dr hab. inż. Mirosław Tupaj, prof. PRz
Wydział Mechaniczno - Technologiczny w Stalowej Woli
POLITECHNIKA RZESZOWSKA im. Ignacego Łukasiewicza

Rzeszów, 15.11.2024 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Tomasza FLORIANA

pt. „**Kształtowanie właściwości warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V za pomocą ultrakrótkich impulsów laserowych”**

promotor: dr hab. Andrzej Grabowski, prof. PŚ,
promotor pomocniczy: dr inż. Jakub Wieczorek

opracowana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej, pismo z dnia 22.10.2024 r. nr RDIMa.512.12.2024 RM

I. Ocena wyboru tematu rozprawy

Stop Ti6Al4V, znany również jako Grade 5, jest najczęściej stosowanym stopem tytanu, charakteryzującym się doskonałym ilorazem wytrzymałości do masy, odpornością na korozję oraz dobrą biokompatybilnością. Jest szeroko wykorzystywany w przemyśle lotniczym, motoryzacyjnym, medycznym oraz energetycznym. Kształtowanie jego warstwy wierzchniej w celu poprawy właściwości mechanicznych i funkcjonalnych ma zatem istotne znaczenie praktyczne. Technologia ultrakrótkich impulsów laserowych (femtosekundowych i pikosekundowych) pozwala na precyzyjną modyfikację warstwy wierzchniej z minimalnym wpływem termicznym na materiał, ułatwiając kształtowanie mikro- i nanostruktur na powierzchni stopu Ti6Al4V, co może prowadzić do poprawy właściwości tribologicznych, adhezyjnych czy biokompatybilnych. W ostatnich latach obserwuje się rosnące zainteresowanie badaniami nad kształtowaniem/modyfikacją warstwy wierzchniej stopów tytanu za pomocą technik laserowych. Wybór tematu przez Autora wpisuje się w ten trend, co podkreśla jego aktualność i znaczenie w kontekście współczesnych badań materiałowych. Chociaż praca koncentruje się na stopie Ti6Al4V, metodologia i wyniki mogą być potencjalnie zastosowane do kształtowania warstwy wierzchniej innych stopów tytanu, co zwiększa wartość naukową i praktyczną rozprawy.

Wybór tematyki rozprawy doktorskiej uważam za aktualny i właściwy, zarówno z perspektywy naukowej, jak i praktycznej. Badania nad kształtowaniem warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V za pomocą ultrakrótkich impulsów laserowych mają

charakter interdyscyplinarny i należy je uznać jako istotne, zarówno z punktu widzenia efektów poznawczych, jak i aplikacyjnych oraz mające potencjał by przyczynić się do rozwoju nowoczesnych technologii materiałowych i znaleźć szerokie zastosowanie w różnych gałęziach przemysłu. Treść i zakres pracy w pełni wpisuje się w dyscyplinę naukową Inżynieria Materiałowa.

II. Ogólna charakterystyka i ocena formalna pracy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska liczy 197 stron, na które składają spis treści, spis najważniejszych pojęć i skrótów używanych w pracy, wprowadzenie, analiza literaturowa poruszająca 8 tematycznie powiązanych z pracą zagadnień, cel pracy i zakres badań, 3 rozdziałów części doświadczalnej, spis literatury oraz streszczenie w języku polskim i angielskim. W pracy zamieszczono 24 tabele, 13 wzorów oraz 132 rysunki. Analiza literaturowa obejmuje 204 pozycje, z których aż 78 ukazało się w ostatniej dekadzie.

