów procesu w określonych warunkach technologicznych jest wciąż będzie aktualnym celem i zadaniem podejmowanych działań innowacyjnych.

11. Badania wstępne

W ramach badań wstępnych wykonano 6 wytopów w piecu indukcyjnym o pojemności 20kg, w których zmieniano udział surówki w przedziale 0 -50 % oraz udział złomu stalowego oraz nawęglacza. Do korekty składu wykorzystano również żelazokrzem FeSI45. Dążono do uzyskania bliskich sobie końcowych składów chemicznych i analizowano, jak przebiegają krzywe stygnięcia dla żeliwa z poszczególnych wytopów. Uzyskano podeutektyczne żeliwo o Sc = 0,96 -0,97 i CE = 4.13-4,18. Autor przy obliczeniach Sc stosuje uproszczoną zależność (8), a wartości Sc podaje z tylko z dwoma miejscami po przecinku. Przy dokładnym obliczeniu różnice wartości Sc wynosiłyby blisko 0,02, a nie 0,01 jak wynika z tabeli 6.

W analizie krzywych stygnięcia główny nacisk położono na charakterystycznych temperaturach w zakresie krzepnięcia eutektyki układu Fe - C i kącie VPS, uznając, że one dają podstawę do oceny zdolności do zarodkowania żeliwa – jakości żeliwa w stanie ciekłym. Wykazano tendencję wynikające ze zmiany struktury wsadu metalowego i tak, ze wzrostem udziału surówki:

- ulega podwyższeniu Temin (rys.52)
- zwiększa się rekalescencja (rys. 53),
- wartość VPS zmienia się w niewielkim stopniu, oprócz przypadku z udziałem max surówki (50%), rys. 54

- maleje różnica temp. Temin w żeliwie przed i po modyfikacji.

Szczegółowa analiza wyników badań prowadzi do kilku uwag:

- jeśli, zgodnie z tezą zawartą w tej części pracy, iż kąt VPS jest „najważniejszym parametrem powiązanym ze skłonnością do tworzenia jam skurczowych, to należy założyć, że struktura wsadu praktycznie nie wpływająca na wartość kąta VPS w zakresie do 40% surówki (rys. 54) nie ma wpływu na skłonność żeliwa do tworzenia jam skurczowych?
- proszę wyjaśnić, dlaczego w miarę zwiększania udziału surówki we wsadzie zwiększa się wartość rekalescencji, która jest pośrednim wskaźnikiem zdolności żeliwa do grafityzacji. Czy to zdolność do grafityzacji maleje, a jeśli tak, to z jakiego powodu, jaki inny czynnik zadecydował o takim kierunku zmian?
- pomiary właściwości mechanicznych żeliwa bez modyfikacji (rys.56) wskazują, iż w miarę zwiększania udziału surówki we wsadzie obniża się zarówno wytrzymałość Rm jak i twardość HB. Jeśli zarejestrowano zwiększenie rekalescencji w miarę wzrostu udziału surówki, to jak wyjaśnić spadek twardości i Rm. Im wyższa rekalescencja tym mniejsza zdolność do zarodkowania eutektyki i mniejsza zdolność do grafityzacji. Proszę o komentarz.

Podsumowując, wnioski z tych badań są poprawne, tzn. żeliwo syntetyczne charakteryzuje się podobnymi parametrami, jak to uzyskane z udziałem zwiększonej ilości surówki. Wniosek ten daje podstawę do przejścia do badań zasadniczych.

12. Badania zasadnicze – cel, metodyka, wnioski

W tej wiodącej części pracy Autor dąży do realizacji kluczowego zadania doktoratu wdrożeniowego jakim jest opracowanie i wdrożenie nowej technologii. W wypadku pracy Pana mgr inż. Rafała Dwulata celem jest opracowanie technologii produkcji żeliwa sferoidalnego w warunkach Odlewni Lisie Kąty w układzie metalurgicznym: żeliwiak + piec indukcyjny. Ponadto opracowane żeliwo powinny spełniać dwa dodatkowe cele: powinno być oparte o zmniejszony udział surówki (tańsze) i cechować się dobrymi właściwościami technologicznymi – mniejszą skłonnością do tworzenia wad pochodzenia skurczowego. W metodyce kontrolnej zakłada się, że wykorzystanie systemu analizy ATD umożliwi i ułatwi osiągnięcie założonych celów.

