

Dr hab. inż. Joanna Karwan-Baczewska, prof. AGH

Wydział Metali Nieżelaznych

Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie

Al. Mickiewicza 30, 30-053 Kraków

Tel. 12 617 26 69

e-mail: [jokaba@agh.edu.pl](mailto:jokaba@agh.edu.pl)

C

Kraków, 11 września 2023 r.

**RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ MGR INŻ. SZYMONA  
GĄDKA**

***„Wpływ dodatku zaprawy zawierającej bor i węgla na właściwości spiekanej  
ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L”***

***w dyscyplinie inżynieria materiałowa***

**1. Podstawa prawna opracowania recenzji**

Recenzja została wykonana na zlecenie Rady Naukowej Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej uchwałą z dnia 24 maja 2023 r.

**2. Zastosowanie dodatku boru do proszków metalicznych i stopowych.**

Dodatek boru był stosowany do proszków żelaza oraz proszków stopowanych na osnowie proszku żelaza jeszcze w ubiegłym wieku. Pierwsze eksperymenty dotyczące zastosowania dodatku boru do proszków żelaza zostały przeprowadzone przez Frehna & Hotopa (1950), którzy przeanalizowali proces

spiekania karbonylkowego proszku żelaza z dodatkiem ferrobory. Zaobserwowali, że w wyniku reakcji eutektycznej pomiędzy Fe a  $Fe_2B$  powstaje faza ciekła, która doprowadza do znacznego zagęszczenia materiałów spiekanych. Badane przez nich spieki uzyskały gęstość od 93% do 97% gęstości teoretycznej. Ponadto stwierdzili, że bor posiada silne powinowactwo do tlenu i podczas procesu spiekania reaguje z chemicznie związanym tlenem na powierzchni cząstek proszku i równocześnie aktywizuje proces spiekania. Szereg prac związanych z modyfikacją proszków żelaza oraz proszków stopowanych na podstawie proszku żelaza (Fe-Mo-Ni, Fe-Ni-Mo-Cu, Fe-Mo) dodatkiem boru przeprowadzone zostały między innymi przez Madan & German, Selecka & Dudrova, J. Karwan-Baczewska & Rosso, Sarasola i in.). W kolejnych latach Kazior & Molinari, i in. analizowali procesy spiekania oraz właściwości mechaniczne stali nierdzewnych 316 L modyfikowanych borem elementarnym.

W dotychczasowych badaniach naukowych bor dodawany był w postaci boru elementarnego, borków, węglkoborków lub też w ostatnich latach jako proszek zaprawy. Zaprawa została opracowana w 2008 roku przez F. Castro i w swoim składzie chemicznym oprócz proszku żelaza i boru zawiera takie pierwiastki jak mangan i krzem. W literaturze znajdujemy informacje o zastosowaniu proszków zapraw do spiekanych stali konstrukcyjnych. W Zespole pod kierownictwem Prof. dr hab.inż. Jana Kaziora od kilkunastu lat prowadzone są badania związane z modyfikacją składu chemicznego proszków stali nierdzewnej w formie boru elementarnego oraz borków a obecnie właśnie w formie zapraw. Praca doktorska Pana Szymona Gądka wykonana pod kierunkiem Pana Profesora dr hab.inż. Jana Kaziora wpisuje się w tematykę modyfikacji składu chemicznego spiekanej ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L proszkiem zaprawy z dodatkiem boru zwanej zaprawą „*Master Alloys* zawierających odpowiednią ilość boru zapewniającą pojawienie się cieczy” (str.41 rozprawy doktorskiej). W opiniowanej pracy doktorskiej zaproponowano „nowatorskie rozwiązanie” w wyniku zastosowania proszków zapraw do ferrytycznych stali nierdzewnych 434L i uzyskanie właściwości zbliżonych do martenzytycznych stali nierdzewnych AISI 440C.