Po krótkim rozdziale mającym za zadanie przybliżyć czytelnika z problematyką rozprawy, Autor dokonuje analizy literatury. Pewnym niedociągnięciem jest brak tytułu rozprawy doktorskiej w języku angielskim. W kolejnym rozdziale charakteryzuje właściwości, przemiany fazowe podczas ogrzewania i chłodzenia oraz zastosowanie tytanu i jego stopów. Następnie charakteryzuje lasery stosowane w obróbce warstwy wierzchniej, opisuje oddziaływanie ultrakrótkich impulsów laserowych oraz procesy fizykochemiczne zachodzące w materiałach poddanych ich oddziaływaniu. Z kolei charakteryzuje laserowe metody kształtowania warstwy wierzchniej, koncentrując się na teksturowaniu powierzchni. Rozważania teoretyczne zakończono próbą charakterystyki struktury geometrycznej powierzchni oraz właściwości fizykochemicznych warstwy wierzchniej, głównie stopu Ti6Al4V po obróbce laserowej. Część teoretyczną, przedstawioną na 48 stronach, zakończono sformułowaniem tezy pracy oraz wyspecyfikowaniem zrealizowanych w pracy badań. Przegląd literatury opracowano na podstawie 177 pozycji literaturowych.

W dalszej części pracy obejmującej badania własne przedstawiono materiał do badań, opisano autorskie stanowisko do laserowej modyfikacji warstwy wierzchniej. Następnie przedstawiono metodykę badań składników mikrostruktury z zastosowaniem mikroskopu elektronowego z detektorem EDS oraz EBSD, dyfraktometru rentgenowskiego oraz spektroskopii Ramanowskiej, metodykę badań struktury geometrycznej powierzchni, refleksyjność, metodykę badań tribologicznych oraz odporności korozyjnej w roztworze

Ringera. W rozdziale piątym przedstawiono wyniki badań własnych, które Autor opisał w siedmiu obszernych i bogato ilustrowanych podrozdziałach.

Na wstępie przeprowadzono analizy teoretyczne i wstępne badania doświadczalne celem wyznaczenia progowych wartości gęstości energii impulsów laserowych inicjujących procesy topienia i ablacji stopu tytanu. Następnie przeprowadzono modelowanie rozkładu gęstości energii skumulowanej na powierzchni stopu Ti6Al4V. W oparciu o wyniki analizy teoretycznej oraz przeprowadzonego modelowania opracowano szerokie spektrum materiału badawczego. Z kolei przedstawiono wyniki badań eksperymentalnych wraz z ich analizą, dotyczące kształtowania warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V z zastosowaniem wiązki laserowej o impulsach nano-, piko- oraz femtosekundowych. Rozprawa doktorska została zakończona sformułowaniem 10 wniosków.

Praca napisana jest poprawnie i zrozumiałym językiem a zastosowana terminologia techniczna ogólnie jest poprawna, choć Autor nie ustrzegł się drobnych błędów stylistycznych, edytorskich oraz niezręczności językowych.

Podsumowując, opiniowana rozprawa doktorska spełnia wymagania formalne, zwyczajowo przyjęte dla tego typu prac naukowych.

III. Ocena rozprawy doktorskiej

Przedmiotem dysertacji przedstawionej do recenzji było badanie wpływu impulsowej obróbki laserowej na właściwości warstwy wierzchniej stopu tytanu.

Rozprawa doktorska ma duże znaczenie naukowe w zakresie poznania wpływu wybranych parametrów obróbki laserowej (czas trwania impulsu, gęstość energii impulsu, rozkład gęstości energii na modyfikowanej powierzchni) na właściwości mechaniczne, fizykochemiczne oraz strukturę geometryczną powierzchni warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V.

Prace badawcze miały na celu rozszerzenie wiedzy na temat mechanizmów oddziaływania ultrakrótkich impulsów laserowych z materiałem w procesie kształtowania warstwy wierzchniej ze stopu Ti6Al4V w aspekcie poprawy jego właściwości użytkowych oraz możliwości nadania mu właściwości funkcjonalnych.

Autor dysertacji sformułował tezę pracy:

„Przez dobór parametrów energetyczno kinetycznych wiązki laserowej impulsowej w zakresie od nanosekund do femtosekund działając na powierzchnię stopu Ti6Al4V można wpływać na zmianę mikrostruktury warstwy wierzchniej stopu, której efektem będzie

powstanie na powierzchni warstwy tekstury o rożnym stopniu rozwinięcia, uporządkowania geometrycznego, właściwościach tribologicznych i fizykochemicznych."