Badaniom poddane zostały kluczowe elementy technologii, które mają wpływ na końcową jakość żeliwa i były to:

- rola przetrzymywania żeliwa w piecu do rozlewania na zdolność żeliwa do grafityzacji
- wpływ struktury wsadu metalowego (udziału surówki i złomu stalowego) na jakość metalurgiczną żeliwa wyjściowego do sferoidyzacji
- wpływ rodzaju modyfikatora stosowanego w procesie wtórnej modyfikacji na jakość metalurgiczną żeliwa, jego właściwości mechaniczne i skłonność do tworzenia wad pochodzenia skurczowego.

W pierwszej części wykazano, iż długookresowe przetrzymywanie żeliwa w wysokiej temperaturze pogarsza jego jakość, podnosi skłonność do zabieleń. Wykazano również, iż pogorszenia jakości żeliwa można obserwować śledząc wyniki ATD, obniża się wartość temperatury Temin, z którą to dobrze skorelowana jest skłonność do zabieleń (rys. 59). Z danych zawartych w tabeli 9 wynika, iż długookresowe przetrzymywanie żeliwa prowadzi do wyraźnego obniżenia przede wszystkim zawartości Si (z 2,67 do 2,18%), w mniejszym stopniu zawartości węgla. Krzem wpływa na położenie temperatur z zakresu przemiany eutektycznej (podnosi ich wartości) i w mojej opinii, dlatego na krzywych ATD zarejestrowano obniżenie Temin (tabela 11). Pytania, które się rodzą po analizie tej części pracy to:

- dlaczego długookresowe przetrzymywanie żeliwa w piecu do rozlewania prowadzi do obniżenia zawartości Si a zawartość C pozostaje na „niezmienionym" poziomie?
- czy pogorszenie jakości żeliwa, którego wskaźnikiem jest obniżenie wartości Temin można interpretować jako spadek zawartości Si, czy też występują inne czynniki, które wpłynęły na Temin?

W rozdziale tym Autor wskazał na ważną rolę przetrzymywania żeliwa w piecach odstawczych/do rozlewani i wykazał na drodze własnych badań, że jakość metalurgiczna obniża się, a jej przywrócenie wymaga zabiegu dodatkowa technologicznego jakim jest modyfikacja – wprowadzenie Fe-Si.

12.2. Wpływ materiałów wsadowych ...

W rozdziale, który należy uznać za zasadniczy dla całości pracy opisane zostały wyniki badań na wpływem konfiguracji wsadu metalowego na jakość żeliwa sferoidalnego wytwarzanego w procesie duplex. Badania obejmują 8 wytopów ze zmiennym udziałem surówki w zakresie 22 do 55% wsadu. Za zmianami udziału surówki podążają zmiany udziału złomu stalowego, żelazokrzemu, antracytu jako nośnika węgla oraz węglika krzemu (tab. 12). Obróbka pozapiecowa obejmowała sferoidyzację żeliwa techniką PE, modyfikację pierwotną prowadzoną w kadzi zabiegowej równolegle do sferoidyzacji i też z użyciem techniki PE. Modyfikację wtórną realizowano w trakcie wlewania metalu do form metodą „na strugę" metalu. W pracy dobrze opisano cały proces metalurgiczny. Jakość końcową żeliwa oceniano na drodze badań doświadczalnych odlewów (wlewek próbny Y2 i próba schodkowa) wykonywanych na linii DISA MATIC z pionową powierzchnią podziału. Składy chemiczne żeliwa wyjściowego do obróbki pozapiecowej jak i żeliwa kierowanego do form podano w tab. 15 i 16. Szkoda, że w tabelach składów nie podano takich wskaźników składu jak CE i Sc, które informują o tym czy mamy do czynienia z żeliwem podeutektycznym, około czy też nadeutektycznym.

