



Wojciech Z. Misiolek
Chair, Dept. of Materials Science & Engineering
Loewy Chair, Materials Forming & Processing
Director, Loewy Institute

Whitaker Laboratory
5 East Packer Avenue
Bethlehem PA 18015-3195 USA

lehigh.edu/loewy
wzm2@lehigh.edu
1-610-758-4252



31 lipca, 2021

RECENZJA

Pracy doktorskiej mgr inż. Macieja Wiśniowskiego pt.: **“Wytwarzanie kompozytowych warstw powierzchniowych na podłożu tytanu GRADE 1 metodą laserowego wtapiania proszków żelazo-niklu i żelazo-chromu”**
opracowana na zlecenie Dziekana Wydziału Mechanicznego Technologicznego
Politechniki Śląskiej w Gliwicach

Zakres rozprawy

Szerokie zastosowanie stopów tytanu i możliwość dalszych ich zastosowań w przypadku poprawienia własności fizycznych technologicznie przygotowanych stopów pozwala na ich dalsze zastosowania i jest motorem recenzowanej pracy. Przedstawiona do recenzji praca doktorska stanowi interesującą analizę inżynierskiej metody modyfikacji powierzchni wybranego stopu tytanu – GRADE 1. Praca zawiera bardzo wnikliwy przegląd literaturowy dotyczący zarówno stopu tytanu jak i technik laserowych i ich technologicznego zastosowania. Ilość pozycji literaturowych jest duża i wynosi 189 pozycji, wśród których obok międzynarodowych prac naukowych i informacji ze stron internetowych jest znaczna ilość patentów (31) z różnych stron świata. Przegląd literatury zawiera pozycje dotyczące metaloznawstwa stopów tytanu, ich obróbki cieplnej oraz analizy metod prowadzących do polepszenia własności powierzchni analizowanego stopu tytanu. W pracy zawarta jest lista ważniejszych projektów badawczych dotyczących stopów tytanu przeprowadzonych w ostatnich latach przez wiodące ośrodki naukowe w Polsce. Przeprowadzony przegląd literatury w naturalny sposób ukierunkowany jest na zaproponowaną tezę, że modyfikacja powierzchni stopu tytanu typu GRADE 1 przy użyciu laserowego stopowania i użyciu proszków Fe-Cr i Fe-Ni prowadzi do podwyższonych własności użytkowych.

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 2.08.2021

nr AC/006 / Zał. 7

RD JM/2020/21

Ocena rozprawy

Technologia obróbki powierzchniowej pozwala na poprawę własności mechanicznych powierzchni podczas zachowania bardziej plastycznych własności rdzenia, co rzutuje na końcowe własności części produkowanych ze stopów tytanu. Próbkę stopu tytanu Grade 1 zostały poddane laserowemu powierzchniowemu wtapianiu proszków Fe-Ni i Fe-Cu przy kontrolowaniu parametrów procesu modyfikacji powierzchni. Użyto dwa rodzaje proszków o różnym składzie chemicznym, których morfologia została przeanalizowana przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego. Przeprowadzono również analizę ilościową składu chemicznego użytych proszków. W badaniach zastosowano dwa różne źródła laserowe (o mocy 2500 W i 4000 W) oraz zróżnicowane warunki eksperymentu, zmieniając moc wiązki laserowej, jej prędkość skanowania oraz ilość proszku użytego do stopowania powierzchniowego. Tak otrzymane próbki materiału zostały poddane wnikliwej analizie składającej się z badań metalograficznych, zastosowania mikroskopii elektronowej [metody badawcze SEM i (S)TEM], pomiarów mikrotwardości, prób odporności na ścieranie oraz ocenie odporności na korozję dla próbek otrzymanych w wyniku eksperymentu oraz próbek referencyjnych. Dokładne dane nt. użytych instrumentów badawczych i szczegółowy opis przeprowadzonych testów badawczych są przedstawione w pracy.

Metalograficzne badania mikrostruktury wykazały tworzenie się nowej warstwy powierzchniowej o typowych własnościach mechanicznych (mikrotwardość) dla materiałów stopowanych laserowo. Dodatkowo badania te pozwoliły na ustalenie geometrii warstwy powierzchniowej jako funkcji parametrów procesu, co zostało przedstawione na Rysunkach od 4.1.1 do 4.1.4. Wyniki analizy metalograficznej są bardzo przekonujące i dobrze łączą parametry procesu takie jak moc wiązki laserowej, szybkości jej przesuwu oraz ilości proszku stopującego na głębokość strefy przetopienia dla obu proszków z powstałą warstwą powierzchniową. Porównanie wartości pomiarów mikrotwardości pomiędzy próbkami referencyjnymi a próbkami otrzymanymi w wyniku eksperymentów wykazało wzrost z poziomu 160 HV do 412 – 715 HV, co jest udokumentowane w Tabeli 4.2.1. Nasuwa się pytanie, jaki jest rozkład pomiarów mikrotwardości w analizowanych obszarach próbek, dla których przeprowadzono również badania analizy mikrostruktury. Rozszerzenie pomiarów mechanicznych i przedstawienie ich w postaci map mikrotwardości z dystrybucją ich wartości od powierzchni do rdzenia próbki byłoby ciekawym połączeniem otrzymanych wyników mechanicznych z wynikami strukturalnymi pochodzącymi z przeprowadzonych badań metalograficznych i za pomocą metod mikroskopii elektronowej jak również metod rentgenowskich. Metody te i ich wyniki są przedyskutowane w dalszej części tej recenzji.

