



Lublin, dn. 2023-03-16

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Tomasza Poloczka pt.:

**„Kształtowanie struktury i właściwości użytkowych powłok kompozytowych na osnowie kobaltu
wzmacnianych in situ węglikiem tytanu w procesie napawania laserowego”**

wykonanej pod opieką promotora Pana dr hab. inż. Damiana Janickiego, prof. PŚ

Uwaga formalna

Opinię niniejszą opracowano na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej, na podstawie przesłanego do mnie pisma Przewodniczej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej z dnia 21.02.2023 r.

1. Charakterystyka i ocena formalna rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Tomasza Poloczka przedstawiona została w postaci zwartej opracowania na 142 stronach formatu A4. Struktura opracowania nie odbiega od przyjętych standardów dla tego typu prac i została logicznie podzielona na 8 numerowanych rozdziałów. Pierwszy rozdział (wstęp) został poprzedzony wykazem skrótów i oznaczeń odnoszących się m. in. do stosowanych w pracy metod badawczych oraz opisu próbek. Kolejne rozdziały obejmują kolejno: przegląd literatury (jeden rozdział), badania własne, podsumowanie, wnioski, bibliografię, spis rysunków oraz tabel. Wstęp obejmujący 2 strony, zawiera wprowadzające informacje do problematyki napawania laserowego i zwiększenia odporności erozyjnej powłok Co-Cr-W-C. W rozdziale drugim dokonano przeglądu danych literaturowych związanych z problematyką rozprawy, gdzie scharakteryzowano stopy kobaltu, przedstawiono informację wprowadzające do złożonej problematyki jakim jest erozja cząstkami stałymi ze szczególnym uwzględnieniem Stellitów oraz opisano techniki obróbki laserowej powierzchni materiałów. Rozdział ten kończy się trafnym i właściwym podsumowaniem z przeprowadzonych studiów literaturowych na podstawie, których Autor formuje tezę oraz określa dwa cele poznawcze i cel użyteczny. Szkoda, że w tym miejscu zabrakło zwartych w chociażby w wypunktowanej formie pewnych konkluzji z tego przeglądu. Teza i cele pracy postawione są jasno i w miarę poprawnie. Kolejny rozdział trzeci stanowi część

eksperymentalną, w której Doktorat określa zakres pracy umożliwiających osiągnięcie postawionych celów, charakteryzuje materiały badawcze, opisuje metodykę badawczą oraz analizuje wyniki badań mikrostrukturalnych, twardości i odporności erozyjnej, - kolejno we właściwych podrozdziałach. Cel, zakres tematyczny i metodyka badawcza wskazane w rozprawie doktorskiej są dopasowane do dyscypliny *inżynieria materiałowa*. Rozdział 4 stanowi podsumowanie wyników badań, a część badawcza pracy w rozdziale 5 zakończona jest sformułowaniem 6 wniosków wynikających z przeprowadzonych prac badawczych.

Wykaz cytowanej literatury zawiera 106 pozycji i w ocenie recenzenta jest on wystarczający do poprawnie przeprowadzonej analizy stanu wiedzy w obszarze tematu rozprawy. Głównie jest to literatura zagraniczna o zasięgu międzynarodowym, przy czym blisko 30% pozycji literatury jest nie starsza niż 10 lat, co dodatkowo świadczy, że tematyka badawcza jest aktualna i warta podejmowania dalszych badań w tym zakresie. Zaznaczyć należy przy tym, że zabrakło pozycji autorskich bądź współautorskich Doktoranta, chociaż posiada on dorobek publikacyjny w obszarze inżynierii powierzchni oraz metod spawalniczych. W dalszej części rozprawy, kolejno umieszczono numerowane rozdziały obejmujące - spis rysunków i tabel, co ułatwia analizę treści, a przy tym podnosi jakość opracowania rozprawy. Pracę zamyka streszczenie w języku polskim i angielskim (nie numerowane rozdziały).

Układ pracy jest jasny i przejrzysty. Doktorant w sposób prawidłowy opanował stosowanie zwrotów i opisów technicznych, a terminologia i pojęcia stosowane w pracy są stosowane zasadniczo poprawnie.