Ocenę jakości żeliwa w stanie ciekłym, w rozumieniu jego zdolności do grafityzacji przeprowadzono metodą ATD, a wyniki tej analizy zawarto w tabeli 17. Graficznie wyniki ATD przedstawiono na rysunkach 65 do 66. Uwagę zogniskowano na wpływie udziału surówki i złomu stalowego na wartość Temin oraz wartości kąta VPS. W żeliwie wyjściowym w szerokim

zakresie zmieniała się zawartość Si (1,84 – 2,28%) co skutkowało zmianą wartości Temin. Taką zależność można było zamieścić w pracy, bo ona sporo wyjaśnia.

Na pozytywne podkreślenia zasługują uwagi Autora zawarte w pracy o roli dodatków korygujących skład chemiczny jako źródeł zarodków krystalizacji (antracyt, FeSi, SiC). One prawdopodobnie ogrywają wiodącą role w kształtowaniu jakości metalurgicznej syntetycznego żeliwa. Zostało to potwierdzone na rys. 68.

Podsumowaniem badań w tym rozdziale jest ocena właściwości mechanicznych żeliwa. Wykazano, iż uzyskano żeliwo klasy GJS 500 07 we wszystkich ośmiu wytopach w odlewach próby schodkowej, chociaż zgodnie z normą, klasę/gatunek żeliwa określa się na próbkach pobranych z wlewka Y2. Ponieważ z rysunku 63 wynika, iż odlewano wlewki próbne Y2, to rodzi się pytania, dlaczego nie zamieszczono w pracy wyników badań próbek z wlewka Y2?

W próbie schodkowej potwierdzono rolę szybkości stygnięcia w kształtowaniu mikrostruktury żeliwa i powiązanych ze strukturą właściwości mechanicznych żeliwa. Co prawda doprowadzenie metalu do „najcieńszego"" schodka zredukowało efekt wpływu grubości ścianki „wypłaszczając" go, to i tak daje się zauważyć zmiany wywołane zróżnicowaną szybkością stygnięcia.

Ilościowy opis struktur zamieszczono w tabelach 21 - 24. W opisie tab. 21 Autor dla opisania „liczby" wydzieleń grafitu na mm^2 błędnie nazywa ten parametr „ilością" grafitu. Błąd ten jest powielany w kilku miejscach pracy. Proszę zatem Autora o wyjaśnienie w jakich wypadkach opisów wyników badań używamy terminu „ilość" a w jakich „liczba", na czym polega różnica pomiędzy tymi pojęciami?

Zarówno w tab. 18 – 20 jak i w tab. 21 - 24 opisujących właściwości mechaniczne jak i strukturę uzyskiwane w poszczególnych odlewach próby schodkowej w kolejnych wytopach obliczane są dwie średnia: średnia parametru „dla danej grubości schodka" z ośmiu wytopów i druga średnia dla wszystkich grubości „schodków" w odlewie z danego wytopu. Proszę o komentarz, jaki cel miało jedno uśrednienie, a jaki drugie?

Rozdział kończy podsumowanie, które zawiera wnioski z badań. Wykazano, że żeliwo sferoidalne EN GJS 500 07 może być wytwarzane przy szerokim spektrum kombinacji udział surówki/udział złomu stalowego we wsadzie metalowym. Zaproponowana technologia obejmująca pełną strukturę wsadu, a więc i dodatki FeSi, antracytu i SiC w odpowiednich proporcjach pozwala uzyskiwać w warunkach procesu duplex i warunkach technologicznych Odlewni Lisie Kąty wymieniony gatunek żeliwa. Końcowa wersja technologii prowadzi do mniszenia udziału surówki z 30 do 10%, co daje określone pozytywne efekty ekonomiczne.

12.3. Określenie wpływu modyfikatorów wtórnych

Celem tych badań było wytypowanie, w oparciu o wyniki oceny, najlepszego modyfikatora dla modyfikacji końcowej stopu w technice „na strugę". Badaniami objęto 6 modyfikatorów „dedykowanych" modyfikacji „na strugę". Testy prowadzono z wykorzystaniem takiego samego układu odlewów testowych jak wcześniej, tj. próby

schodkowej i wlewka próbnego typu Y2. Oceniano skłonność żeliwa do tworzenia wad skurczowych (jam i rzadzizn) oraz właściwości mechaniczne. Ocenę żeliwa w stanie ciekłym oceniano metodą ATD. Modyfikację wtórną w badaniach ATD prowadzono w próbniku, do którego wprowadzano odmierzoną porcję modyfikatora. Skład chemiczny końcowy odpowiadał żeliwu nadeutektycznemu (CE = 4,47). W analizie termicznej skupiono się na ocenie kąta VPS, który jest pewnego rodzaju miarą skłonności żeliwa do tworzenia wad skurczowych.