Uważam, że teza została sformułowana poprawnie i dobrze wskazuje obszar badawczy do udowodnienia.

Obróbka laserowa polegała na modyfikacji warstwy wierzchniej stopu tytanu, zmieniając czas trwania impulsu, gęstość energii impulsów oraz stopień ich przestrzennego nałożenia się na siebie. Wytworzone tekstury miały kształty geometryczne charakteryzujące się uporządkowaniem przestrzennym, częściowym uporządkowaniem przestrzennym oraz nieuporządkowaniem przestrzennym. W sumie opracowano aż 27 wariantów warstwy wierzchniej - tekstur, gdzie oceniano ich mikrostrukturę, strukturę geometryczną powierzchni, skład fazowy i chemiczny, właściwości optyczne i tribologiczne oraz odporność korozyjną w roztworze Ringera.

Zgadzam się z założeniami Autora, że wyniki pracy przyczynią się do rozwoju technologii obróbki laserowej i umożliwią modyfikację warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V w celu nadania mu właściwości funkcjonalnych, których nie można uzyskać innymi technikami, dedykowanych dla konkretnych zastosowań w przemyśle.

Dla udowodnienia postawionej tezy, realizacji celu pracy oraz założeń, Doktorant zrealizował szeroki zakres eksperymentów i prac badawczych o charakterze interdyscyplinarnym, obejmujących:

1) Zbudowanie stanowiska technologicznego opartego na źródle laserowym nanosekundowym służącym do modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów w próżni jak i atmosferze gazów.
2) Przeprowadzenie analizy teoretycznej i badań doświadczalnych celem wyznaczenia progowych wartości gęstości energii impulsów laserowych inicjujących procesy topienia i ablacji powierzchni stopu Ti6Al4V.
3) Przeprowadzenie modelowania rozkładu gęstości energii skumulowanej na powierzchni stopu Ti6Al4V, w wyniku nakładania się wielu pojedynczych impulsów laserowych, przy różnych gęstościach energii impulsów i stopniu przestrzennego nałożenia ich na siebie.
4) Przeprowadzenie modyfikacji warstwy wierzchniej Ti6Al4V z wytworzeniem na powierzchni stopu tekstur wykonanych wiązką laserową o impulsach nanosekundowych, pikosekundowych i femtosekundowych, o kształtach geometrycznych charakteryzujących się uporządkowaniem przestrzennym, częściowym uporządkowaniem przestrzennym oraz nieuporządkowaniem przestrzennym.

5) Wykonanie badań mikrostrukturalnych zmodfikowanych warstw wierzchnich stopu Ti6Al4V z zastosowaniem mikroskopu elektronowego z detektorem EDS oraz EBSD, dyfraktometru rentgenowskiego oraz spektroskopii Ramanowskiej.
6) Wykonanie badań struktury geometrycznej powierzchni wytworzonych tekstur na powierzchni stopu Ti6Al4V z wykorzystaniem elektronowego mikroskopu skaningowego wraz aplikacją 3D Roughness oraz profilometru optycznego.
7) Wykonanie badań współczynnika odbicia optycznego wytworzonych tekstur z zastosowaniem kuli Ulbrichta.
8) Wykonanie badań tribologicznych wytworzonych tekstur z zastosowaniem Tribometru.
9) Wykonanie badań odporności korozyjnej w roztworze Ringera z zastosowaniem układu pomiarowego składającego się ze sterowanego komputerowo interfejsu elektrochemicznego Solartron 1287 oraz trójelektrodowego ogniwa płaskiego.