Tytuł przedstawionej rozprawy *„Kształtowanie struktury i właściwości użytkowych powłok kompozytowych na osnowie kobaltu wzmacnianych in situ węglikiem tytanu w procesie napawania laserowego”* w pełni koresponduje z treścią zawartą w pracy.

Mimo na ogół bardzo starannej redakcji pracy, Doktorant nie ustrzegł się pewnych niedociągnięć i nieścisłości. Niektóre sformułowania są użyte w pracy niezręcznie lub niewłaściwie, ale nie umniejszają one wartości rozprawy:

- rys. 4 str. 19 – niewłaściwy przypis z literatury. To nie jest podział zużycia z poz. literatury [28];
- str. 43 błąd ortograficzny w legendzie rys. 13 jest „100 posówów” powinno być „100 posuwów”;
- Tabela 6 str. 61 - brak jest podanego źródła literatury przytaczanych właściwości dla stali S235JR
- str. 61 „...osiągając chropowatość na poziomie $R_a=0.5 \mu\text{m}$.” – przy takich sformułowaniach spodziewamy się zakresu, bądź podania odchylenia standardowego. Ponadto oznaczenia parametrów chropowatości powierzchni piszemy bez indeksów dolnych tj.: „ R_a ”;
- str. 70 Autor podaje „pomiarów prowadzono przy obciążeniu 200 g”. Przy podawaniu siły obciążającej w badaniach twardości metali metodą Vickersa stosujemy jednostki siły w tym przypadku 1,961 N lub oznaczenie HV0.2 wg normy PN-EN ISO 6507-1;

- zaobserwowano w pracy zamiennie stosowanie oznaczeń HV0.2 i HV0.3 dla tych samych wyników badań;
- str. 119 jest „...konwencjonalnych technik napawania (TiG, PTA).” – powinno być z dużych liter *TIG - Tungsten Inert Gas*. Poza tym skróty nazwy użyte pierwszy raz w pracy powinny być wyjaśnione;
- Tabela 9 – podano w pracy „Orientacyjny skład chemiczny proszków zastosowanych do napawania” – stąd pytanie co Autor rozumie przez pojęcie orientacyjny - czy podany na podstawie danych literaturowych, czy wyznaczony z analizy przeprowadzonej przez Autora rozprawy?
- str. 68 w tekście oraz str. 73 (rys. 29) i tekst str. 74 – współczynnik udziału metalu podłoża w napoinie podawany jest w pracy zamiennie, raz w postaci „Up” potem bez indeksu dolnego „p” we wzorze nr (2) i również wielokrotnie w Tabeli 13;
- Rys. 45, 46 i 47 - zauważono tzw. „literówki” w oznaczeniu próbek jest „S6TiC” a powinno być „MS6TiC”;
- nieprawidłowa kolejność prezentacji rysunków pracy (patrz rys. 35 i 36 oraz 38 i 39). Jeżeli treść pracy (tj. opis rys.) odnosi się najpierw do rys. 36 to ten rysunek należałoby w pracy umieścić przed rys. 35 (krótko mówiąc zamienić kolejność). Podobne miejsce ma się w przypadku rys. 38 i 39. Najpierw jest na str. 90 opis odwołujący się do rys. 39 (umieszczony na str. 92) a potem na str. 91 przechodzimy do prezentacji i opisu rys.38;
- j. w. nieprawidłowa kolejność prezentacji rys. 48 i 49, przy czym brak tu odwołania się w tekście do mikrostruktury rys. 48.

Mając na uwadze powyższe stwierdzenia, pod względem formalnym praca została opracowana poprawnie, jej struktura odpowiada przyjętym zasadom dla rozpraw doktorskich, a objętość wynika z potrzeby opisu przeprowadzenia obszernego programu badań.