W wynikach badań z ATD zarejestrowano między innymi widoczne zmiany temperatury likwidus Tlikw., różne dla poszczególnych rodzajów modyfikatorów. Temperatura Tlikw. żeliwa zależy głównie od zawartości C i Si jak wyjaśnić te wahania w zakresie prawie 20°C. Proszę o komentarz.

Przebiegi krzywych stygnięcia na rys. 85 dotyczą żeliwa niemodyfikowanego i po wtórnej modyfikacji. Czy „bez modyfikacji" oznacza żeliwo po zabiegu sferoidyzacji i przed pierwotną modyfikacją, czy po tej pierwotnej modyfikacji?

Z oceny ATD przy pomocy takich wskaźników jak: Temin, Rec, VPS rodzaj użytego modyfikatora z badanej grupy ma istotny wpływ na ich wartości. Lepsze zrozumienie mechanizmu działania poszczególnych modyfikatorów można uzyskać, jeśli z zawartych danych w pracy zostały by zbudowane zależności wiążące wyznaczaną z ATD wielkość/parametr z liczbą kulek, które wydzieliły się w żeliwie modyfikowanym różnymi modyfikatorami. Chodzi o takie zależności jak: L_{kulek} = f(VPS), L_{kulek}=f(Temin), L_{kulek} = f(Rec). Zależności te są bardzo dobrze skorelowane, logicznie spójne i pozwalają zrozumieć powiązanie pomiędzy wskaźnikami analizy termicznej i strukturą żeliwa.

Na podstawie wyglądu przekrojów prób schodkowych oceniono wielkość powstających jam skurczowych. Na tej podstawie wskazano, iż najmniejsza tendencja występuje w żeliwie modyfikowanym przy użyciu modyfikatorem zawierającym bar (Ba). W pracy brakuje informacji o temperaturze zalewania form w poszczególnych testach skłonności do tworzenia wad pochodzenia skurczowego. Ponieważ jest to ważny parametr procesu technologicznego proszę o informację na ten temat.

Z punktu widzenia kształtowania struktury i właściwości mechanicznych wpływ rodzaju modyfikatora jest słabo zauważalny, wytrzymałość określona w próbkach pobranych z wlewków próbnych (zgodnie z Normą) odpowiada gatunkowi żeliwa EN GJS 500 07. Interesujący jest przypadek z zastosowaniem modyfikatora z Ce w, w którym uzyskano połączenie wysokiej wytrzymałości (550 MPa) i wysokiej plastyczności (17,2%). Proszę o komentarz do tego przypadku.

W opisie składników mikrostruktury żeliwa powraca błędne sformułowanie „Ilość grafitu", gdy zgodnie z normą chodzi o „liczbę wydzieleń". Mikrostruktury udokumentowano zdjęciami z mikroskopu skaningowego SEM dla wszystkich rodzajów modyfikatorów. Daje się zauważyć, iż liczba wydzieleń grafitu wyraźnie zależy od rodzaju modyfikatora użytego do modyfikacji końcowej - „na strugę". Modyfikatory zawierające cer Ce i bizmut Bi najsilniej oddziaływają na liczbę wydzieleń grafitu kulkowego.

Analizując korelację pomiędzy liczbą kulek przypadających na $1mm^2$ a rodzajem osnowy (tab. 31) można zauważyć pewną prawidłowość: im więcej wydzieleń grafitu tym więcej ferrytu w osnowie i tym mniejsza wytrzymałość Rm. W przypadku analizy mikrostruktur żeliwa w próbie klinowej występowała odwrotna zależność: im więcej kulek w strukturze tym mniej ferrytu, a więcej perlitu. Zatem rodzi się pytania jaka jest rola rozdrobnienie kulkowych wydzieleń grafitu, liczby wydzieleń na $1mm^2$ w kształtowaniu rodzaju osnowy w niestopowym żeliwie sferoidalnym?