Poznanie składu chemicznego i struktury krystalicznej oraz ich jednorodności w całej warstwie przetopienia jest bardzo pomocne w dalszej analizie poprawionych własności użytkowych takich jak odporność na ścieranie, oporność korozyjna oraz pogłębienie wiedzy o warunkach pęknięcia i w analizie adhezji warstwy powierzchniowej do podłoża próbki. Dodatkowe pytanie dotyczy optymalnej geometrii warstwy powierzchniowej i jej mikrostruktury. Czy optymalna grubość warstwy jest związana z jej konkretnymi własnościami mechanicznymi i jaka jest rola naprężeń wewnętrznych występujących po procesie stopowania laserowego. Zaproponowany przebieg procesu krystalizacji (strony 77-79) jest oparty o obserwacje własne z przeprowadzonych badań laboratoryjnych oraz wyniki literaturowe. Przeprowadzone badania strukturalno-chemiczne przedstawione w postaci zdjęć i wykresów na Rysunkach od 4.1.5 do 4.1.12 potwierdziły obecność tytanu α o strukturze heksagonalnej, tytanu β o strukturze sześcienniej oraz $\alpha + \beta$ z możliwościami kontrolowania przemian fazowych a także obecność azotków tytanu (Ti_xN_y), tlenków tytanu (Ti_xO_y), związków $Ti(Fe,Ni)$ jak i $Ti_2(Fe,Ni)$ podobnie jak oryginalnych proszków Fe-Cr, które nie uległy stopowaniu. Pojawia się tu pytanie na przyszłość, które nie jest kierowane bezpośrednio do Autora pracy, czy nie należałoby przebadać wpływu obecności tlenu i azotu w atmosferze ochronnej na powstanie tlenków i azotków tytanu, które mogą być pożądanymi związkami przy wzmacnianiu własności mechanicznych warstwy powierzchniowej. Przeprowadzona analiza z użyciem transmisyjnej techniki mikroskopii elektronowej (TEM i STEM) pozwoliła na rozpoznanie i bardzo szczegółowe charakteryzowanie występujących faz. Szczegółowe wyniki zostały przedstawione na Rysunkach od 4.1.17 do 4.1.23. Przy analizie przedstawionych wyników strukturalnych nasuwają się następujące pytania:

- Dlaczego próbki P7 i P10 (strona 106) zostały wybrane do badań strukturalnych z zastosowaniem mikroskopii elektronowej (TEM)?
- Jaka jest przewidywana powtarzalność przedstawionych wyników, która jest niezbędna do przyszłego projektowania technologii.


Przeprowadzone badania odporności na ścieranie i odporności na korozję dodatkowo wzbogacają przedstawione wyniki naukowe i są źródłem cennych informacji przy projektowaniu procesów laserowego stopowania powierzchniowego i produkcji elementów ze stopów tytanu. Generalny wzrost odporności na ścieranie w wyniku przeprowadzonych prób został udokumentowany wraz z dyskusją tych przypadków gdzie własności ścierne nie były lepsze niż w próbkach referencyjnych. W większości przypadków laserowe stopowanie proszkami Fe-Cr i Fe-Ni poprawia odporność korozyjną badanego stopu GRADE 1. Obszerne badania korozyjne przedstawiają wyniki zmierzonej gęstości prądu korozyjnego oraz potencjału korozyjnego.

Szczegółowe pytania i uwagi

- Strona 104; Grupa azotków i tlenków tytanu powinna być oznaczona jako Ti_xN_y oraz Ti_xO_y a nie Ti_xN_x oraz Ti_xO_x
- Strona 115; Stwierdzenie o zwiększonej wytrzymałości na rozciąganie fazy Ti- β bez przeprowadzenia próby na rozciąganie jest bardzo ryzykowne, gdyż próba rozciągania i próba twardości mierzą różne własności materiału
- Strona 136; Jaki jest wpływ nierównomiernej dystrybucji tlenków i azotków tytanu na odporność korozyjną?

Wniosek końcowy

Pracę pana mgr inż. Macieja Wiśniowskiego zatytułowaną "Wytwarzanie kompozytowych warstw powierzchniowych na podłożu tytanu GRADE 1 metodą laserowego wtapiania proszków żelazo-niklu i żelazo-chromu" oceniam jako pracę doktorską spełniającą międzynarodowe wymagania stawiane rozprawom doktorskim oraz przez obowiązujące przepisy w Polsce. Praca ta w niczym nie odbiega jakościowo doktoratom recenzowanym przeze mnie w krajach Ameryki Północnej, Europy, Azji i Oceanii. Uwzględniając przedstawione przeze mnie powyższe uwagi stawiam wniosek o dopuszczenie rozprawy do publicznej obrony na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach. Uwzględniając przedstawione w pracy wyniki o wysokich wartościach naukowych, ich potencjalne możliwości do wdrożeń przemysłowych, zachęcam Autora do publikacji wyników prezentowanych w jego pracy w czołowych międzynarodowych czasopismach naukowych i wnioskuję o wyróżnienie rozprawy przedstawionej przez pana mgr inż. Macieja Wiśniowskiego.



Dr. Wojciech Z. Misiolek, FASM
Loewy Professor of Materials Forming and Processing
Chair, Department of Materials Science and Engineering
Director, Loewy Institute