



Dr hab. inż. Andrzej Zyska, prof. nadzw. PCz.
Instytut Metalurgii i Technologii Metali
Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów
Politechnika Częstochowska
ul. Armii Krajowej 19
42-200 Częstochowa

Częstochowa 03.06.2019 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Andrzeja Pytła pt.:

**„Wybrane właściwości perlitycznego żeliwa z grafitem
wermikularnym zawierającego: Cu, Mo, V, Sb i Sn”**

zrealizowanej pod opieką promotora Prof. dr hab. inż. Edwarda Guzika

1. Podstawa opracowania recenzji

Niniejsza recenzja została opracowana w odpowiedzi na pismo Pana dr hab. inż. Rafała Dańko, prof. nadzw., Dziekana Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo-Hutniczej WO-sd.510-11-2/2019 z dnia 30.04.2019 roku, w którym poinformowano mnie, że decyzją Rady Wydziału Odlewnictwa zostałem powołany na recenzenta w tym przewodzie oraz załączono komplet dokumentów wymaganych do dokonania oceny.

2. Ocena problematyki badawczej rozprawy

Przedstawiona do recenzji praca doktorska Pana mgr inż. Andrzeja Pytła jest opracowaniem naukowym z zakresu nowoczesnych i perspektywicznych tworzyw odlewniczych odpornych na zmęczenie cieplne.

Podjęta problematyka badawcza jest ważna, oryginalna i ambitna zarówno pod względem poznawczym jak i aplikacyjnym, natomiast dobór treści rozprawy oraz zakres badań wnikliwie zaplanowany. Praca obejmuje zagadnienia z obszaru technologii żeliwa wermikularnego, zagadnienia materiałowe dotyczące jakościowej i ilościowej analizy strukturalnej żeliwa, aspekty metodyczne pomiaru wytrzymałości żeliwa w warunkach

cyklicznych zmian temperatury oraz prezentuje szereg wyników badań właściwości mechanicznych i odporności na zmęczenie cieplne, szczególnie istotnych z punktu zastosowania i eksploatacji elementów konstrukcyjnych odlewanych z żeliwa wermikularnego. Ujęcie i analiza tych wszystkich zagadnień w rozprawie pozwoliły na otrzymanie kompleksowego obrazu na temat badanego żeliwa i jednocześnie ujawniły wielokierunkowe przygotowanie Doktoranta do realizacji pracy naukowej. Żeliwo wermikularne jest atrakcyjnym tworzywem, łączącym wiele zalet żeliwa szarego modyfikowanego z grafitem płatkowym i żeliwa sferoidalnego, ale jest dość trudne technologicznie. Wymaga bowiem precyzyjnego monitorowania procesu w zakresie składu chemicznego, w tym głównie na zawartość siarki, tlenu oraz pierwiastków stosowanych do wermikularyzacji, a także przestrzegania reżimu temperaturowo-czasowego podczas zalewania form. Czynniki te wpływają bezpośrednio na morfologię grafitu i jednorodność strukturalną żeliwa na grubości ścianki odlewu. Uwzględniając uwarunkowania technologiczne, sterowanie osnową żeliwa wermikularnego, jak również jego właściwościami, może być realizowane jedynie poprzez świadome i kontrolowane wprowadzenie odpowiednio niewielkich ilości pierwiastków stopowych. O ile wpływ poszczególnych, analizowanych w pracy, pierwiastków na przebieg przemiany eutektoidalnej został już opisany w literaturze specjalistycznej, tak jednoczesne, sprzężone oddziaływanie aż 5 pierwiastków na rodzaj osnowy żeliwa i postać grafitu było dotychczas zagadnieniem nieznanym i stanowiło ambitne wyzwanie od strony eksperymentalnej. Należy w tym miejscu podkreślić, że Doktorant z tym zadaniem poradził sobie znakomicie. Realizacja prac badawczych w oparciu o macierz Hartleya dla pięciu zmiennych niezależnych pozwoliła na wyznaczenie funkcji w postaci wielomianu stopnia drugiego z uwzględnieniem pełnej sumy oddziaływań podwójnych, która opisuje złożony wpływ wszystkich badanych pierwiastków na odporność żeliwa na zmęczenie cieplne. Opracowana zależność funkcyjna umożliwiła wyznaczenie optimum składów chemicznych żeliwa, co ma wymiar praktyczny, a także ujawnia kierunki zmian we właściwościach i strukturze żeliwa dla różnych konfiguracji dodatków stopowych, co z kolei stanowi ważny aspekt poznawczy pracy. Głównym celem rozprawy Pana mgr inż. Andrzeja Pytla było uzyskanie struktury perlitycznej w żelwie wermikularnym, która zapewni korzystny zespół właściwości mechanicznych i wysoką odporność na zmęczenie cieplne, zwiększając tym samym atrakcyjności tego tworzywa jako materiału konstrukcyjnego. Żeliwo z grafitem wermikularnym jest obecnie mało rozpowszechnione w przemyśle krajowym, ale jak stwierdza sam Doktorant na str. 63, według światowych prognoz branży odlewniczej, produkcja odlewów z tego żeliwa ma w latach 2026-2036 wzrosnąć o ponad 15%. O wysokim zainteresowaniu tym tworzywem świadczą ciągłe prace badawcze realizowane przez wiodące ośrodki akademickie w Stanach Zjednoczonych, Wielkiej Brytanii, Japonii, Niemczech oraz Polsce, których wyniki publikowane są w czasopismach o wysokim wskaźniku Impact Factor.

