

prof. dr hab. inż. Zbigniew Konopka

Częstochowa, dn.16.08.2022 r.

Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów

Katedra Metalurgii i Technologii Metali

Politechnika Częstochowska

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Sabiny Barbary Puzio

**pt.: Dobór rodzaju oraz technologii utwardzania mas formierskich
przeznaczonych na formy do ablacyjnego odlewania stopów aluminium**

opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Dyscypliny Naukowej

Inżynieria Materiałowa Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie

1. Ocena przedmiotu rozprawy

Przedstawiona do oceny rozprawa dotyczy bardzo ważnego w praktyce odlewniczej zagadnienia opracowania nowych mas formierskich przeznaczonych dla nie stosowanej w Polsce na skalę przemysłową technologii ablacyjnego odlewania stopów aluminium. Technologia ta polega na usuwaniu masy formierskiej w czasie krzepnięcia i stygnięcia odlewu silnym strumieniem wody. Celem takiego działania jest, z jednej strony, usunięcie masy z odlewu i eliminacja kosztownego procesu oczyszczania odlewów połączona ze zwiększeniem wydajności, z drugiej natomiast, zwiększenie szybkości stygnięcia i krzepnięcia odlewu wywołujące korzystne zmiany rozdrobnienia struktury odlewów i zwiększenie ich właściwości mechanicznych. Technologia ablacyjnego odlewania opiera się na złożonych, kontrolowanych zjawiskach wymiany ciepła w układzie odlew-otoczenie (forma) i mechaniczno-cieplnej destrukcji formy odlewniczej. Oba powyższe zagadnienia naukowe zależne są od materiału, z którego wykonana jest forma odlewnicza, a jego dobór jest zadaniem rozwiązywanym w recenzowanej pracy doktorskiej.

Poszukiwanie nowego materiału oraz opracowanie technologii formy odlewniczej dla ablacyjnego odlewania ma charakter innowacyjny zarówno od strony naukowej jak aplikacyjnej. Badana w pracy problematyka mieści się w obszarze inżynierii materiałowej łącząc elementy opracowania i badania nowych materiałów na formy i technologii odlewania o niewykorzystanym do tej pory potencjale naukowym i aplikacyjnym. Podjęcie badań opisanych w przedstawionej do recenzji pracy mieści się w trendzie nowoczesnych badań materiałów i jest, moim zdaniem, ze wszech miar uzasadnione. Konieczność opracowania i kompleksowego zbadania właściwości nowych mas w pełni uzasadnia podjęcie badań w tym zakresie. Ze względu na przedstawione powyżej elementy praca lokuje się w innowacyjnym obszarze badań naukowych.

2. Charakterystyka i ocena rozprawy

Tekst rozprawy liczy 122 strony, który uzupełniają: bibliografia zawierająca 151 pozycji literaturowych oraz spisy rysunków i tabel. Rozprawa składa się z dwóch części i ma typowy dla prac doktorskich układ. W pierwszej części przedstawiono przegląd literatury światowej (rozdział 1) dotyczący: charakterystyki odlewniczych stopów aluminium ze szczególnym uwzględnieniem opisu mechanizmu krystalizacji stopów Al-Si, technologii formy piaskowej w odlewnictwie stopów aluminium, charakterystyki mas formierskich drugiej generacji oraz technologii odlewania ablacyjnego.

Dobór treści jest odpowiedni do tematyki pracy. Opis jest dosyć ogólny, ale zawiera najistotniejsze informacje dotyczące kluczowych zagadnień charakteryzujących potencjalne dla technologii ablacyjnego odlewania masy formierskie, metody utwardzania tych mas i najistotniejsze cechy odlewania ablacyjnego. Z przedstawionego opisu wyłania się wstępny wybór mas oparty na przesłankach literaturowych, co w mojej ocenie zasługuje na wysoką ocenę. Tytuł rozdziału 1.2 „Technologia formy w odlewnictwie stopów aluminium” nie odzwierciedla w pełni jego treści ponieważ opisano tutaj ważne zjawisko szczeliny gazowej i czynniki decydujące o wyborze masy. Ten fragment rozprawy został opracowany jasno i bardzo dobrze pod względem językowym i edytorskim.

