

Prof. dr hab. inż. Henryk Paul  
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej  
Polskiej Akademii Nauk w Krakowie  
ul. Reymonta 25  
30-059 Kraków

Kraków, dn. 20. 06. 2021

## RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

**mgr inż. Piotra Nawrockiego, pt. ‘Kształtowanie drobnoziarnistej mikrostruktury żeliwa sferoidalnego w procesach hartowania izotermicznego’**

*(przygotowana na zlecenie Rady Naukowej Dyscypliny  
Inżynieria Mechaniczna Politechniki Warszawskiej)*

### 1. Uwagi ogólne

Praca doktorska mgr inż. Piotra Nawrockiego mieści się w obszarze zarówno metalurgii, jak i inżynierii materiałowej. Dotyczy ona problematyki wytworzenia oraz kształtowania własności stopów na bazie żelaza z wykorzystaniem przemian fazowych. Głównym przedmiotem zainteresowania Doktoranta był opis przemian, jakie zachodzą w żeliwie sferoidalnym hartowanym z przemianą izotermiczną. Prowadzone prace zogniskowane były na poszukiwaniu optymalnych parametrów procesu obróbki cieplnej (skutkującej silnym rozdrobnieniem mikrostruktury asferytycznej), zmierzającej do uzyskania optymalnej kombinacji własności wytrzymałościowych i plastycznych.

Praca składa się z 11 szczegółowych rozdziałów oraz spisu literatury, spisu rysunków i tabel. Analiza literaturowa obejmuje 94 pozycje, jednakże w przeważającej części są to pozycje starsze; jedynie 14 pozycji zostało opublikowanych w ostatnich 10 latach.

### 2. Ocena ważności podjętego problemu naukowego

Jedną z bardziej obiecujących tendencji rozwoju dotychczas stosowanych materiałów jest wytwarzanie w nich struktur nano-krystalicznych, dla których przyjmuje się, że rozmiar ‘wybranego elementu struktury’ przynajmniej w jednym kierunku jest mniejszy niż 100 nm. Techniczne stopy metali o tak zdefiniowanej strukturze charakteryzują się zwykle wysokimi parametrami wytrzymałościowymi, a równocześnie cechują się większą plastycznością i odpornością na pękanie w porównaniu ze stopami konwencjonalnymi o podobnej wytrzymałości. Jednakże wdrożenie stopów nano-krystalicznych do produkcji przemysłowej jest uwarunkowane postępowaniem technologicznym w zakresie metod ich wytwarzania. **Jedną z nowych metod, która umożliwi wytwarzanie struktury nano-krystalicznej w gotowych elementach z technicznych stopów metali jest metoda wykorzystująca przemiany strukturalne i fazowe zachodzące w trakcie obróbki cieplnej.** Analiza natury tych przemian oraz ich wpływu na własności użytkowe (pół)wyrobu jest przedmiotem silnego i ciągle wzrastającego zainteresowania na przestrzeni ostatnich lat.

Jednakże, pomimo prowadzonych intensywnych badań zmierzających zarówno do optymalizacji procesu wytwórczego, jak i optymalizacji własności, np. wytrzymałościowych, plastycznych czy antykorozyjnych, w dalszym ciągu szereg aspektów tych przemian pozostaje silnie nierozpoznanych. Jednym z takich ważnych obszarów badawczych w przypadku technicznych stopów żelaza jest zdefiniowanie zestawu parametrów obróbki cieplnej oraz analiza ich wpływu na własności użytkowe stopu.

W recenzowanej pracy skupiono się na wytworzeniu osnowy ferrytyczno-austenitycznej w żeliwie sferoidalnym o wielkości płytek mierzonej w skali nanometrycznej, z wydzieleniami węglików lub bez wydzielen. Z punktu widzenia prowadzenia procesu wytwórczego niezwykle ważna jest umiejętność przewidywania zmian, jakie następują w strukturze stopu pod wpływem zastosowanej obróbki cieplnej a następnie ich wpływu na własności wyrobu. Mając to na uwadze można stwierdzić, że **podjęta przez Pana mgr inż. Piotra Nawrockiego tematyka jest dobrze ułożona nie tylko w aktualnym, ale i perspektywnym obszarze badawczym**. Szczególnie silnie odnosi się to do stopów Fe, gdyż są one ciągle bardzo interesujące dla szerokiej gamy zastosowań technicznych, gdzie wymagana jest unikalna kombinacja własności wytrzymałościowych i plastycznych, często połączonych z odpornością korozyjną oraz odpornością na ścieranie.

### 3. Ogólna ocena rozprawy

Recenzowana praca dotyczy oceny możliwości zastosowania przemiany bainitycznej przebiegającej w warunkach przemiany izotermicznej dla uzyskania silnego rozdrobnienia strukturalnego żeliwa sferoidalnego.

