Łódź, 2021-06-14

dr hab. inż. Jacek Sawicki, prof. PŁ
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Łódzka
90-924 Łódź
ul.Stefanowskiego1/15

POLITECHNIKA POZNAŃSKA
WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I FIZYKI TECHNICZNEJ
DNIA 17 -06- 2021 DNIA
WPŁYNĘŁO
DF-63/68/2021

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Mateusza KOTKOWIAKA zatytułowanej: „Samosmarujące warstwy stopowane laserowo i materiały spiekane wytwarzane z zastosowaniem fluorków wapnia i baru"

1. PODSTAWA OPRACOWANIA

Podstawę opracowania stanowi pismo Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Technicznej Politechniki Poznańskiej dr hab. Mirosława Szybowicza prof. PP, podyktowane uchwałą Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Poznańskiej z dnia 18 grudnia 2020 r. (RD IM NR 14/2020-2024/2020) i dołączona do niego rozprawa doktorska mgr inż. Mateusza KOTKOWIAKA pt. „Samosmarujące warstwy stopowane laserowo i materiały spiekane wytwarzane z zastosowaniem fluorków wapnia i baru". Promotorem pracy jest prof. dr hab. inż. Michał KULKA, promotorem pomocniczym dr inż. Adam PIASECKI.

2. OGÓLNA CHARAKTERYSTYKA ROZPRAWY

Recenzowana rozprawa napisana została na 145 stronach maszynopisu formatu A4 w języku polskim. Praca składa się w sumie 10 rozdziałów, w tym: 5 rozdziałów przedstawiających stan wiedzy oraz 5 rozdziałów stanowiących zasadniczą część merytoryczną pracy z analizą wyników i wnioskami końcowymi. Poza wymienionymi rozdziałami w pracy zamieszczono wykaz streszczenie oraz bibliografię. Spis literatury zawiera 132 pozycje, w tym

8 pozycji z udziałem Doktoranta. Prace Doktoranta są tematycznie powiązane z problematyką ocenianej rozprawy doktorskiej.

W przeglądzie piśmiennictwa Doktorant we wstępie (1) omawia wykorzystanie lubrykantów stałych jako kluczowych składników past przeciwzatarciowych i warstw powierzchniowych zmniejszających współczynnik tarcia i zużycie współpracujących elementów, m.in. w wysokiej temperaturze i w warunkach wysokich nacisków. W konkluzji wstępu przedstawiona została celowość podjęcia tematyki rozprawy oraz nakreślono obszar prowadzonych badań w ramach dysertacji.

Następnie Autor w kolejnym rozdziale (2) przedstawia wykorzystywane w praktyce inżynierskiej lubrykanty stałe stosowane w różnych temperaturach. Naturalną drogą dalszej analizy teoretycznej (rozdział 3) było omówienie kompozycji technologicznych warstw wierzchnich (TWW) pozwalających wytworzyć samosmarujące powłoki, do pracy w szerokim zakresie temperatury.

W kolejnym rozdziale (4) przedstawiono literaturowe doniesienia na temat warstw samosmarujących oraz materiałów samosmarujących, ze szczególnym uwzględnieniem fluorków wapnia i baru. Autor przedstawił wiele inicjatyw badawczych mających na celu zmniejszenie współczynnika tarcia a tym samym zwiększenia odporności na zużycie przez tarcie w różnych temperaturach pracy. Ocenie poddane zostały charakterystyki tribologiczne w zależności od zastosowanej kompozycji materiał podłoża/powłoka (warstwa) samosmarująca oraz temperatury pracy. Doktorant w ramach podrozdziałów 4.1 i 4.2 odniósł się również do metod wytwarzania warstw oraz materiałów samosmarujących ze szczególnym uwzględnieniem laserowego stopowania/napawania oraz technologii metalurgi proszków.

Ponieważ oba podrozdziały bazują na wspomnianych powyżej środkach samosmarujących (CaF_2 i BaF_2) należałoby je połączyć w jeden adekwatnie do tytułu podrozdziału (4.1) lub zmienić tytuł (4.1) stosowanie do tytułu podrozdziału (4.2) z uwzględnieniem metody wytwarzania.

W rozdziale (4) pojawił się również podrozdział (4.3) opisujący materiału samosmarujące na bazie tworzyw sztucznych, według Recenzenta podrozdział ten, pomimo że pasuje do głównego nurtu rozdziału (4) i poszerza zakres wiedzy czytającego to nie ma nic wspólnego z głównym celem pracy i powinien zostać „włączony" we wcześniejszy rozdział 2 „Lubrykany stałe", gdzie Doktorant opisuje i wymienia materiały na bazie tworzyw sztucznych.