Podsumowując uważam, że wybór tematu rozprawy, jej przedmiot i zakres są ważne, oryginalne i perspektywiczne zarówno z praktycznego jak i naukowego punktu widzenia. Ponadto, przeprowadzone badania i ich analiza wzbogacają dotychczasową wiedzę w

zakresie żeliwa wermikularnego i charakteryzują się wysoką użytecznością dla praktyki przemysłowej dostarczając wsparcia teoretyczno-metodycznego ze strony nauki.

3. Ocena językowej i redakcyjnej formy Rozprawy

Przedłożona do oceny praca dysercyjna obejmuje 134 strony (bez załącznika) i została podzielona na dwie zasadnicze części: część literaturową i część badawczą. Część literaturowa obejmuje 61 stron natomiast część badawcza, pomijając wykaz literatury 65 stron. W większości rozdziałów wyróżniono podrozdziały, co korzystnie wpłynęło na czytelność pracy. W rozprawie zamieszczono 23 tabele i 70 rysunków. Studium literaturowe wraz z obszernym zakresem badań tworzą spójną całość i odpowiadają wymogom pracy naukowej. Rozdziały przedstawione są w hierarchicznej kolejności i logicznie ze sobą powiązane. Taki układ pozwala czytelnikowi na prawidłowe zgłębianie się w problematykę badawczą pracy. Wysokie uznanie należy skierować za staranne opracowanie rysunków, szczególnie w części badawczej. Graficzna interpretacja wyników badań ułatwia studiowanie tej obszernej i wielowątkowej pracy. Całość dysertacji jest rzetelnie opracowana i napisana zrozumiałym językiem z użyciem właściwej terminologii. W tak dużym opracowaniu, zauważyłem tylko kilka uchybień o charakterze redakcyjnym, których przykłady przedstawiam poniżej:

- brak markera na fotografii grafitu dla wytopu nr 21 w tabeli 15, str. 84;
- niewłaściwy szyk zdania na str. 34, pierwszy akapit, 5 linijka tekstu;
- na str. 102 wyszczególniając wielkości wyjściowe pominięto - R_m ;
- na str. 118 w wersach 19, 23 i 27 temperatura nagrzewania powinna być podana jako 800°C ;
- na str 119, wers 5 – pierwsza wartość temperatury nagrzewania oporowego powinna wynosić 700°C ;
- na str 106, wers 26 – właściwym określeniem jest *długość pęknięć* zamiast *liczba pęknięć*
- w spisie treści, wykaz literatury powinien być oznaczony numerem strony 129.