W drugiej części pracy Autorka przedstawiła badania własne formułując na wstępie cel i tezy pracy (rozdział 2), dalej zakres badań (rozdział 3), materiały stosowane do badań i metodykę badawczą (rozdział 4), uzyskane wyniki (rozdział 5), kończąc analizą (rozdział 6) i wnioskami. Tezy pracy w brzmieniu: „**zastosowanie nieorganicznych spoiw wodorozcieńczalnych zapewnia szybki czas erozji form przy zachowaniu proekologicznego charakteru procesu oraz niezbędnej wytrzymałości formy**” oraz

"osnowa pochodząca z procesu może zostać powtórnie zastosowana, a woda odprowadzona do ścieków ogólnospływnych bez konieczności jej dodatkowego oczyszczania" trafnie formułują najważniejszy wątek naukowy i praktyczny pracy, w którym rozwiązywany jest problem znanej, złej wybijalności mas na szkło wodnym z koniecznością szybkiej ich erozją z małym wydatkiem energii w technologii ablacyjnego odlewania. Nie mniej ważnym zagadnieniem jest ekonomiczno-ekologiczny aspekt wymagań jakościowych nowych mas.

Dla udowodnienia tez pracy zrealizowano program badawczy o bardzo szerokim zakresie obejmujący: dobór składników masy i technologii utwardzania (rozdział 4.1), badania wytrzymałości na zginanie mas formierskich (rozdział 4.2), badania wydzielalności gazów z mas formierskich (rozdział 4.3), badania derywatograficzne (rozdział 4.4), badania erozji form (rozdział 4.5), badania zwilżalności form (rozdział 4.6), symulacja procesu odlewania (rozdział 4.7), analiza termiczna odlewów próbnych (rozdział 4.8), badania mikrostruktury odlewów (rozdział 4.9) i badania właściwości wytrzymałościowych odlewów (rozdział 4.10).

Do badań własnych wytypowano masy sporządzone z piasku kwarcowego średniego (frakcja główna 0,20/0,16/0,315) i następujących wodorozpuszczalnych spoiw nieorganicznych: szkło wodne R145, szkło wodne R150, szkło wodne modyfikowane A, szkło wodne modyfikowane B, spoiwo geopolimerowe i spoiwo fosforanowe. Przetestowano następujące metody utwardzania mas: chemiczne (poprzez dodatek utwardzacza), termiczne i mikrofalowe. W masach ze szkłem wodnym zastosowano utwardzacz estrowy Flodur, ze spoiwem geopolimerowym SA75 (zalecany przez producenta), a ze spoiwem fosforanowym sproszkowany tlenek magnezu. Celem badań była ocena mechanizmu utwardzania w wyniku tworzenia mostków wiążących ziarna osnowy i jego wpływ na szybkość erozji formy oraz stopień oczyszczenia masy bez konieczności jej dodatkowej regeneracji.

Szczegółowo opisano metodykę badań, zastosowane oprzyrządowanie odlewnicze i aparaturę pomiarową. W pracy przyjęto słuszną koncepcję sekwencyjnego doboru składu mas na podstawie uzyskiwanych wyników badań ich właściwości. W kolejnych etapach badań eliminowano masy o najgorszych właściwościach. W konsekwencji w końcowej fazie badań wytypowano optymalną masę formierską spełniającą wymagania technologii ablacyjnego odlewania.

W wyniku obserwacji mostków wiążących w badanych masach na makroskopie skaningowym stwierdzono, że w masach utwardzanych chemicznie spoiwo rozmieszczone jest równomiernie na powierzchni ziaren piasku osnowy (rozmieszczenie błonkowate).

W masach utwardzanych termicznie i mikrofalowo spoiwo spływa między ziarna sklejać je (rozmoszczenie kropelkowe). Jednoznacznie potwierdzono korzystniejsze rozmoszczenie kropelkowe gwarantujące niezbędną wytrzymałość masy przy mniejszym udziale spoiwa i łatwiejszą jej regenerację. W moim przekonaniu Autorce udało się osiągnąć ważny dla teorii materiału masy formierskiej wynik o dużym znaczeniu naukowym.