2. Ocena merytoryczna pracy

Erozja stanowi poważny problem eksploatacyjny, którego mechanizm i skutki stanowią przedmiot badań wielu uczonych. Ośrodki przemysłowe stawiają coraz to wyższe wymagania w poszukiwaniu niezawodnych powłok, o wysokiej odporności na zużycie erozyjne w różnych środowiskach eksploatacji. Dane literaturowe wskazują, że zastosowanie procesów napawania laserowego z wykorzystaniem stopów na osnowie kobaltu (szczególnie typu Co-Cr-Mo-W) może przyczynić się do zwiększenia odporności erozyjnej powierzchni roboczych części maszyn. Na skutek wnikliwie przeprowadzonej przez Autora analizy literatury wynika, że zależność pomiędzy odpornością na erozję, składem chemicznym oraz mikrostrukturą stopów kobaltu typu Co-Cr-W-C nie została dotychczas usystematyzowana i ujęta w obszerniejszym (kompleksowym ujęciu) problemu. Literatura pod tym względem jest uboga. Istnieje

niewielka ilość dostępnych danych umożliwiającą korelację pomiędzy poszczególnymi właściwościami i mechanizmami zużycia Stellite'ów. Doktorant odnajduje więc lukę, dotyczącą braku informacji na temat. Stąd wynikała m.in. potrzeba badań podjętych w powyższym obszarze. Przedmiot badań stanowiły powłoki na osnowie kobaltu wytworzone w procesie napawania laserowego wzmocnione cząstkami TiC metodą *in situ*. Tematykę badań uważam za aktualną i istotną nie tylko z naukowego punktu widzenia ale również użytkowego. Uzyskane wyniki badań erozyjnych i opracowanych powłok kompozytowych na osnowie kobaltu mogą stanowić cenną informację dla konstruktorów i technologów przy doborze materiałów, projektowaniu maszyn i instalacji przepływowych. Dlatego też wybór tematyki pracy jest w pełni uzasadniony, a sformułowanie tematu rozprawy poprawne.

Na podstawie analizy stanu wiedzy Autor przyjął następującą tezę:

*„Proces napawania laserowego powłok kompozytowych na osnowie kobaltu wzmocnianych *in situ* wydzieleniami węgla tytanu, poprzez sterowanie składem chemicznym ciekłego metalu jeziora spawalniczego, umożliwia kształtowanie mikrostruktury powłok, w tym udziału wydzieleni faz wzmocniających (zarówno węgla tytanu, jak i węgla chromu) oraz składu fazowego osnowy, a tym samym umożliwia wytworzenia powłok kompozytowych charakteryzujących się wysoką odpornością na zużycie erozyjne”*

oraz sformułował dwa cele poznawcze pracy:

- „• określenie wpływu składu chemicznego stopu Co-Cr-W-C-Ti na udział, wielkość i morfologię fazy wzmocniającej typu TiC, udział eutektycznych węglików chromu oraz skład fazowy materiału osnowy powłok kompozytowych napawanych laserowo proszkowo,*
- określenie mechanizmów zużycia zachodzących podczas oddziaływania cząstek erodenta na powierzchnię napawanych powłok ze stopów Co-Cr-W-C oraz Co-Cr-W-C-Ti”*,

a także cel użytkowy:

- „• opracowanie optymalnych warunków technologicznych napawania laserowego proszkowego powłok kompozytowych na osnowie kobaltu wzmocnianych *in situ* TiC, umożliwiających wydłużenie czasu eksploatacji elementów narażonych na silne zużycie erozyjne.”*

Przedstawione przez Doktoranta cel i tezy uważam za właściwe, sformułowane w miarę jasno i klarownie. Przy czym teza pomimo poprawnego sformułowania, jest rozbudowana i przez to może wydawać się nieco zawiła i można byłoby skrócić jej treść bez utraty zasadności do następującego brzmienia:

*„Proces napawania laserowego powłok kompozytowych na osnowie kobaltu wzmocnianych *in situ* wydzieleniami węgla tytanu, poprzez sterowanie składem chemicznym ciekłego metalu jeziora spawalniczego, umożliwia kształtowanie mikrostruktury i wytworzenie powłok kompozytowych charakteryzujących się wysoką odpornością na zużycie erozyjne”*