4. Merytoryczna ocena pracy

Pan mgr inż. Andrzej Pytel, w części pierwszej rozprawy przedstawia obszerny przegląd stanu zagadnienia. Początkowe rozdziały dotyczą ogólnej charakterystyki żeliwa z uwzględnieniem specyficznych cech jego krystalizacji. Doktorant z należytą uwagą opisuje przemiany fazowe zachodzących w stabilnym i metastabilnym układzie Fe-C oraz budowę i właściwości składników mikrostruktury występujących w różnych rodzajach i gatunkach żeliwa. Za bardzo cenny uważam rozdział trzeci pracy. Przedstawiono w nim, bardzo wnikliwie, dotychczasowe metody otrzymywania żeliwa z grafitem wermikularnym oraz najnowsze rozwiązania w zakresie kontroli procesu, opracowane m.in. przez firmy NovaCast i

SinterCast. W starannym opisie poszczególnych urządzeń i systemów pomiarowo-sterujących zwrócono uwagę na ich stopień skomplikowania, powtarzalność i dokładność wyników, główne ograniczenia i możliwości stosowania w produkcji mało- i wielkoseryjnej. Sposób opracowania tego rozdziału jest dowodem gruntownej i usystematyzowanej wiedzy Doktoranta w zakresie technologii żeliwa wermikularnego. Kolejny rozdział pracy ma charakter naukowy. Autor w sposób syntetyczny przedstawił dotychczasowe teorie na temat zarodkowania i rozrostu grafitu sferoidalnego i wermikularnego w ciekłym żeliwie, wskazując także, które z nich posiadają podbudowę doświadczalną. W rozdziale tym na uwagę zasługuje tabela 3 prezentująca chronologiczny rozwój modeli matematycznych opisujących kinetykę zarodkowania i wzrostu kryształów, opracowane w ramach badań różnych gatunków żeliwa i geometrii odlewów. W dalszej części pracy Doktorant przedstawił charakterystykę porównawczą żeliwa z grafitem wermikularnym na tle żeliwa szarego. Omawiając zalety badanego żeliwa zebrał wiele cennych danych literaturowych odnośnie właściwości fizycznych, technologicznych oraz mechanicznych, podkreślając jego walory jako tworzywa konstrukcyjnego odpornego na zmęczenie cieplne. Z punktu widzenia głównego celu pracy bardzo ważne, a jednocześnie rzetelnie opracowane są rozdziały 6 i 7 poświęcone roli pierwiastków stopowych w kształtowaniu mikrostruktury żeliwa oraz badaniom odporności na zmęczenie cieplne odlewów. Doktorant z dużym zrozumieniem opisał wpływ pierwiastków: Cu, Mo, V, Sb i Sn na proces grafityzacji, stabilność i dyspersję perlitu, tworzenie węglików stopowych, stopień rozdrobnienia ziarna eutektycznego, jednorodność struktury na grubości ścianki odlewu oraz położenie charakterystycznych temperatur przemian fazowych. Wpływ dodatków stopowych został także ujęty w kontekście właściwości wytrzymałościowych w temperaturze pokojowej i podwyższonej, odporności na ścieranie, odporności na pełzanie i wstrząsy cieplne oraz doboru składu pierwiastków w zależności od charakterystyki pracy odlewów. W rozdziale 7 Doktorant dokonał obszernego przeglądu metod badawczych oraz wskaźników stosowanych do oceny zmęczenia cieplnego materiałów metalowych. Odporność na zmęczenie cieplne jest właściwością synergiczną, która zależy od mikrostruktury stopu, jego właściwości fizycznych i mechanicznych, głównie: przewodność i rozszerzalność cieplnej, sprężystości, plastyczność i wytrzymałości oraz od kształtu konstrukcji i zmian stanu przestrzennego naprężeń wewnętrznych w trakcie eksploatacji. Złożoność tej właściwości sprawia, że nie opracowano dotychczas unormowanych metod i kryteriów jej oceny, a w opracowanych metodach laboratoryjnych jej pomiaru stosowane są różne kształty próbek mające na celu symulację warunków pracy odlewów bądź uzyskanie informacji w zakresie doboru składu chemicznego żeliwa. Na tym tle, zaprezentowany przez Autora krytyczny przegląd metod badawczych pozwolił mu na wytypowanie do badań własnych takiego wariantu pomiaru, który może być bezpośrednio wykorzystany do ilościowej oceny odporności na zmęczenie cieplne żeliwa wermikularnego w poszczególnych punktach planu eksperymentu, zapewniając powtarzalność wyników oraz możliwość przeprowadzenia lokalnej interpolacji w pobliżu punktów gwiazdnych.