### **3. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej**

Recenzowana rozprawa doktorska Pana mgr inż. Szymona Gądka w dyscyplinie inżynieria materiałowa dotyczy nowego aspektu naukowego a mianowicie modyfikacji składu chemicznego ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L stopowym mikroproszkiem zaprawy zawierającym bor oraz proszkiem

grafitu. W wyniku w/w modyfikacji uzyskano wysokowytrzymałe elementy spiekanej stali nierdzewnej o twardości powyżej 370 HV bez stosowania obróbki wykańczającej.

Ponadto badano także utwardzoną wydzieleniowo spiekana stal 17-4PH oraz stal AISI 410L modyfikowaną proszkami miedzi i węgla. Składy proszków podano w rozdziale „Materiały do badań: w Tab.1, str.43.

**Pan mgr inż. Szymon Gądek był stypendystą w ramach projektu :” Doctus-Małopolski fundusz stypendialny dla doktorantów” współfinansowanego ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego”**

Rozprawa doktorska posiada tradycyjny układ tzn. zawiera *Wprowadzenie, Cel pracy, Tezę pracy, Metodykę badań, Wyniki badań i dyskusję, Wnioski oraz Literaturę*. Przed *Wprowadzeniem* Autor zamieścił *Spis treści* oraz *Wykaz oznaczeń*. Niestety rozdziały nie są numerowane co utrudnia czytanie pracy i redagowanie recenzji. Wyniki badań przedstawiono na 78 rysunkach ilustrujących wykresy i mikrostruktury oraz w 11 tabelach. Umieszczony na końcu spis literaturowy zawiera strony internetowe i artykuły, łączna ich ilość to 57.

W rozdziale *Wprowadzenie* opracowano przegląd literaturowy, opisano między innymi podział i zastosowanie stali nierdzewnych, procesy spiekania w fazie stałej i ciekłej oraz dotychczasowe aplikacje boru oraz węgla w stalowych spiekach.

*Cel pracy* znajdujemy na str. 39 i 42 w rozdziale *Tezy pracy* co nie powinno mieć miejsca. Następnie przedstawiono *metodykę badań*: procesy wytwarzania próbek w wyniku mieszania proszków, prasowania i spiekania. Przeprowadzono szczegółowe badania dylatometryczne, termograwimetryczne i kalorymetryczne oraz badania gęstości wyprasek, spieków, pomiary twardości, właściwości mechanicznych. Wykorzystując technikę mikroskopii elektronowej SEM/EDS wykonano mikroanalizę składu chemicznego w spiekach głównie zawartości Fe,Cr,Ni oraz Mo zarówno w osnowie, jaki w wydzieleniach. Dokonano analizy przełomów przy użyciu mikroskopu elektronowego JEOL JSM-820.

W dalszej części rozprawy doktorskiej przedstawiono bardzo szczegółowe *Wyniki badań* (str.46-106) oraz *Wnioski* (str.107-108).

Niniejsza rozprawa doktorska napisana jest prawidłowym językiem lecz w paru przypadkach Autor nie ustrzegł się potocznego stylu np. na str. 37 czytamy:

„Zaprawa taka jest robiona na bazie żelaza...”\_raczej powinno być „Zaprawa taka jest wytwarzana na bazie żelaza...

Str. 42: „...polepszenie mikrostruktury otrzymywanych elementów spiekanych...

Co to znaczy: „polepszenie mikrostruktury”

Również znajdujemy pomyłki redakcyjne np. na str. 52 , błędny podpis na rys. 14: zamiast *ciśnienie* jest *cisnineie*.

Powyższe usterki stylistyczne i redakcyjne nie umniejszają wartości merytorycznej niniejszej rozprawy doktorskiej.

#### **4.Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej.**

Opiniowana rozprawa doktorska dotyczy bardzo ciekawego i nowatorskiego problemu naukowego związanego z zastosowaniem zaprawy zawierającej bor do proszków spiekanej stali nierdzewnej AISI 434L. Oprócz zaprawy Doktorant wprowadził dodatek węgla w postaci grafitu. Próbkę wykonał metodą mieszania, prasowania i spiekania.