Szeroki zakres badań wykonany w pracy doktorskiej świadczy o dobrym rozeznaniu Autora dysertacji w najnowszych trendach badawczych i tematyce dotyczącej impulsowej obróbki laserowej warstwy wierzchniej oraz metodyce ich badań. Analiza otrzymanych wyników badań eksperymentalnych, poprzedzona analizą teoretyczną oraz przeprowadzonym modelowaniem w zakresie gęstości energii impulsów laserowych, pozwoliła Doktorantowi na sformułowanie 10 wniosków. Opracowane wnioski są trafne, wynikają z uzyskanych wyników badań i świadczą o umiejętności Autora do syntezowania.

Do najważniejszych osiągnieć pracy należy uznać:

1) Zbudowanie stanowiska technologicznego opartego na źródle laserowym nanosekundowym służącym do modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów w próżni jak i atmosferze gazów.
2) Wyznaczenie progowych wartości gęstości energii impulsów laserowych inicjujących procesy topienia i ablacji powierzchni stopu Ti6Al4V.
3) Możliwość przewidywania kształtu geometrycznego zmodyfikowanej tekstury w oparciu o wyniki modelowanego rozkładu gęstości energii skumulowanej w wyniku nałożenia się wielu impulsów laserowych na powierzchni stopu.
4) Zbadanie wpływu zmiany parametrów energetyczno-kinetycznych nanosekundowej wiązki laserowej w aspekcie kształtowania warstwy wierzchniej ze stopu tytanu od struktury uporządkowanej poprzez częściowo uporządkowaną aż do nieuporządkowanej o morfologii piany.

5) Wykazanie, że powierzchnia tekstur kształtowanych w atmosferze powietrza składa się z tlenków tytanu oraz stopu Ti6Al4V, a w przypadku kształtowania tekstur w atmosferze azotu, wykazanie obecności azotku tytanu TiN na powierzchni tekstur.
6) Opracowanie tekstury o morfologii piany o wysokim stopniu rozwinięcia powierzchni, charakteryzującej się większą odpornością na zużycie ścierne niż powierzchnia stopu Ti6Al4V w stanie wyjściowym oraz wysoką odpornością korozyjną w roztworze Ringera.
7) Wykazanie możliwości wytwarzania tekstur o wartości współczynnika odbicia optycznego poniżej 3%, co może być wykorzystane jako potencjalny materiał na obudowy rakiet lub samolotów.
8) Opracowanie katalogu tekstur wykonanych wiązką laserową o impulsach nanosekundowych, pikosekundowych i femtosekundowych, o strukturach uporządkowanych, częściowo uporządkowanych oraz nieuporządkowanych, charakteryzujących się szerokim zakresem współczynnika odbicia optycznego i bardzo dużym potencjałem aplikacyjnym.

Sposób realizacji założonego celu pracy, zastosowane metody badawcze oraz sposób realizacji badań eksperymentalnych oceniam pozytywnie. Autor jest bardzo dobrze zorientowany w poruszanej problematyce dotyczącej kształtowania warstwy wierzchniej stopów tytanu z zastosowaniem ultrakrótkich impulsów laserowych. Rozprawa doktorska ma duże znaczenie naukowe w zakresie poznania wpływu wybranych parametrów obróbki laserowej na właściwości mechaniczne, fizykochemiczne oraz strukturę geometryczną powierzchni warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V. Należy również podkreślić, że przedstawiona do recenzji rozprawa mgr. inż. Tomasza Floriana zawiera bardzo ciekawy materiał badawczy o wysokim potencjale aplikacyjnym.

Dokonując podsumowania merytorycznej strony opiniowanej rozprawy stwierdzam, że jej osiągnięciem naukowym jest znaczące rozszerzenie wiedzy na temat mechanizmów oddziaływania ultrakrótkich impulsów laserowych z materiałem w procesie kształtowania warstwy wierzchniej ze stopu Ti6Al4V w aspekcie poprawy jego właściwości użytkowych oraz możliwości nadania mu właściwości funkcjonalnych.