Część literaturową dysertacji kończą bogato ilustrowane przykłady odlewów z żeliwa z grafitem wermikularnym oraz usystematyzowane podsumowanie najważniejszych

właściwości mechanicznych, fizycznych i użytkowych różnych rodzajów żeliwa, które decydują o ich zastosowaniu w przemyśle. Doktorant z właściwą selekcją omawia główne kierunki stosowania żeliwa wermikularnego oraz wyróżnia typy odlewów produkowanych dla potrzeb przemysłu motoryzacyjnego, okrętowego, maszynowego, hutniczego i in. Prezentuje program seryjnej produkcji nowoczesnych bloków i głowic cylindrowych oraz tulei cylindrowych z żeliw wermikularnego, będący wynikiem europejskich ustaleń w zakresie zwiększania osiągnięć silników wysokoprężnych w pojazdach do eksploatacji handlowej oraz zmniejszenia poziomu emisji spalin. W podrozdziale 8.3 przedstawiono interesujący zarys historyczny pierwszych prób zastosowania żeliwa wermikularnego na kolektory wydechowe oraz ich wyniki, które przyczyniły się do rozwoju tego żeliwa i wzrostu jego światowej produkcji. Podsumowując część literaturową Autor przedstawił najważniejsze wnioski dotyczące potencjalnych możliwości zastosowania żeliwa wermikularnego w świetle perspektywy jego rozwoju, które jednocześnie były inspiracją do podjęcia tematyki badawczej pracy.

Opracowany na podstawie 87 pozycji literaturowych przegląd stanu zagadnienia jest wartościowym i unikalnym źródłem informacji nt. żeliwa z grafitem wermikularnym, jego specyficznych właściwości, wytwarzania i zastosowania. Dobór i układ treści studium literaturowego są starannie przemyślane, natomiast ich opracowanie należy uznać za wzorowe. Na podkreślenie i wysoką ocenę zasługują komentarze i krytyczne osądy Pana mgr inż. Andrzeja Pytla w poszczególnych rozdziałach przeglądu literaturowego, co świadczy o jego szerokiej i ugruntowanej wiedzy w zakresie różnych rodzajów i gatunków żeliwa, a także technologii wytopu i metod badawczych.

Drugą część rozprawy rozpoczyna zwięzłe uzasadnienie podjęcia problematyki badawczej oraz ważne z punktu widzenia realizacji prac badawczych wyjaśnienia dotyczące doboru dodatków stopowych, zakresu ich zmian i oczekiwanych efektów. Następnie, Doktorant przedstawia tezę, zgodnie z którą: *Wprowadzenie do żeliwa z grafitem wermikularnym takich pierwiastków jak: Cu, Mo, V, Sn i Sb przy różnym jej kombinacji ilościowej oraz zawartości w % masowych, zapewni w mikrostrukturze tego żeliwa osnowę perlityczną, a w przypadku molibdenu i wanadu w zestawie zwiększy się trwałość węgla eutektoidalnego M_3C w perlicie. Efektem tak otrzymanej mikrostruktury żeliwa, będzie zwiększenie właściwości mechanicznych, a szczególnie jego odporności na zmęczenie cieplne.*

Teza pracy o charakterze poznawczym i aplikacyjnym została sformułowana jasno i jednoznacznie, a jej treść jest logicznym wynikiem krytycznego i wnikliwego studium literaturowego oraz badań własnych Autora. Z tezą, powiązane są bezpośrednio, prawidłowo zdefiniowane cel i zakres pracy.