Wyniki badań wytrzymałości na zginanie mas były kryterium ich doboru, z jednej strony, w zakresie przydatności do procesu formowania i odlewania, z drugiej zaś, w zakresie łatwej erozji formy w strumieniu wody. Największe wytrzymałości miały masy utwardzane termicznie i mikrofalowo przy małym dodatku spoiwa. Wytrzymałość wszystkich nas umożliwiała usunięcie oprzyrządowania w procesie formowania. Do badań gazotwórczości wytypowano 8 mas utwardzanych mikrofalowo, 4 masy samoutwardzalne i 4 masy utwardzane termicznie. Wszystkie badane masy miały niską gazotwórczość w zakresie 3-10 cm³/g. Na podstawie wyników gazotwórczości wytypowano kolejne składy mas, po 4 dla każdego sposobu utwardzania. Wyniki badań derywatograficznych potwierdziły nieznaczne ubytki masy podczas nagrzewania i brak przemian egzotermicznych, co oznacza brak zanieczyszczeń i związków organicznych w masie.

Badania erozji form wykazały, że czas erozji jest najkrótszy przy zastosowaniu dysz punktowych. Dysze te jednak przecinają masę nie rozdrabniając jej, a efekt intensywnego chłodzenia nie jest osiągnięty. W pracy użyto określenia dysze pneumatyczne, co nie oznacza chyba chłodzenia i erozji formy czynnikiem gazowym. Zastosowanie dysz szczelinowych o kącie rozbryzgu wody 40° i 65° spowodowało duże, odpowiednie rozdrobnienie masy formierskiej i bardziej równomierne chłodzenie odlewu. Na podstawie wyników badania erozji form wytypowano do kolejnego etapu badań cztery następujące składy mas najbardziej przydatnych do odlewania ablacyjnego: piasek kwarcowy + 1,0 cz. mas. spoiwo geopolimerowe (utwardzane mikrofalowo), piasek kwarcowy + 2,5 cz. mas. spoiwo fosforanowe + 5% MgO w stosunku do spoiwa (samoutwardzalne), piasek kwarcowy + 1,0 cz. mas. szkło wodne sodowe R150 (utwardzane termicznie) i piasek kwarcowy + 1,0 cz. mas. spoiwo geopolimerowe (utwardzane termicznie).

W celu weryfikacji właściwości badanych mas kolejnych badaniach wykonano walcowe odlewy próbne Ø41x140 mm z odpowiednim pochyleniem odlewniczym i nadlewem ze stopu AK7 krzepnące w wytypowanych masach formierskich (odlewanie ablacyjne) i porównawczo w klasycznej formie piaskowej i w kokili z pomiarem krzywych stygnięcia, badaniem mikrostruktury i właściwości mechanicznych. W każdym przypadku odlewania ablacyjnego uzyskano rozdrobnienie mikrostruktury odlewów mierzone

odległością ramion dendrytów drugiego rzędu (SDAS), wytrzymałość na rozciąganie i wydłużenie o wartościach zbliżonych do parametrów odlewów krzepnących w kokili, co potwierdza jednoznacznie skuteczność opracowanej w pracy technologii. Ze względu na najkrótszy czas erozji formy przy właściwościach mechanicznych odlewu porównywalnych dla odlewu kokilowego uznano za najlepszą masę na spoiwie fosforanowym utwardzaną MgO. W tych masach wykonano kolejną serię odlewów dodatkowo modyfikowanych zaprawą TiBAl (modyfikator fazy pierwotnej) i Sr (modyfikator eutektyki). Bogaty materiał badawczy w postaci zarejestrowanych krzywych stygnięcia odlewów próbnych, uzupełniony pomiarami zwilżania mas i symulacjami procesu ablacji oraz szacowania właściwości mechanicznych jest oryginalnym dorobkiem naukowym Autorki.

Wyniki analizy termicznej procesu stygnięcia i krzepnięcia odlewów uważam za oryginalne opracowanie naukowe stanowiące źródłowy materiał do dalszych badań odlewania ablacyjnego. Bardzo wysoko oceniam opracowanie dotyczące sekwencji badań krzepnięcia i stygnięcia odlewów w badanych masach formierskich. Jest to, moim zdaniem, najważniejsze osiągnięcie naukowe pracy. Biorąc pod uwagę wszystkie wyżej wymienione elementy stwierdzam, że Autorka udowodniła postawioną w pracy pierwszą tezę.