*W części wstępnej* pracy (rozdziały 1 - 5) Autor dokonał obszernego przeglądu literaturowego związanego z szeroko rozumianą problematyką technologicznych aspektów wytwarzania żeliw. Szczególną uwagę zogniskowano na procesach wytwarzania żeliw typu ADI, cechujących się bardzo dobrymi własnościami mechanicznymi w stosunku do kosztów wytworzenia. Ujmuje ona opis wpływu dodatków stopowych oraz parametrów obróbki cieplnej na zmiany mikrostrukturalne w żeliwach, a także podejmuje problematykę ogólnego wpływu rozdrobnienia strukturalnego z wykorzystaniem metod *severe plastic deformation* na własności materiałów. Jednakże ten ostatni aspekt analizy podejmowanej problematyki wydaje się wielce dyskusyjny w kontekście możliwości poprawy własności żeliw i w przekonaniu recenzenta powinien być pominięty (Dotyczy to zwłaszcza możliwości wytworzenia pełno gabarytowych (pół)produktów, tj. zagadnieniu silnie eksponowanemu w pracy).

*Część druga to cel i teza pracy* (rozdział 6) które wydają się być logiczną konsekwencją przeprowadzonej analizy literaturowej w odniesieniu do zaplanowanego programu prac eksperymentalnych.

*Część trzecia* (rozdział 7) obejmuje plan pracy i metodykę badawczą i poświęcona jest omówieniu realizowanego programu badawczego. Autor szczegółowo opisuje prowadzone badania eksperymentalne, tj. rodzaj prowadzonych badań, co jest ich przedmiotem, jakie narzędzia wykorzystuje do ich realizacji.

*W części czwartej* (rozdział 8) stanowiącej istotę pracy, zawarte są główne wyniki merytoryczne pracy wynikające z przeprowadzonych symulacji oraz badań eksperymentalnych.

*Część piąta* (rozdziały 9 - 11) zawierają dwustronicowe podsumowanie, najważniejsze wnioski oraz zwięźle sformułowaną propozycję dalszych badań, ze szczególnym uwzględnieniem możliwości aplikacyjnych analizowanych żeliw.

Pracę kończy spis literatury, zawierający 94 pozycje.

#### **4. Uwagi odnoszące się do zasadniczej tezy pracy**

Bazując na dokonanym przeglądzie literaturowym w pracy postawiono tezę, że zastosowanie wygrzewania międzykrytycznego w zakresie temperatur  $Ac_1$  i  $Ac_3$  i hartowania izotermicznego może spowodować silne rozdrobnienie struktury, skutkujące otrzymaniem korzystnej kombinacji własności wytrzymałościowych i plastycznych.

Jednakże, co przewija się w całej pracy, problematyka rozdrobnienia strukturalnego nie została przejrzysto opisana. W szczególności nie zostało przejrzysto zdefiniowane na wstępie, jaki parametr opisuje nanostrukturę. W temacie pracy pojawia się pojęcie 'struktury drobnoziarnistej' sugerującej rozdrobnienie wielkości ziarna. Tymczasem w wielu miejscach pracy pojęcie 'wielkości ziarna' pojawia się naprzemiennie z 'szerokością płytek' danej fazy, czy też bardziej ogólnie używa się pojęcia - 'rozdrobnienie strukturalne'. Ponieważ pojęcia te nie są tożsame, nie jest jasnym przez dużą część pracy, czy zastosowane parametry procesu obróbki cieplnej mają prowadzić do rozdrobnienia struktury ziaren (w obrębie których mogą pojawiać się płytki danej fazy) czy też ekstremalnie silnego zmniejszenia szerokości płytek. Jednakże, jeśli czytelnik pokona te trudności i dotrze do wyników w części eksperymentalnej, to napotka następną trudność, będącą dalszą konsekwencją tej nieścisłości. Jest nią duża wątpliwość dotycząca możliwości wykorzystania równania Halla-Petcha do opisu zależności granicy plastyczności od szerokości płytek.

#### **5. Główne osiągnięcia pracy**

Najistotniejszą częścią pracy jest sformułowanie zaleceń technologicznych dotyczących dwuetapowego procesu hartowania izotermicznego z wykorzystaniem wygrzewania międzykrytycznego. Bazując na wynikach uzyskanych wcześniej dla stali, wykazano, że zastosowanie przemiany bainitycznej oraz wygrzewania międzykrytycznego pozwala na silne rozdrobnienie strukturalne, które umożliwiają wytworzenie w żeliwie sferoidalnym nanostruktury. Wykazano przy tym decydującą rolę temperatury wygrzewania międzykrytycznego w kształtowaniu własności żeliwa. W szczególności udokumentowano, że poprzez odpowiedni dobór tej temperatury można kontrolować stopień rozdrobnienia struktury analizowanego żeliwa sferoidalnego w celu uzyskania pożądanej kombinacji własności wytrzymałościowych i plastycznych. Wnioski te sformułowano na podstawie szerokiego programu badawczego opartego o metody analizy numerycznej oraz zaawansowane techniki mikroskopowe w połączeniu z metodami analizy obrazu.

