

Prof. dr hab. inż. Sebastian Mróz

Częstochowa, 17.07.2024 r.

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Beaty Cwolek

pt.: „*Technologiczne aspekty wytwarzania i przetwarzania nowych ekologicznych stopów armaturowych*” – wykonana na zlecenie Przewodniczącej Rady

Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej

prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej z dnia 9 lipca 2024 r.

W skład budowy sieci wodociągowych, oprócz rur, wchodzi również wiele elementów takich jak złączki, reduktory, korki, zawory i inne. Wiele z tych elementów produkowanych jest z mosiądzów zawierających w swoim składzie znaczne ilości ołowiu, tzw. mosiądze ołowiowe, gdzie zawartość ołowiu wynosi ponad 2,5%. Stosowanie tego typu mosiądzów wynika głównie z ich dobrych właściwości, m.in. do kształtowania plastycznego na gorąco czy odporności na odcynkowanie. Niestety duży dodatek ołowiu powoduje, że podczas stałego kontaktu elementu z wodą następuje jego wymywanie. Tym samym przyczynia się to do zwiększonej jego zawartości w wodzie. Ołów, jako metal silnie oddziałujący negatywnie na środowisko, zgodnie z dyrektywami UE, sukcesywnie jest usuwany z wielu procesów i materiałów, jako przykład można podać patentowanie walcówki w kąpielach ołowiowych. Również w przypadku elementów instalacji wodociągowych najnowsze zalecenia powodują, że producenci np. armatury coraz częściej szukają nowych rozwiązań materiałowych. Doktorantka podążając za wytycznymi, m.in. prawodawstwa UE podjęła się ambitnego zadania opracowania nowych niskoołowiowych stopów mosiądzów (zawartość Pb poniżej 1,2%) oraz technologii ich wytwarzania (głównie odlewania i przeróbki plastycznej). Stąd też, tematykę pracy należy uznać za uzasadnioną i bar-



dzo aktualną, szczególnie pod kątem możliwości implementacji wyników badań do warunków przemysłowych, co było głównym zamiarem Autorki.

Recenzowana praca składa się ze streszczenia w j. polskim oraz angielskim, wprowadzenia, 4 rozdziałów oraz literatury zamieszczonych na 118 stronach maszynopisu. Praca została zrealizowana w ramach projektu PO-IR.04.01.02-00-0030/16 „Bezodpadowa technologia kształtowania elementów armatury wody pitnej z bezołowiowych stopów miedzi”, w konsorcjum Politechnika Poznańska (lider), Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Metali Nieżelaznych, INOP (obecnie Łukasiewicz - Poznański Instytut Technologiczny), Fabryka Armatury Swarzędz Sp. z o.o., który był realizowany w latach 2017- 2019. Przyjęta struktura pracy jest właściwa, a badania własne i ich analiza stanowią ponad 70% całej objętości pracy. Cytowana literatura (123 pozycje) jest poprawna i jak najbardziej dobrana do tematyki rozprawy. Bibliografia w głównej mierze składa się z najnowszych pozycji światowej literatury, które zostały opublikowane w okresie ostatnich 10 lat. W 14 pozycjach Doktorantka występuje jako współautorka. W pracy Autorka powołuje się na własne artykuły, nie omawiając ich, co uniemożliwia ich analizę. Cały spis literatury sprawia wrażenie chaotycznego, pewne pozycje, np. [24] i [82] to te same publikacje, w innych podano tylko tytuł i autora publikacji, np. [63] lub co najwyżej rok publikacji, np. [61] i [62]. Dla materiałów pobranych z internetu nie podano daty ich pobrania. Poza tym Autorka ma skłonność do cytowania nawet kilkunastu prac równocześnie, nie omawiając ich, np. [2, 3, 4, 5, 6, 7, 13, 14, 51, 52, 53], [11, 15, 17, 26, 30, 40, 49, 56, 90, 91], [11, 15, 17, 26, 30, 40, 49, 56, 92, 90, 91], [2, 3, 4, 5, 6, 7, 61, 62, 63, 64, 101, 102, 103, 104, 105, 106].