W ostatnim rozdziale (5) przeglądu literatury Doktorant dokonuje podsumowania stanu wiedzy i ujawnia zasadność swoich badań i wstępny zarys celu pracy. Autor pragnąc uzupełnić wiedzę w tym temacie stwierdził brak danych odnośnie zastosowania laserowego stopowania

do wytwarzania samosmarujących TWW jak również brak informacji o samosmarujących materiałach ceramicznych na bazie niklu z dodatkiem fluorku wapnia oraz o właściwościach tribologicznych tych materiałów w temperaturze pokojowej i podwyższonej. Pozwoliło to sformułować cel oraz postawić dwie tezy (rozdział 6), które stanowiły zarazem główne przesłanki do podjęcia badań:

- ***możliwe jest wytworzenie samosmarujących technologicznych warstw wierzchnich metodą stopowania laserowego oraz materiałów samosmarujących metodą metalurgii proszków z zastosowaniem lubrykantów stałych w postaci fluorków wapnia i baru,***
- ***podczas pracy pary ciernej na powierzchni materiału stopowanego laserowo z dodatkiem lubrykantów stałych lub wytworzonego metodą metalurgii proszków zawierającego smary stałe powstaje tribofilm zabezpieczający przed zużyciem powierzchnie współpracujących elementów.***

Realizacja założonego celu i udowodnienia tez pracy prowadzona była bardzo starannie, o czym świadczy przyjęty w pracy zakres badań i wykorzystane metody badawcze przedstawione w rozdziale (7). W kolejnych podrozdziałach Autor bardzo rzetelnie prezentuje cały proces przygotowawczy planowania badań poczynając od scharakteryzowania materiałów do wytwarzania samosmarujących warstw powierzchniowych oraz materiałów spiekanych, ustalenia zakresu parametrów dla warunków wytwarzania warstw stopowanych laserowo i materiałów spiekanych z wykorzystaniem metody metalurgii proszków. Kończąc opisem wykorzystanych metod i urządzeń badawczych, które pozwoliły określić i zaprezentować właściwości technologicznych warstw wierzchnich, mechanizmy zużywania oraz analizy śladów zużycia po przeprowadzonych biegach tribologicznych. Doktorant kompetentnie dobrał metody i techniki badań powierzchni wykorzystywane w inżynierii materiałowej, co pozwoliło, w rozdziale 8 na scharakteryzowanie TWW oraz wielokryterialną analizę po testach tribologicznych dzięki której opisał mechanizm powstawania tribofilmu w analizowanych samosmarujących warstw powierzchniowych oraz samosmarujących materiałów spiekanych,

Doktorant w oparciu o uzyskane rezultaty badań przeprowadził w rozdziale (9) wyczerpującą dyskusję wyników, omówił wpływ parametrów obróbki laserowej oraz metalurgii proszków na grubość, twardość mikrostrukturę oraz odporność na zużycie przez tarcie wytworzonych warstw samosmarujących oraz samosmarujących materiałów spiekanych. Dokonał także oceny wpływu zastosowanych lubrykantów stałych oraz temperatury otoczenia na właściwości tribologiczne warstw powierzchniowych oraz materiałów spiekanych.

Pracę kończy rozdział (10), w którym w oparciu o uzyskane wyniki badań Doktorant sformułował wnioski, będące podsumowaniem zrealizowanego celu pracy oraz potwierdzeniem założonych tez pracy.

3. OCENA POZIOMU NAUKOWEGO I OSIĄGNIĘĆ ROZPRAWY

Recenzowana praca doktorska rozwiązuje wybrane problemy dotyczące projektowania materiałów tribologicznych charakteryzujących się m.in. doskonałą stabilnością w ekstremalnych warunkach, takich jak wysoka temperatura.

Tematyka badań jest bardzo aktualna i interesująca od strony badawczej i aplikacyjnej, w szczególności, że pomimo istnienia wielu metod modyfikacji materiałów, w celu poprawy ich właściwości tribologicznych tj. zwiększenia odporności na zużycie przez tarcie w pokojowej i podwyższonej temperaturze, to nie wszystkie zostały jeszcze zastosowane do wytworzenia samosmarujących technologicznych warstw wierzchnich. Skutkuje to tym, że należy dobrać odpowiednie wartości parametrów technologicznych oraz odpowiednio dobrać lubrykant/ty, tworząc powłoki lub materiały hybrydowe, do warunków pracy elementu.

Dysertacja ta jest też odpowiedzią na zapotrzebowanie technologów, którzy od wielu lat dążą do ograniczenia zużycia materiałów i obniżenia start spowodowanych procesem tarcia. Ma to szczególne znaczenie w wielu dziedzinach przemysłu, gdzie utrzymanie odpowiednich warunków współpracy różnych par kinematycznych, a w szczególności zachowania w szerokim zakresie temperatur właściwości smarnych w ich połączeniach jest niezbędnym parametrem TWW. Wyniki recenzowanej dysertacji wnoszą nowe elementy do wiedzy w tym zakresie.