Doktorant właściwie zaplanował i zrealizował program badań. Dla osiągnięcia celu i udowodnienia tezy wykorzystał szerokie spektrum metod badawczych obejmujących m. in. nieniszczące badania penetracyjne, mikroskopię świetlną, rentgenowską analizę fazową XRD, mikroskopową analizę TEM i SEM połączone z analizą składu chemicznego EDS, stanowiskowe badania erozyjne, pomiary twardości metodą Vickersa oraz pomiary profilometryczne z wykorzystaniem mikroskopu konfokalnego. Metodologia badań i zrealizowany program jest dobrze opisany i świadczy o szerokiej wiedzy o bardzo dobrym przygotowaniu Autora w obszarze współczesnych metod pomiarowych i planowania eksperymentu.

Wykonane obszerne i kompleksowe badania powierzchni po testach erozyjnych poparte są graficznymi zestawieniami średniej wartości szybkości erozji oraz współczynnika odporności na zużycie przy odmiennych kątach padania erodenta i stanowią bardzo silną stronę tego opracowania na podstawie, których Autor dokonał wnikliwej analizy procesów zniszczenia oraz identyfikacji mechanizmów. Stopień uszkodzenia powierzchni po testach erozyjnych został udokumentowany licznymi dobrej jakości zdjęciami SEM i z mikroskopu konfokalnego, co dodatkowo podwyższa walory edycyjne recenzowanej pracy. Niestety, w rozdziale 3.4.5 poświęconym prezentacji zdjęć makroskopowych powierzchni kraterów zabrakło komentarza w treści pracy odnośnie oceny prezentowanego materiału graficznego.

Całość pracy dopełnia 6 wniosków z przeprowadzonych badań, które dobrze się komponują z postawionymi tezą i celami pracy. Przy czym, w tym miejscu zabrakło konkluzji z badań twardości, a w przytaczanym przeglądzie literatury można spotkać się ze stwierdzeniem, że twardość jest jednym z kluczowych parametrów w przeciwdziałaniu niszczeniu wywołanym erozją cząstkami stałymi.

Podsumowując rozprawa jest oryginalna i ma charakter zarówno poznawczy, ponieważ wnosi nowe elementy do wiedzy o strukturze napawanych laserowo powłok na osnowie kobaltu jak i niewątpliwie aplikacyjny, polegający na opracowaniu parametrów procesu napawania

Do najważniejszych osiągnięć pracy doktorskiej należą (mocne strony pracy):

1. Szczegółowe informacje dotyczące opisu procesu syntezy metodą *in situ* węgliku tytanu w stopach Co-Cr-W-C-Ti, które nie były dotychczas opisane w dostępnej literaturze stanowią nowatorskie osiągnięcie Doktoranta. Ważny aspekt przeprowadzonych badań stanowiło wykazanie, że wolfram rozpuszcza się w sieci krystalicznej węgliku tytanu tworząc węgliki (Ti,W)C. Powyższe wnioski były poparte dogłębną analizą z wykorzystaniem metod TEM wskazując przy tym na gradientowość stężenia wolframu na przekroju węgliku przy równomiernym rozkładzie stężenia tytanu. Dodatkowo w pracy wykazano, że poprzez zmianę składu chemicznego powłok można sterować udziałem poszczególnych faz w mikrostrukturze wnosząc nową unikalną wiedzę dotyczącą stopów na osnowie kobaltu.