Przed postawieniem tezy pracy, w przeglądzie literatury, Autorka bardzo szczegółowo omówiła podstawy teoretyczne przemian strukturalnych zachodzących w mosiądzach, doboru ich składu chemicznego oraz podstaw legisla-

cyjnych w zakresie konieczności wprowadzenia zmian w składzie chemicznym (redukcja lub eliminacja ze składu chemicznego ołowiu jako pierwiastka negatywnie wpływającego na środowisko). Ta część przeglądu literatury jest najbardziej rozbudowana, a wnioski z niej płynące jednoznacznie potwierdzają konieczność poszukiwania nowych rozwiązań materiałowych w postaci mosiądzów niskoołowiowych. Pewien niedosyt w opinii recenzenta wynika z bardzo słabego przeglądu literatury pod kątem odlewania i przeróbki plastycznej mosiądzów ołowiowych i z niską zawartością tego pierwiastka. W tej części przeglądu Doktorantka powinna omówić własne osiągnięcia z tego zakresu (kilkaście prac w spisie literatury, które nie zostały omówione). Przedstawiona w przeglądzie literatury część informacji jest powszechnie znana, np. opis prób technologicznych. W podsumowaniu analizy stanu zagadnienia Autorka wykazała konieczność rozwoju technologii produkcji mosiądzów niskoołowiowych jako odpowiedź na dyrektywę UE. Co prawda Doktorantka wskazuje na ograniczoną liczbę prac dotyczącą przeróbki plastycznej nowych gatunków mosiądzów, ale zaraz w kolejnym zdaniu powołuje się na własne prace dotyczące tej tematyki. Tym niemniej, jeszcze raz podkreślam, że podjęty temat pracy jest jak najbardziej zasadny.

Tezą pracy jest stwierdzenie w postaci: *„Obniżenie zawartości ołowiu w nowo opracowanych armaturowych ekologicznych stopach miedzi do maksymalnej granicy 1,2% przy odpowiednim doborze składu chemicznego w tym pierwiastków poprawiających lejność, skrawalność i podatność do przeróbki plastycznej na gorąco, a także odpowiednie dobranie parametrów procesu kucia na gorąco takich jak: proces przygotowania wstępniaka oraz temperatura kucia pozwolą na uzyskanie odkuwek (korpusów wodomierzy oraz korków) o zestawie właściwości odpowiadających dotychczas stosowanym wysokoołowiowym sto-*

*pom armaturowym.*" Tak postawiona teza jest w pełni uzasadniona w kontekście zrealizowanego zakresu badań.

Główny cel pracy zdefiniowano jako *zastąpienie dotychczas stosowanych na elementy armatury wody pitnej, stopów miedzi o wysokiej zawartości ołowiu, nowymi mosiądzami niskoołowowymi spełniającymi wymagania Dyrektywy 2020/2184 [1] i 4MSCCL [32]. Nowe ekologiczne mosiądze muszą charakteryzować się dobrymi własnościami odlewniczymi (lejność), podatnością do kształtowania plastycznego na gorąco oraz dobrymi własnościami użytkowymi (skrawalność i odporność korozyjna).* Cel pracy jest w znacznej mierze użytkowy, ukierunkowany na wdrożenie do warunków przemysłowych, ale również ma elementy poznawcze.

Dla osiągnięcia celu i udowodnienia tezy pracy Doktorantka zrealizowała szeroki zakres badań teoretycznych i doświadczalnych w postaci:

- wykonanie na drodze topienia i odlewania nowych stopów mosiądzów niskoołowowych,
- wykonanie badań materiałowych,
- dobór parametrów procesu wyciskania i kucia,
- określenie plastyczności nowych stopów,
- przeprowadzenie symulacji numerycznych procesu kucia,
- wykonanie odkuwek (korpusy wodomierzy i korków),
- badania skrawalności,
- badania odporności na odcynkowanie.