W dalszej części opracowania Doktorant z właściwą starannością prezentuje materiał badawczy, kształt wlewków próbnych, przebieg wytopów, metodę wermikularyzacji, podając odpowiednie temperatury procesu, składy chemiczne oraz obowiązujące normy. Prace badawcze zrealizowano w oparciu o zaawansowany aparat statystyczny do analizy obiektów złożonych, który cechuje bardzo korzystna proporcja wartości informacji w stosunku do wymaganej liczby doświadczeń. W rezultacie, Doktorant mógł ograniczyć się do wykonania

zaledwie 27 wytopów w celu określenia kompleksowego wpływu pięciu pierwiastków stopowych na mikrostrukturę i właściwości żeliwa wermikularnego. Całość badań przeprowadzono na 150 odlewach próbnych, co związane było z zapewnieniem istotności statystycznej poszczególnych współczynników regresji oraz adekwatności równań w badanym obszarze zmian zmiennych niezależnych. Zaplanowanie i realizacja doświadczeń w ujęciu poliselekcyjny, świadczą o dużej znajomości techniki eksperymentu przez Doktoranta i jednocześnie zapewniają wysoką wartość statystyczną otrzymanych wyników badań.

Dalsza część pracy przedstawia kluczowe wyniki badań i opisy, które potwierdzają słuszność postawionej tezy i stanowią oryginalny wkład własny Pana mgr inż. Andrzeja Pytla w rozwój wysokojakościowego żeliwa wermikularnego. Do najważniejszych osiągnięć naukowych Doktoranta zaliczam:

- wykonanie, z zastosowaniem dwóch technik pomiarowych, obszernych badań odporności na zmęczenie cieplne żeliwa wermikularnego zawierającego szerokie spektrum pierwiastków perlityzujących;
- zaimplementowanie do badań optymalizacyjnych planu eksperymentalnego o wysokiej efektywności i dużej wartości informacyjnej;
- wyznaczenie zależności funkcyjnych opisujących siłę i charakter oddziaływań poszczególnych pierwiastków stopowych i ich sprzężeń na zmęczenie cieplne badanego żeliwa oraz ustalenie jego optymalnych składów chemicznych;
- opracowanie galerii mikrostruktur niskostopowego żeliwa wermikularnego wraz z ilościową oceną jego składników;
- określenie wskaźników mechanicznych w temperaturze podwyższonej, pokojowej i ujemnej (KV) żeliwa z grafitem wermikularnym o różnej kombinacji ilościowej: *Cu, Mo, V, Sn i Sb*;
- przedstawienie różnic i podobieństw dotyczących charakterystyki zmian odporności żeliwa na zmęczenie cieplne w zależności od przyjętej metody badawczej;
- opracowanie opisowej korelacji między mikrostrukturą żeliwa, jego kompozycją chemiczną a właściwościami mechanicznymi i odpornością na zmęczenie cieplne;
- ustalenie dla wytypowanych zakresów pierwiastków stopowych warunków procesu technologicznego, które zapewniają uzyskanie odpowiedniego udziału i kształtu grafitu wermikularnego oraz osnowy perlitycznej w żeliwie o wyjściowym składzie lekko nadeutektycznym.