Cel pracy przedstawiony na str. 39 oraz na str. 42 w rozdziale *Tezy pracy?* nie jest ścisły. Na str. 39 czytamy: „*Celem praktycznym proponowanych badań jest opracowanie technologii wytwarzania i zastosowania wysokowytrzymałych spiekanych martenzytycznych stali nierdzewnych*”

Natomiast na str. 42 czytamy: „*Celem pracy doktorskiej jest modyfikacja składu proszku ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L mająca na celu zwiększenie gęstości i polepszenie? mikrostruktury otrzymywanych elementów spiekanych, tak aby właściwości otrzymanego wyrobu były zbliżone do właściwości stali martenzytycznych*”.

A więc cel pracy nie jest ścisły.

Teza pracy:”*Wprowadzenie odpowiedniej ilości dodatku boru w postaci mikroproszków zaprawy oraz węgla do proszków ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L pozwolą w wyniku procesu spiekania na uzyskanie twardości spieku co najmniej 370 HV i na poprawienie mechanicznych właściwości spiekanych wyrobów*” jest sformułowana prawidłowo.

Wyniki badań zostały bardzo starannie opracowane zwłaszcza wyniki pomiarów dylatometrycznych, termograwimetrycznych i kalometrycznych oraz wyniki właściwości mechanicznych. Szkoda, że Doktorant w sposób bardzo lakoniczny potraktował badania mikrostrukturalne (str.96-97) , choć udowodnił tezę pracy ale wiadomo, że struktura wpływa na właściwości mechaniczne próbek.

Na podstawie bogatej dokumentacji wyników badań mgr inż. Szymon Gądek sformułował prawidłowe wnioski (str.107-108) i tym samym udowodnił tezę pracy doktorskiej.

## 5. Uwagi krytyczne

Recenzowana rozprawa doktorska stanowi bardzo staranne opracowanie naukowe zarówno pod względem merytorycznym jak i graficznym. Tematyka rozprawy doktorskiej wpisuje się w dyscyplinę inżynierii materiałowej.

Jednak po zapoznaniu się z tematyką i zakresem badań niniejszej pracy mam następujące uwagi:

- 1) Proszę uściślić cel pracy. Ponadto cel pracy nie może znajdować się w rozdziale *Tezy pracy – str.42*
- 2) Procedura wytwarzania próbek nie jest przedstawiona precyzyjnie. W jaki sposób prowadzono mieszanie proszków? Czy równocześnie wprowadzano zaprawę i grafit? Proszę przedstawić cały cykl wytwarzania próbek na schemacie
- 3) Ponieważ podczas spiekania proszków z dodatkiem grafitu występuje częściowe odwęglenie to w jaki sposób tego uniknąć?
- 4) Proszę wyjaśnić dlaczego dodatkowo były wykonywane badania dla proszków ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 410L i utwardzanej wydzieleniowo 17-4PH, skoro tematyka rozprawy dotyczyła ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L

## 6. Wniosek końcowy

Stwierdzam, że przedstawiona do oceny rozprawa doktorska Pana mgr inż. Szymona Gądka pt. „*Wpływ dodatku zaprawy zawierającej bor i węgla na właściwości spiekanej ferrytycznej stali nierdzewnej AISI 434L*” w **dyscyplinie inżynieria materiałowa**, spełnia wymagania formalne stawiane pracom doktorskim, zgodnie z art. 13 ust. Ustawy z dnia 14.03.2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2016 r. poz.882).

Oceniam przedstawioną rozprawę doktorską pozytywnie i wnioskuję do Rady Naukowej Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej o dopuszczenie mgr inż. Szymona Gądka do dalszych etapów przewodu doktorskiego, w tym do publicznej obrony rozprawy

*Janina Koro-Boczek*