IV. Uwagi szczegółowe i pytania

Powyżej przedstawiono pozytywną ocenę formalną oraz merytoryczną rozprawy doktorskiej. Nie oznacza to jednak, że Doktorant popełnił tylko drobne błędy stylistyczne

i edytorskie. Jak wcześniej wspomniałem, zastosowane słownictwo generalnie odpowiada terminologii stosowanej w rozprawach naukowych. Są jednak niektóre szczegóły oraz treści, które wymagają zwrócenia uwagi, wyjaśnienia, dyskusji.

1. Uwaga do pracy. Autor używa terminów „*badania/własności/właściwości/parametry stereometryczne'* mając na uwadze głównie ocenę chropowatości powierzchni poprzez pomiar parametru amplitudowego powierzchni S_a oraz parametrów amplitudowych profilu R_a oraz R_z. Uważam, że Autor powinien używać terminu „*badania struktury geometrycznej powierzchni*", ponieważ należy mieć na uwadze, że termin "*badania stereometryczne*" odnosi się do analiz trójwymiarowych cech powierzchni, a "*badania struktury geometrycznej powierzchni*" to szersze pojęcie, które obejmuje zarówno analizy dwuwymiarowe (profilometryczne), jak i trójwymiarowe (stereometryczne).
2. Uwaga do pracy. Str. 175. Autor pisze „współczynnik S_a" – powinno być parametr S_a.
3. Uwaga do pracy. Str. 134, podrozdział *5.4.3. Nośność powierzchni wytworzonych tekstur*. oraz str. 173, podrozdział *5.6.6. Nośność powierzchni wytworzonych tekstur przez laser femtosekundowy*. Wyników tych badań w ogóle nie skomentowano.
4. Uwaga do pracy. Str. 146. Autor pisze „*Dla mniejszej drogi tarcia (... drogi tarcia 120 mm)*" – powinno być drogi tarcia 24 mm.
5. Uwaga do pracy. Rys. 5.4.1 na str. 131, rys. 5.4.2 na str. 132, rys. 5.6.14 na str. 172 – załączona skala kolorów do załączonych tekstur ułatwiłaby ich ocenę.
6. Uwaga do pracy. Rysunki 5.3.6 (a), 5.3.7 (a) oraz 5.3.18 (a) przedstawiają dyfraktogramy materiału w stanie wyjściowym i powinny być identyczne. Niestety ten ostatni różni się od dwóch pierwszych. Poza tym dyfraktogramy zostały błędnie opisane zarówno na wykresach, jak i w tekście.
7. Uwaga do pracy. Autor w swojej pracy nie przeprowadził analizy statystycznej, co zwiększyłoby wiarygodność przedstawionych wyników badań oraz podniosło i tak wysoką wartość naukową pracy.
8. Uwaga do pracy. Autor naprzemiennie stosuje słowa „tribologiczny" i „trybologiczny". Obydwa słowa są poprawne z punku widzenia języka polskiego, ale w pracy należało przyjąć i stosować jeden wariant nazewnictwa.
9. Pytanie do Doktoranta. Dlaczego w badaniach struktury geometrycznej oceniano parametry S_a, R_a oraz R_z, a nie np. R_q, R_t lub S_q, S_t? Czym się różni parametr S_a od R_a i dlaczego obydwa parametry stosowano w pracy? Jak duży obszar/odcinek analizowano z zastosowaniem mikroskopu skaningowego a jaki z zastosowaniem profilometru optycznego?