Do oryginalnych i wartościowych osiągnięć Doktoranta, z naukowego punktu widzenia, zaliczam:

- wytworzenie warstw samosmarujących TWW o zwartej mikrostrukturze po procesie stopowania laserowego na stali 100CrMnSi6-4 oraz stopu Inconel 600;
- wytworzenie materiałów spiekanych na bazie niklu i fluorku wapnia przy pomocy metalurgii proszków;
- wykazanie, zwiększenia odporności na zużycie przez tarcie warstw stopowanych borem i lubrykantami stałymi w porównaniu do warstw stopowanych wyłącznie borem, co było spowodowane powstawaniem na współpracujących powierzchniach tribofilmu o zróżnicowanej grubości;

- wykazanie, że ze zwiększeniem temperatury badania odporności na zużycie przez tarcie wartości współczynnika tarcia, zarówno dla materiału spiekanego z dodatkiem CaF_2, jak i spiekanego czystego niklu zmniejszały się, przy czym spadek ten był największy dla materiałów samosmarujących;
- wykazanie, że podczas pracy pary trącej na powierzchni materiałów samosmarujących, zawierających lubrykant stały, powstawał tribofilm zabezpieczający przed zużyciem powierzchnie współpracujących elementów. Obecność tribofilmu skutkowała zmniejszeniem współczynnika tarcia oraz szybkości zużycia pary trącej.

W przedstawionej do oceny rozprawie doktorskiej mgr inż. Mateusza Kotkowiaka, doktorant podjął się rozwiązania postawionych tez, wykorzystując do tego celu szereg metod analitycznych tj. mikroskopie optyczną, skaningową mikroskopie elektronową, mikroskopie konfokalną, mikroanalizę rentgenowską EDS, dyfraktometr rentgenowski, spektroskopie Ramana co w pełni potwierdziło umiejętność doboru technik badawczych i projektowania badań eksperymentalnych, które były logiczne i uporządkowane.

Autor posiada umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej, układ jego dysertacji jest logiczny, poprawny i czytelny, a zawarte w pracy badania naukowe są jak najbardziej celowe i ważne zarówno ze względów poznawczych jak i z punktu widzenia możliwości ewentualnych zastosowań dla innych rodzajów lubrykantów stałych.

Recenzowana rozprawa doktorska stanowi wkład Autora w rozwój inżynierii materiałowej w zakresie materiałów tribologicznych w tym samosmarujących warstw z zastosowaniem fluorków wapnia i baru.

4. USTERKI EDYCYJNE I JĘZYKOWE, PYTANIA MERYTORYCZNE I DYSKUSYJNE

Pod względem językowym praca nie budzi moich zastrzeżeń. Występują jednak drobne błędy i niezręczności językowe, które zaznaczyłem w przedstawionym do recenzji egzemplarzu pracy. Przy pozytywnej ocenie przedstawionej do oceny rozprawy chciałbym zwrócić uwagę na kilka szczegółów:

1) Na rysunku 3.1 (str.20) w przykładzie b) jak i w tekście brakuje odniesienia/opisu struktury warstwowej (A/B/C) w kontekście powłoki hybrydowej.
2) W tablicach 7.4 (str.43) oraz 7.5 (str.45) przedstawiono parametry mocy wiązki oraz stosunku masowego $B:CaF_2$, $B:BaF_2$; $Ni:CaF_2$, proszę wyjaśnić dlaczego nie wykonano

próbki z materiału 100CrMnSi6–4 i pasty o grubości 100 [μm] z 100% boru przy mocy wiązki 1,43 [kW] w celu porównania do innych próbek wykonanych przy tej samej mocy jak to ma miejsce w przypadku Inconelu 600?.