Ciekawym i wartościowym naukowo jest opracowanie zawarte w rozdziale 5.3.1e, dotyczące badania masy formierskiej zużytej po procesie ablacyjnego odlewania. Pomiary składu chemicznego pozostałości masy po procesie odlewania i porównawczo piasku świeżego i świeżej masy wykazały dużą skuteczność wymywania wodą masy jednak tylko ok. 50% fosforu z masy na spoiwie fosforanowym utwardzaną MgO zostało usunięte, co było powodem zmiany masy na wiązaną spoiwem geopolimerowym utwardzaną mikrofalowo. Kompleksowe badania wody po procesie ablacyjnego odlewania i porównawczo próbki wyjściowej wykazały poziom zanieczyszczeń w wodzie po procesie odlewania spełniający normę odprowadzenia jej do ścieków ogólnospławnych. Ostatecznie ze względu na dobre właściwości wody poprocesowej uznano masę ze spoiwem geopolimerowym utwardzaną mikrofalowo jako najbardziej odpowiednią do odlewania ablacyjnego. Autorka udowodniła drugą tezę pracy.

Przedstawione wyniki badań dowodzą, że możliwe jest sterowanie właściwościami mechanicznymi odlewu w wyniku doboru składu i technologii masy formierskiej w technologii ablacyjnego odlewania stopów aluminium. Uzyskane wyniki są nowatorskie i wnoszą nową wiedzę w teorię i praktykę materiałów inżynierskich.

Celującą ocenę wystawiam komentarzom i analizie wyników zamieszczonych w pracy. Wnioski wynikają z analizy wyników i są zgodne ze znaną do tej pory teorią.

Opracowanie to wraz z wnioskami dowodzi dojrzałości naukowej Doktorantki i jej zdolności do samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

3. Uwagi

Praca napisana poprawnie językowo i edytorsko. Nie dostrzegłem błędów i uchybień dotyczących edycji pracy, prezentacji wyników i ich interpretacji. Brakuje kilku informacji do kompleksowej oceny uzyskanych wyników, które chciałbym uzyskać od Doktorantki jako odpowiedź na następujące pytania:

1. W pracy przedstawiono wyniki symulacji wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenia w materiale odlewu krzepnącego w formie piaskowej, kokili i w procesie ablacyjnego odlewania. Jak można wyjaśnić największą jednorodność tych właściwości w objętości wlewka „ablacyjnego” w porównaniu z pozostałymi technologiami odlewania?,
2. Proszę wyjaśnić dlaczego w pomiarach SDAS w odlewach krzepnących w klasycznej formie piaskowej i w kokili (pomiar porównawczy) są różne wartości tego parametru przy porównywaniu zmierzonej odległości ramion dendrytów w odlewach krzepnących „ablacyjnie”.
3. Proszę przedstawić hipotetyczną analizę możliwości zastosowania form zamrażanych w technologii odlewania ablacyjnego.

4. Ocena końcowa

Stwierdzam, że rozprawa Pani mgr inż. Sabiny Barbary Puzio spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim ponieważ:

- jednoznacznie i jasno, chociaż dosyć ogólnie sformułowano tezy badanego problemu naukowego,
- zaplanowano i zrealizowano badania stosując nowoczesne narzędzia naukowe według przyjętej metodyki badań, co dowodzi umiejętności samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktorantkę,
- logicznie zinterpretowano uzyskane wyniki i sformułowano wnioski, co wskazuje na szeroką ogólną wiedzę teoretyczną kandydatki,
- doktorantka udowodniła postawione tezy, a uzyskane wyniki wnoszą oryginalny wkład naukowy i praktyczny w teorię i praktykę materiałów formierskich dla odlewnictwa stopów aluminium.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Sabiny Barbary Puzio pt.: **Dobór rodzaju oraz technologii utwardzania mas formierskich przeznaczonych na formy do ablacyjnego odlewania stopów aluminium** spełnia wymogi określone w Ustawie o stopniach i tytule naukowym. W związku z tym wnoszę o dopuszczenie Panią mgr inż. Sabiny Barbary Puzio do publicznej dyskusji nad Jej rozprawą doktorską przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie.