10. Pytanie do Doktoranta. Na stronie 50 Autor pisze: „*Badano dwa rodzaje materiałów, które były wytworzone w różnych procesach obróbki cieplnej, stanowią tylko dwie z wielu możliwych mikrostruktur jakie otrzymuje stop Ti6Al4V, ... Z tego powodu w pracy autor nie ograniczał się tylko do jednego rodzaju mikrostruktury, uznał, że przy mikroobróbce laserowej przedstawione wyniki staną się reprezentatywne dla prowadzenia procesów mikroobróbki laserowej stopów Ti6Al4V oferowanych na rynku przez różnych dostawców*". W pracy nie znalazłem wzmianki dotyczącej stosowania obydwu materiałów wyjściowych wytworzonych z zastosowaniem różnych procesów OC, ani wyników badań lub analiz porównawczych poruszających kwestie zróżnicowanej mikrostruktury stopy wyjściowego. Czy Autor może to wyjaśnić?
11. Pytanie do Doktoranta. Badania tribologiczne, str. 58. W metodyce badań Autor nie podaje materiału kulki, dopiero ze strony 142 pracy, gdzie zamieszczono wyniki badań wiadomo, że była to stal AISI 52100. Jaka była średnica kulki stosowanej w badaniach? Na rysunku 5.5.6 przedstawiono widok śladu wytarcia pary trącej próbka wyjściowa – kulka stalowa. Na powierzchni kulki zaobserwowano ślady obecności tytanu. Czy w trakcie kolejnych badań tribologicznych stosowano jedną kulkę, czy je wymieniano?
12. Pytanie do Doktoranta. Rys. 5.4.1 na str. 131. Tekstury e) i f) przedstawione na rysunku są identyczne i odpowiadają odpowiednio próbkom NS#5 i NS#6. Były one wykonywane z zastosowaniem identycznych parametrów energetyczno - kinetycznych wiązki laserowej. Różnica polegała na zastosowaniu do wytworzenia tekstury NS#6 dodatkowo nadmuchu azotu w postaci gazowej. Również na rysunku 5.2.11 c) Autor pisze o obrazach SEM tekstur NS#5 oraz NS#6, załączając tylko jedną mikrostrukturę. Czy w tym przypadku jest możliwe uzyskanie dwóch identycznych tekstur, nie różniących się szczegółami, nawet jeśli były wykonywane z zastosowaniem jednakowych parametrów wiązki laserowej?
13. Pytanie do Doktoranta. Czy Autor badając mikrostruktury opracowanych tekstur analizował wielkość strefy wpływu ciepła? Czy Autor zaobserwował korelacje wielkości SWC z np. gęstością energii impulsu, czasem jego trwania lub ich ilością, szczególnie tam, gdzie stosowano wyższe wartości gęstości energii impulsu?
14. Pytanie do Doktoranta. Potencjalnym ograniczeniem zastosowania impulsów laserowych może być wprowadzenie do materiału naprężeń resztkowych. Czy Autor takie badania wykonywał i jaka jest jego opinia na ten temat?

V. Wniosek końcowy

Wymienione wyżej uwagi nie obniżają w istotnym stopniu wartości naukowej pracy. Przedstawia ona oryginalne opracowanie zagadnienia mającego znaczenie naukowe i szerokie możliwości aplikacyjne, w której Doktorant wykazał wiedzę z zakresu przedmiotu pracy i umiejętności opracowania metodyki badań, prowadzenia badań eksperymentalnych oraz wykazał się umiejętnością formułowania wniosków w oparciu o uzyskane wyniki. Rozwiązał problem naukowy o ważnym znaczeniu w obszarze oddziaływania ultrakrótkich impulsów laserowych z materiałem w procesie kształtowania warstwy wierzchniej ze stopu Ti6Al4V w aspekcie poprawy jego właściwości użytkowych oraz możliwości nadania mu właściwości funkcjonalnych, osiągając wartościowe i oryginalne wyniki eksperymentalne o wysokim potencjale poznawczym i aplikacyjnym.

Na tej podstawie stwierdzam, że praca doktorska Pana mgr. inż. Tomasza Floriana pt. **„Kształtowanie właściwości warstwy wierzchniej stopu Ti6Al4V za pomocą ultrakrótkich impulsów laserowych" spełnia** wymagania określone w ***ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym***, stawiane rozprawom doktorskim. Biorąc to pod uwagę wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej o dopuszczenie mgr. inż. Tomasza Floriana do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.