2. Doktorant zrealizował szczegółową analizę mechanizmu zachodzącego zużycia erozyjnego cząsteczkami stałymi z wykorzystaniem metod SEM. Wykazał przy tym, że krystalizacja metodą *in situ* węglików tytanu wpływa na polepszenie odporności erozyjnej opisywanej grupy powłok na osnowie kobaltu. Pod tym względem dane literaturowe wskazują, że powłoki kompozytowe wykazują wysoką odporność na zużycie erozyjne przy wysokich kątach padania erodenta, która maleje wraz z jego spadkiem. Z kolei wykonane przez Doktoranta nowatorskie powłoki kompozytowe umożliwiły osiągnięcie wysokiej wartości odporności na zużycie erozyjne cząstkami stałymi niezależnie od kąta padania erodenta, co również stanowi szczególny atut recenzowanej pracy i stanowi wartość dodaną wynikającą ze zrealizowanych badań. Ten kierunek badań może być z powodzeniem rozwijany w dalszych pracach Autora i zespołu pod kierunkiem Promotora rozprawy przy badaniach erozji cząsteczkami stałymi w ciekłym medium czy chociażby erozji kawitacyjnej.
3. Bardzo szeroki i komplementarny zakres badań związanych z oceną czynników tj. struktury składu chemicznego i fazowego oraz właściwości mających wpływ na odporność erozyjną badanych nowatorskich powłok kompozytowych, z wykorzystaniem nowoczesnych technik i metod badawczych takich jak: mikroskopia świetlna, elektronowa mikroskopia skaningowa wraz z dyfrakcją elektronów wstecznie rozproszonych, rentgenowska analiza fazowa, elektronowa mikroskopia transmisyjna oraz mikroskopia konfokalna. Co jest zauważalnym uzupełnieniem i rozszerzeniem aktualnego stanu wiedzy obejmującym modyfikację powłok na osnowie kobaltu.

3. Uwagi, wątpliwości i zapytania

Pomimo bardzo dobrego odbioru pracy oraz wysokiej oceny pod względem merytorycznym podczas zapoznawania się z treścią rozprawy nasunęły mi się pewne pytania i uwagi.

Proszę o ustosunkowanie się do wyszczególnionych poniżej:

1. Autor realizując przegląd literatury określił, że kształt i wielkość ziaren erodenta jest istotnym parametrem podczas testów erozyjnych. Stąd też pytanie czym się kierowano (czym był podyktowany) użyty w testach proszek Al_2O_3 , jaki kształt posiadał użyty w testach erodent, proszę o komentarz czy uwzględniano przy tym wyborze warunków testu środowisko pracy powłok i stosunek twardości cząstek do badanych powierzchni?
2. Wilgotności erodenta może powodować zmiany w intensywności erozji, stąd pytanie czy ten czynnik był uwzględniany w testach erozyjnych, proszę podać jaka była wilgotność użytego erodenta.

3. Przy metodyce dotyczącej analizy XRD brakuje podstawowych informacji z jaką szybkością skanowania ($^{\circ}\text{min}^{-1}$) i z jakim krokiem ($^{\circ}$) realizowano badania. Badania realizowano na powierzchni, czy na przekrojach próbek. Kąt padania wiązki ω wpływa na wielkości pików uzyskiwanych w badaniach XRD. Zastosowanie dużego kąta może być przyczyną nakładania się pików i trudności ze znalezieniem właściwych związków. Stąd moje pytanie, przy jakim kącie padania wiązki przeprowadzono pomiary XRD?
4. Proszę podać czym był uwarunkowany tak dobry udział % wag. wykorzystywanych dodatków (tytanu, grafitu, wolframu) do wytwarzania badanych powłok?
5. W pracy podano, ale nie uzasadniono parametrów stosowanych w stanowiskowych badaniach odporności erozyjnej – proszę o komentarz.
6. Autor podaje, że w strefie między ścięgowej zaobserwowano rozrost wydzieleń dendrytów osnowy, przy czym udział objętościowy węglików nie uległ zmianie, a wpływ na zmiany twardości były nieistotne (rys. 54). Dla próbek M6TiCW w odległościach od powierzchni 0.7-1 mm oraz w przypadku M6 w odległościach od powierzchni 0.6-0.9 mm obserwuje prawdopodobnie zmiany twardości istotnie statystycznie i wydaje się w przypadku tej ostatniej różnice mogą wynosić ok. 9 %. Proszę się o ustosunkowanie do powyższego komentarza.
7. Jak już wcześniej stwierdzono w powyższej recenzji, we wnioskach zabrakło konkluzji z badań twardości, a parametr ten jest jednym z kluczowych w przeciwdziałaniu niszczeniu erozyjnym. Stąd też proszę o komentarz, - jaką zaobserwowano zależność pomiędzy twardością a odpornością na zużycie erozyjne.
8. Na rys. 60-63 przedstawiono zdjęcia analizy powierzchni kraterów po testach erozyjnych wykonane przy użyciu mikroskopu konfokalnego, Niestety w treści pracy Doktorant nie odniósł się do nich w żaden sposób – proszę o komentarz odnośnie tej analizy powierzchni po testach erozyjnych.
9. W celu utylitarnym (str. 59) Autor zakłada „opracowanie optymalnych warunków technologicznych napawania laserowego proszkowego powłok”, - proszę podać jakie przyjęto kryterium optymalizacji.
10. Wyniki opracowanych powłok są dość obiecujące pod względem aplikacji przemysłowych, ale w podsumowaniu zabrakło mi wyznaczenia kierunków przyszłych badań. Jakich trendów badawczych odnośnie modyfikacji i badań powłok typu Co-Cr-W-C w najbliższym czasie można się spodziewać i jakie są perspektywy wykorzystania tych powłok w warunkach przemysłowych?
11. Autor we wnioskach podaje, że opracowane powłoki kompozytowe wzmacniane *in situ* węglikiem tytanu charakteryzują się występowaniem dwóch odmiennych mechanizmów zużycia erozyjnego. Stąd moje pytanie czy te mechanizmy zachodzą równolegle, czy któryś dominuje. Broszę o odpowiedź ze szczególnym uwzględnieniem próbki M6TiCW, gdyż w pracy