Całość badań Doktorantka zilustrowała na rysunku 5, co ułatwia analizę otrzymanych wyników. Główne osiągnięcie naukowe Doktorantka opisała w rozdziale 3, w którym to przedstawiła wyniki badań własnych. Badania te podzielono na dwa etapy. W pierwszym w warunkach laboratoryjnych wykonano odlewy trzech nowych stopów mosiądzu o niskiej zawartości ołowiu i różnym

składzie chemicznym, w tym z dodatkiem arsenu (M1-M3) o średnicy 60 mm, które następnie wyciskano na pręty o średnicy 12 mm. Takie wypraski posłużyły do badań plastyczności, strukturalnych, twardości i innych. Natomiast w drugim etapie pracy, w warunkach zbliżonych do przemysłowych, Doktorantka wykonała, po doborze składu chemicznego, przemysłowe odlewy gąsek o średnicy 220 mm, które po obróbce powierzchniowej wyciśnięto na średnice 41,5 mm (po ciągnięciu docelowa średnica wyniosła 40 mm). Pręty o takiej średnicy posłużyły jako wsad do kucia matrycowego wytypowanych elementów w postaci korpusu i korka wodomierzy. Podobnie jak dla prętów o średnicy 12 mm Autorka przeprowadziła szeroki zakres badań strukturalnych, właściwości mechanicznych, twardości, plastyczności i dodatkowo symulacji MES procesu kucia oraz odporności na odcynkowanie i zdolności do obróbki skrawaniem. Kompleksowe badania potwierdziły słuszność postawionej tezy oraz umożliwiły realizację celu pracy.

Do największych osiągnięć mgr inż. Beaty Cwolek zaliczam opracowanie składów chemicznych nowych ekologicznych stopów mosiądźców o zawartości ołowiu poniżej 1,2% dedykowanych na elementy armatury wodnej. Prawidłowy dobór składu chemicznego gwarantujący wysoką plastyczność podczas odkształcania na gorąco, wyjaśnienie mechanizmów odkształcania. Dobór parametrów kucia na gorąco dedykowanych elementów na podstawie prób ściskania gwarantujących uzyskanie odkuwek o założonych parametrach użytkowych. Wykazanie zdolności do obróbki powierzchniowej odkuwek oraz wymaganej odporności na odcynkowanie.

Całość pracy zakończona jest bardzo rozbudowanym podsumowaniem, co prawda Autorka zatytułowała ten rozdział *Podsumowanie i wnioski*, gdzie wnioski zostały wyodrębnione jako dodatkowy rozdział, a wyniki badań zostały przedstawione w obszernej formie opisowej. Podsumowanie i wnioski cechują

się wysokim poziomem merytorycznym, są bardzo cenne zarówno ze względu poznawczego, ale przede wszystkim aplikacyjnego. Tym samym stwierdzam, że przedstawione wyniki badań w istotny sposób poszerzają zakres wiedzy w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

#### Uwagi do pracy:

Praca została przygotowana w miarę starannie. Niestety występują błędy stylistyczne i literowe. Autorka, przy tak ogromnym zakresie badań, nie uniknęła pewnych nieścisłości, a niektóre zagadnienia nie zostały wyjaśnione w sposób wyczerpujący, (uwagi przytoczono w kolejności ich występowania w pracy):

- 1) str. 34: Autorka stwierdza, że o proporcjach udziału fazy alfa i beta' decyduje m.in. obróbka mechaniczna. Proszę o komentarz.
- 2) str. 48: dla stopu referencyjnego oraz nowych stopów M1-M3 stosowano różne parametry obróbki skrawaniem. Proszę o wyjaśnienie jak to mogło wpłynąć na skrawalność i możliwość porównania otrzymanych wyników.
- 3) str. 49, tabela 10: czym było spowodowane obniżenie prędkości wyciskania dla poszczególnych stopów. Czy zamieszczone wartości siły nacisku pochodzą z pomiarów w trakcie wyciskania?
- 4) Na jakiej podstawie zdefiniowano i wprowadzono krzywe plastycznego płynięcia do symulacji MES?
- 5) Autorka stwierdza, że twardość stopów uzyskanych w badaniach laboratoryjnych jest zgodna z wymaganiami normy (tabela 12). Z tabeli tej wynika, że twardość stopu M3 jest poniżej wymagań.
- 6) Uzyskane współczynniki wydłużenia dla procesu wyciskania w warunkach laboratoryjnych i przemysłowych są różne. Dla procesu przemysłowego wydłużenie, a więc i odkształcenie było większe. Dlaczego do warunków laboratoryjnych założono mniejszą wartość wydłużenia. Różne wartości wydłużenia spo-

wodowały, że dla prętów otrzymanych w warunkach przemysłowych właściwości były wyższe.