#### **6. Uwagi o charakterze krytycznym**

Głównym niedociągnięciem pracy jest wspomniany wcześniej brak jasnego zdefiniowania pojęcia rozdrobnienia strukturalnego, którego efektem jest uzyskanie 'struktury nanometrycznej' w analizowanym żeliwie. Prowadzi to do trudności w rozumieniu tematu pracy, uwag zawartych we wprowadzeniu czy też opisu struktur w części eksperymentalnej.

Duże obiekcje może wzbudzać analiza strukturalna obrazów z SEM i TEM. Mikrostrukturom uzyskanych w TEM powinna towarzyszyć analiza fazowa. Połączenie obrazowania w jasnym/ciemnym polu z analizą dyfrakcji umożliwi identyfikację poszczególnych faz. Nie jest zatem jasnym na jakiej podstawie Autor dokonywał pomiaru szerokości poszczególnych składników strukturalnych. Ponieważ badania w skali TEM są badaniami 'bardzo lokalnymi' (analiza w skali nano), osobnym problemem jest reprezentatywność określonego typu struktury, obserwowanego na analizowanej cienkiej folii, w strukturze stopu. Ten problem powinien być dokładniej wyjaśniony, szczególnie w połączeniu z badaniami

dyfraktometrycznymi (analiza w skali mikro-/makro-). W oparciu o dyfraktogramy rentgenowskie można pokusić się także o analizę zróżnicowania, nie tylko jakościową ale także ilościową, występowania poszczególnych faz (po zróżnicowanych wariantach obróbki cieplnej).

Analiza strukturalna z wykorzystaniem zarówno mikroskopii świetlnej, jak i skaningowej nie jest w pełni przejrzysta, szczególnie w kontekście bardzo zwięzłego opisu/dyskusji uzyskanych wyników obserwacji strukturalnych. Nie jest także do końca jasna konieczność przedstawiania tego samego obrazu struktury dwukrotnie, przy jedynie nieznacznie zróżnicowanych powiększeniach, np. str. 80 i 81. Brak jest także opisu obserwowanych elementów struktury.

Można mieć także poważne zastrzeżenia do stylu pisania i poziomu edycji monografii. W kilku miejscach zdania są całkowicie niezrozumiałe lub niedokończone (strona 7 'Pomiar austenitu szczątkowego' - zapewne 'ilości', strona 29 '... Po przekroczeniu ...', strona 37 'Wzmocnienie poprzez rozdrobnienie...' - chodzi zapewne o krzywą umocnienia?, strona 37 definicja procesu ARB nie jest właściwa - powinno być walcowanie-spajanie akumulacyjne, strona 64 'Dla wykreślenia ...', strona 115 'Dobór temperatury ...'). Brak jest także konsekwencji w stosowaniu określonych pojęć, np. pojawiają się w opisie struktur warstwowych nazwy takie jak, płytki, warstwy, listwy.

Na rysunkach 54 - 57 brak jest opisu osi 'Y'.

Z pewnością czynnikiem ułatwiającym lekturę pracy byłoby wprowadzenie na wstępie spisu stosowanych skrótów.

Nie jest także zachowane odnośnienie się do pozycji literatury w tekście pracy we wzrastającym porządku. Co więcej sam spis literatury nie jest wykonany z należytą starannością, tj. nie wszystkie pozycje są podane kompletnie.

Jednakże w przekonaniu recenzenta wykazane niedociągnięcia są stosunkowo proste do usunięcia lub mają charakter edycyjny i zasadniczo nie umniejszają wartości zrealizowanego programu badawczego.

## 5. Wniosek końcowy

Praca stanowi postęp w badaniu zależności przyczynowo-skutkowych pomiędzy stanem mikrostruktury a własnościami (pół)wyrobu w trakcie obróbki cieplnej żeliwa sferoidalnego. Odpowiedni dobór temperatury wygrzewania międzykrytycznego, jako czynnika kontrolującego stan mikrostruktury pozwolił na wytworzenie żeliwa zawierającego elementy strukturalne o rozmiarze nanometrycznych. Skutkuje to uzyskaniem pożądanej kombinacji własności plastycznych i wytrzymałościowych. Wytknięte niedociągnięcia, w tym stylistyczne, nie umniejszają mojej pozytywnej oceny pracy.

**Pragnę stwierdzić, że rozprawa doktorska magistra inżyniera Piotra Nawrockiego spełnia kryteria dotyczące rozpraw doktorskich zgodnie z brzmieniem ustawy o stopniach i tytule naukowym. W związku z powyższym stawiam wniosek o przyjęcie tej rozprawy doktorskiej i o dopuszczenie magistra inżyniera Piotra Nawrockiego do dalszych etapów przewodu doktorskiego.**

Henryk Paul