porównawcza analiza SEM dla tej powłoki została przeprowadzona przy dwóch różnych powiększeniach tj. 5000x – dla kąta padania erodenta 30° i przy pow. 2000x dla – dla kąta padania erodenta 90°.

12. Jaki jest wpływ kształtu i morfologii badanych węglików w testowanych powłokach na mechanizmy zużycia erozyjnego, - proszę o komentarz.

W tym miejscu chciałbym zaznaczyć, że powyższe pytania oraz uwagi nie umniejszają mojej pozytywnej opinii o recenzowanej pracy doktorskiej Pana mgr inż. Tomasza Poloczka, a praca dotyczy zagadnień związanych z dyscypliną - inżynieria materiałowa.

4. Wniosek końcowy

Moja ogólna ocena pracy jest pozytywna. Pan mgr inż. Tomasz Poloczka w przedłożonej rozprawie doktorskiej zrealizował obszerny i ciekawy program badawczy. Uzyskane wyniki są oryginalne i zawierają elementy nowości. Doktorant wykazał się dużą dojrzałością naukową, samodzielnością w planowaniu i realizacji badań, poprawną analizą i interpretacją ich wyników zmierzającą do rozwiązania problemu naukowego, a także ogólną wiedzą teoretyczną z zakresu realizowanej tematyki pracy. Powyższe cechy pozwoliły na osiągnięcie postawionego celu, sformułowanie wniosków, a w konsekwencji przygotowanie wartościowej rozprawy na bardzo dobrym poziomie merytorycznym.

W mojej ocenie praca zasługuje na wyróżnienie, o co niniejszym wnoszę.

Stwierdzam, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska
Pana mgr inż. Tomasza Poloczka

pt.: *Kształtowanie struktury i właściwości użytkowych powłok kompozytowych na osnowie kobaltu wzmacnianych in situ węglikiem tytanu w procesie napawania laserowego*”

spełnia w pełni wymagania określone w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789), rozporządzeniu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 r w sprawie szczegółowego trybu i warunków przeprowadzania czynności w przewodzie doktorskim, w postępowaniu habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadanie tytułu profesora (Dz.U. z 2018 r. poz. 261), oraz w ustawie z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2018 r poz. 1669 ze zm.). W związku z tym wnoszę o przyjęcie rozprawy mgr inż. Tomasza Poloczka i dopuszczenie jej Autora do publicznej obrony w dyscyplinie *inżynieria materiałowa*.

Marek Helach