Należy podkreślić, że wyżej wymienione osiągnięcia naukowe są efektem bardzo dobrze zaplanowanej konstrukcji pracy oraz obszernych pomiarów i analiz. Pan mgr inż. Andrzej Pytel w swojej pracy wykorzystał mikroskopię skaningową i świetlną, komputerową analizę obrazu, przeprowadził: pomiary właściwości wytrzymałościowych (R_m , $R_{p0,2}$, $R_{0,05}$) i wydłużenia w temperaturach: pokojowej, 600°C i 800°C , próby twardości i udarności w temperaturach: pokojowej i -20°C oraz badania odporności na zmęczenie cieplne w temperaturach 600°C - 800°C z zastosowaniem dwóch technik eksperymentalnych.

Realizacja tych wszystkich prac jest dowodem bogatego warsztatu badawczego jaki zdobył i posiada Pan Doktorant. Bardzo wysoko oceniam syntetyczne i obiektywne komentarze, zarówno do poszczególnych wyników badań jak i ich wzajemnych związków, które zostały zawarte w analizie prac badawczych, i które potwierdzają jego dojrzałości do pracy naukowej oraz samodzielnego prowadzenia eksperymentów.

Pracę kończą trafnie sformułowane stwierdzenia i wnioski o charakterze poznawczym i użytecznym, z których jednoznacznie wynika, że opracowana technologia żeliwa wermikularnego z zoptymalizowaną kombinacją pierwiastków perlityzujących zapewnia uzyskanie wysokojakościowego tworzywa odlewniczego przeznaczonego na odlewy do pracy w warunkach cyklicznych obciążeń cieplnych.

Uwagi krytyczne do rozprawy:

- w pracy nie sprecyzowano metodyki pomiaru długości pęknięć na próbkach płaskich do badań odporności na zmęczenie cieplne. Przy jakim powiększeniu dokonywano pomiaru, czy stosowano preparaty do wizualizacji pęknięć, czy w ramach tych badań wykorzystywano komputerową analizę obrazu ?
- na str. 96, w tabeli 19, ostatnia kolumna, zamieszczono wyniki zatytułowane: *Udział grafitu wermikularnego w strukturze wg wyliczeń*. W tekście pracy przydatna byłaby informacja na temat sposobu przeprowadzenia tych wyliczeń;
- w pracy wyznaczono dwa optymalne zestawy dodatków stopowych, przy których występuje minimalna długość pęknięć. Szkoda, że Doktorant nie przedstawił wyjaśnień odnośnie różnicy w minimalnej długości pęknięć dla tych zestawów i ewentualnie jej wielkości, co jednoznacznie tłumaczyłoby dlaczego zaproponowano dwa składy chemiczne a nie jeden. Uzupełnieniem tych cennych badań byłoby także wykonanie dwóch dodatkowych wytopów i zweryfikowanie eksperymentalne punktów optymalnych wyznaczonych z równania regresji;
- we wniosku 7 na str. 127, Doktorant pisze: *"... i może być z powodzeniem wykorzystywane do wytwarzania odlewów w warunkach przemysłowych"*. Czy wykonywano prace związane z zaadoptowaniem badań laboratoryjnych (zastosowany w pracy piec indukcyjny wyposażony był w tygiel o pojemność 60 kg) do skali przemysłowej lub półprzemysłowej ?

Powyższe krytyczne uwagi mają na celu umożliwienie Panu Doktorantowi zaprezentowanie w dyskusji publicznej swojej niewątpliwie wysokiej wiedzy merytorycznej, co stanowi jeden z ważniejszych elementów oceny w prowadzonym postępowaniu.

5. Wniosek końcowy

Podsumowując recenzję stwierdzam, że rozprawa doktorska Pana mgr inż. Andrzeja Pytła spełnia wymagania określone w ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. nr 65 z dn. 16 04 2003 r., poz. 595) z późniejszymi zmianami.

Wnoszę o dopuszczenie Pana mgr inż. Andrzeja Pytła do publicznej obrony rozprawy doktorskiej, a także w nawiązaniu do przedstawionej powyżej argumentacji oraz przewidując korzystne wyniki publicznej obrony proszę o możliwość wyróżnienia Autora opiniowanej rozprawy zgodnie z zasadami przyjętymi przez Radę Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie.