Rozdział kończy się szczegółowymi wnioskami, które merytorycznie są poprawę, nie budzą zastrzeżeń. Wytypowano dwa najlepsze modyfikatory, których stosowanie prowadzi do tworzenie dużej ilości zarodków grafityzacji co skutkuje dużą liczbą wydzieleń grafitu na $1mm^2$ metalograficznego zgładu. Wytypowanie na drodze badań najlepszych modyfikatorów ma nie tylko znaczenie poznawcze, ale przede wszystkim utylitarne, w tym wypadku dla Odlewni Żeliwa Lisie Kąty. Wykazano również, że ocena modyfikatorów może być prowadzona metodą ATD, na podstawie analizy wartości kąta VPS i Temin.

4. Uwagi merytoryczne do dyskusji

Praca doktorska obejmuje wiele wątków i zagadnień naukowych, badawczych, technologicznych. Poza uwagami o charakterze edytorskim, terminologicznych jest kilka aspektów, które należałoby wyjaśnić w ramach dyskusji. I tak:

- w analizie teoretycznej i dalszych pracach pominięta została rola parametrów wytrzymałościowych form piaskowych w kształtowaniu wad pochodzenia skurczowego w żeliwie sferoidalnym. Żeliwo było oceniane z punktu widzenie skłonności do tworzenia wad skurczowych, a jaka jest rola form?
- W wielu miejscach pracy wykorzystywany jest jeden ze wskaźników uzyskiwanych w ATD – kąt VPS. Raz oczekujemy, żeby miał on wartości zdecydowania większe, w innym wypadku lepiej, aby były małe. Jak z punktu widzenia teorii krystalizacji należy interpretować wartość tego kąta. Z danych zawartych w tab. 29 i tab. 31 można uzyskać informację, iż pomiędzy wartością kąta VPS i liczbą kulek grafitu zachodzi liniowa zależność. Proszę o komentarz do tej zależności.
- Krzem (zaprawy krzemowe) wykorzystywane są na różnych etapach wytwarzania syntetycznego żeliwa sferoidalnego, które kontrolujemy matodą ATD. Proszę o określenie wpływu krzemu jako dodatku korygującego skład oraz krzemu zawartego w modyfikatorach na wartość charakterystycznych temperatur z zakresu przemiany eutektycznej dla stabilnego układu równowagi fazowej.

5. Wniosek końcowy

Podsumowując całość pracy, uzyskane w opiniowanej rozprawie doktorskiej wyniki badań są interesujące, tak z uwagi na ich poznawczy charakter, jak i przede wszystkim ze względu na znaczenie utylitarne. Ten drugi cel w sposób szczególny jest oczekiwany w pracach doktorskich realizowanych w ramach trybu „doktorat wdrożeniowy". Doktorant rozwiązał ważny problem technologiczny w odlewni żeliwa jakim jest wytwarzanie żeliwa sferoidalnego w układzie topienia duplex: żeliwiak + piec indukcyjny, bez etapu odsiarczania żeliwa z żeliwiaka jako dodatkowego zabiegu technologicznego. Ponadto opracował technologię tańszą, w której w strukturze wsadu metalowego zmniejszono zawartość surówki specjalnej z 30 do 10% zastępując ją staliwem i na drodze serii prób dobrał najskuteczniejszy modyfikator do końcowej modyfikacji na strugę. Wykazał również, że analiza termiczna ATD jest bardzo skutecznym narzędziem w kontroli jakości metalurgicznej żeliwa sferoidalnego zarówno na etapie początkowym jak i końcowym obróbki w stanie ciekłym.

Uwagi krytyczne zawarte w recenzji nie obniżają ogólnej pozytywnej oceny rozprawy doktorskiej Pana Rafała Dwulata.

W zawiązku z powyższym stwierdzam, że praca doktorska Pana mgr inż. Rafała Dwulata pt." Wpływ struktury wsadu i modyfikacji wtórnej na jakość metalurgiczną żeliwa przeznaczonego na odlewy motoryzacyjne" spełnia wymogi Ustawy – Prawo o szkolnictwie wyższym z dnia 20.07.2018 (i późniejszymi zmianami) i wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Kraków 21.01.2024 .....