7) Tabela 18. O ile dla prętów uzyskanych w warunkach laboratoryjnych plastyczność dla stopu M3 była mniejsza w porównaniu do stopów M1 i M2 (Re/Rm), co stwierdza Autorka, to w przypadku wartości uzyskanych w warunkach przemysłowych zapas plastyczności dla prętów ze stopu M3 jest na porównywalnym poziomie do wartości otrzymanych dla prętów ze stopu M1 i M2, a wydłużenie i przewężenie jest nawet większe. Proszę o komentarz.

8) W pracy brakuje rysunków obrazujących krzywe z przebiegami zmian siły i przemieszczenia dla prób ściskania. Wykresy takie ułatwiłyby analizę plastyczności poszczególnych stopów stosowanych do badań bez konieczności prowadzenia prób kucia dla całego zakresu temperatur.

9) Str. 80, rys. 31, jakie naprężenia pokazano na tym rysunku?

10) Do badań doświadczalnych kucia odkuwek zastosowano temperatury, które w testach spęczania okazały się zbyt niskie, następowało pęknięcie odkuwki wykonanej ze stopu M3. Proszę o wyjaśnienie w jakim celu przeprowadzono procesy kucia w niższych temperaturach wyrobów ze stopu M3?

11) Proszę o wyjaśnienie dlaczego do badań odporności na odcynkowanie wybrano wyroby wykonane ze stopu M3, który charakteryzuje się najmniejszą plastycznością, wymaga najwyższej temperatury kucia i dodatkowo w składzie chemicznym zawiera As, a więc jego wdrożenie będzie najmniej opłacalne

Uwagi szczegółowe:

1) s. 13, jest „...z zakończonego życia produktu,” przedmioty niematerialne nie posiadają cech istot żywych tu: „życia”

2) s. 19, jest „... z ograniczenie ograniczenia...”

3) s. 27, jest „... znalezienie surowców podstawowych...”, powinno być „dobór”,

- 4) s. 28, jest „... stosuje się obecnie stosowany...”,
- 5) s. 67, tabela 17, co to są właściwości ekologiczne mosiądzów?
- 6) s. 72, rys. 22 przedstawia wyniki nie tylko dla temperatury 725°C,
- 7) s. 74, rys. 24 nie przedstawia wyników dla temperatury 725°C,
- 8) s. 93, tabela 29, proszę o ponowną analizę średnich wartości twardości, w kilku przypadkach wykazane średnie twardości są poniżej wartości minimalnych.

#### Wnioski końcowe:

Biorąc pod uwagę aktualność doboru tematu, który ma bardzo istotne znaczenie aplikacyjne, ale również społeczne – poprawa zdrowia, właściwą i wartościową tezę rozprawy, która została w pełni udowodniona, a także umiejętności Doktorantki, która wykazała dobre opanowanie warsztatu naukowego oraz wiedzę teoretyczną w dyscyplinie inżynieria materiałowa, m.in. poprzez zastosowanie szerokiego zakresu metod badawczych, co umożliwiło poszerzenie wiedzy w obszarze projektowania składów chemicznych mosiądzów o zmniejszonej zawartości ołowiu oraz wpływu parametrów procesowych na jakość gotowych wyrobów. Ponadto Autorka w podsumowaniu i wnioskach przedstawiła wartościowe sformułowania wynikające z analizy badań doświadczalnych i teoretycznych. Tym samym stwierdzam, że rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie zdefiniowanego problemu naukowego.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana rozprawa spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki określonej w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (z późn.zm.) i wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.