3) W przedstawionych mikrostrukturach warstwy stopowanej laserowo (rys. 8.4; 8.5; 8.6; 8.7) Autor wymienia austenit szczątkowy – proszę wyjaśnić, dlaczego nie wyznaczono udziału % tego składnika struktury? w kontekście *cyt. str.59 „... obserwowano w strefie 2a znacznie większy udział martenzytu z austenitem szczątkowym ..." cyt. str.61 „... Dodatkowo w strefie tej zaobserwowano dużą ilość austenitu szczątkowego...".*
4) W przedstawionych mikrostrukturach warstwy stopowanej laserowo (rys. 8.4; 8.5; 8.6; 8.7) Autor wymienia również bainit i sorbit lub perlit i sorbit – proszę wyjaśnić w jakiej podstawie stwierdzono, że uzyskano strukturę sorbitu? i jak była struktura materiału podłoża?.
5) Jak była chropowatość warstwy powierzchniowej po stopowaniu i czy przed testami tribologicznymi poddano ją szlifowaniu?.
6) Na str.60 Autor pisze *cyt. „.... Ruchy konwekcyjne w stopionym jeziorku były głównym czynnikiem wpływającym na geometrię jeziorka.."* – proszę wyjaśnić pojęcie geometrii jeziorka i czy na pewno ruchy konwekcyjne ukształtowany tę geometrię?,
7) Na str.62 Autor pisze *cyt. „...Strefa ta charakteryzowała się większą grubością w porównaniu do tej uzyskanej w wyniku stopowania tylko borem. Mogło to być spowodowane przez szybszy transfer ciepła do materiału stopowanego oraz przez większą szybkość chłodzenia ze względu niższą temperaturę topnienia CaF_2 w porównaniu do boru...",* – proszę wyjaśnić kontekst wpływu temperatury topnienia CaF_2 przy zastosowaniu jednakowej mocy wiązki dla obu próbek.
8) Dlaczego dopiero w rozdziale 8.1.2 na str.77 wprowadzono określenia „warstw laserowo borowanej z dodatkiem CaF_2 (lub BaF_2)" w kontekście warstw stopowanych laserowo borem i CaF_2 (lub BaF_2) opisanych wcześniej.
9) Na str.79 i 81 Autor pisze *cyt. „... Taki profil twardości wpływał korzystnie na powiązanie warstwy powierzchniowej z materiałem podłoża, jak również mógł skutkować korzystniejszym rozkładem naprężeń wewnętrznych pomiędzy warstwą a podłożem. ...", cyt. „...Stosunkowo mały gradient twardości w strefie wpływu ciepła mógł skutkować dobrym powiązaniem warstwy powierzchniowej z podłożem, jak również korzystnym rozkładem naprężeń między warstwą samosmarującą a materiałem podłoża. ..."*– proszę wyjaśnić co według Autora oznacza korzystniejszy rozkład naprężeń wewnętrznych i dlaczego nie przeprowadzono badań naprężeń własnych?

10) Na str.83 *cyt. „...Względny ubytek masy Δm/mi dla próbki laserowo borowanej bez CaF2 (0,00076) był ponad 50% większy w porównaniu do próbki laserowo borowanej zawierającej ten lubrykant (0,00049). ...”* – powinno być 35%.

11) Proszę wyjaśnić zasadność i cel porównywania wyników badań własnych do badań laserowo borowanej i ulepszanej cieplnie stali 41Cr4 z pracy [110] (str.83 i 85)?.

12) Na rys. 8.34 b) (str.89) brakuje wyników dla próbki laserowo borowanej stali 100CrMnSi6–4.

13) Na str.131 Autor przedstawia wniosek *cyt. „... Wszystkie wytworzone przy pomocy metalurgii proszków materiały spiekane charakteryzowały się małą porowatością, ...”*, – proszę wyjaśnić sformułowany wniosek w kontekście przedstawionego opisu badań na str.97 *cyt. „... Spiek czystego Ni (Rys. 8.41a) [123] charakteryzował się małą porowatością, która była na poziomie około 2%. Natomiast w przypadku spiekanych kompozytów Ni-10%CaF_2 (Rys. 8.41b) i Ni-20%CaF_2 (Rys. 8.41c) [123] trudno było określić ich porowatość ze względu na obecność cząstek fluorku wapnia CaF_2. Niemożliwe było odróżnienie porów od małych cząstek fluorku wapnia CaF_2. ...”*.

5. PODSUMOWANIE I KONKLUZJA

Na podstawie powyższej opinii pragnę podkreślić oryginalność tematu i trafność doboru odpowiedniej metodyki badań dla założonego celu pracy. Stwierdzam, że mgr inż. Mateusz Kotkowiak wykazał się wiedzą umożliwiającą prowadzenie samodzielnych badań naukowych oraz umiejętnością ich analizy i interpretacji. Pragnę również podkreślić wartości poznawcze opiniowanej dysertacji, a przede wszystkim jej utylitarny wymiar, który jest propozycją ograniczenia zużycia przez tarcie materiałów.

Podsumowując stwierdzam, że opiniowana rozprawa doktorska mgr inż. Mateusza Kotkowiaka pt. „Samosmarujące warstwy stopowane laserowo i materiały spiekane wytwarzane z zastosowaniem fluorków wapnia i baru”, spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim przez ustawę „O stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” (Dz. U. Nr 65, poz. 595, z dnia 14 marca 2003 roku z późniejszymi zmianami) i wnioskuję o dopuszczenie do jej publicznej obrony.

Z poważaniem