



Prof. dr hab. inż. Łukasz Kaczmarek
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Łódzka

Łódź, 11.02.2024r.

RECENZJA

**Rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Trelka-Druzic
pt. „Mikrostruktura i właściwości powłok kompozytowych (Cr_3C_2 -Ni20Cr)-(Ni-grafit) natryskanych zimnym gazem i modyfikowanych cieplnie”**

Promotor rozprawy: dr hab. inż. Anna Góral, prof. PAN

Promotor pomocniczy: dr inż. Łukasz Maj

Niniejsza recenzja została opracowana na podstawie uchwały z dnia 16 listopada 2023 r. Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie.

1. Przedmiot recenzji, informacje ogólne

Przedmiotem niniejszej recenzji jest rozprawa doktorska Pani mgr inż. Anny Trelka-Druzic dotycząca wytwarzania powłok hybrydowych (Cr_3C_2 -Ni20Cr)-(Ni-grafit) natryskanych zimnym gazem i modyfikowanych cieplnie pod kątem optymalizacji ich właściwości fizykochemicznych.

Zakres merytoryczny pracy dotyczy aktualnej tematyki badawczej związanej z kształtowaniem właściwości powierzchni materiałów stosowanych w budowie części maszyn i urządzeń narażonych na zużycie tribologiczne oraz przenoszące



Politechnika Łódzka

Inżynierii Materiałowej



obciążenia w styku skoncentrowanym. Problem z koniecznością wydłużenia pracy i niezawodności elementów części urządzeń mechanicznych stanowi ogromne wyzwanie na przestrzeni ostatniego wieku. Wyzwanie to nabrało szczególnego znaczenia w obliczu światowego kryzysu wynikającego z konieczności opracowywania substytutów materiałów opartych na pierwiastkach strategicznych. Fakt ten wymusił poszukiwania nowych rozwiązań technologicznych umożliwiających tworzenie materiałów hybrydowych na drodze wiązania różnych metod i technik ich opracowywania. Z tego względu recenzowana praca wychodzi temu naprzeciw, co znajduje potwierdzenie w prowadzonych badaniach przez czołowe ośrodki na świecie, w tym:

- Department of Engineering "Enzo Ferrari", University of Modena and Reggio Emilia, Via Pietro Vivarelli 10/1, 41125 Modena, MO, Italy, zespół prof. Alessia Bruera, Surface and Coatings Technology, Volume 466, 15 August 2023, 129651,
- Institute of Materials Technology, Helmut-Schmidt-University/University of the Federal Armed Forces Hamburg, 22043 Hamburg, Germany, zespół prof. Kerstin Raffaella Ernst, Surface and Coatings Technology, Volume 473, 25 November 2023, 129970,
- Institute of Materials Research and Engineering (IMRE), Agency for Science, Technology and Research (A*STAR), #08-03, 2 Fusionopolis Way, Innovis, 138634, Republic of Singapore, zespół prof. Debbie Hwee Leng Seng, Surface and Coatings Technology, Volume 466, 15 August 2023, 129623.

Technologia ta z dużym powodzeniem stosowana jest od wielu lat w przemyśle. Obróbkę powierzchniową stopów metali poprzez natrysk funkcjonalnych powłok zimnym gazem z następczą ich modyfikacją cieplną, w swojej ofercie posiadają m.in. takie międzynarodowe firmy jak: Impact Innovations GmbH z siedzibą w Niemczech; AGC Demonstration & Research Centre Lauenförde (DE) Niemcy czy Höganäs AB, Höganäs, Szwecja. Firmy te realizują szereg projektów dla energetyki, przemysłu motoryzacyjnego, lotniczego również w kontekście elementów wytwarzanych metodami przyrostowymi po etapie postprocesingu. Zgodnie z raportem „Cold Spray Technology Market Size, Share & Trends Analysis Report By



Politechnika Łódzka

Instytut Inżynierii Materiałowej



Material (Nickel, Copper, Aluminum, Titanium), By Service (Cold Spray Additive Manufacturing), By End-use, By Region, And Segment Forecasts, 2023 – 2030' wartość rynku technologii nakładania powłok metodą natryskiwania zimnym gazem, w przeciągu najbliższych 6 lat ma się podwoić osiągając 1,5 miliarda dolarów.

Z tego względu recenzowana praca doktorska w sposób wyraźny porządkuje badania w obszarze wytwarzania powłok funkcjonalnych, w jej odmianie ($\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}_{20}\text{Cr}$)-(Ni-grafit) natryskanych zimnym gazem i modyfikowanych cieplnie.

Pracę zrealizowano w ramach projektu badawczego nr 2017/25/B/ST8/02228 finansowanego ze środków Narodowego Centrum Nauki.

Doktorat napisany został w układzie klasycznym. Wyróżnić można: wstęp, przeglądu aktualnego stanu wiedzy uwzględniający: charakterystykę powłok kompozytowych wraz z metodami osadzania powłok cermetalowych, a także mechanizmy ich tworzenia. W drugiej części analizy stanu wiedzy doktorantka skupiła się na opisie metod modyfikacji wytworzonych powłok ze szczególnym uwzględnieniem ich laserowego przetapiania.

Dla tak skonstruowanego przeglądu literatury (33 stron) sformułowano cel oraz tezę pracy pt. *„Powłoki kompozytowe ($\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}_{20}\text{Cr}$)-(Ni-grafit) natryskanych zimnym gazem i poddane przetapianiu laserowemu oraz wygrzewaniu posiadają drobnoziarnistą strukturę i skład fazowy powodujące wysokie właściwości mechaniczne i tribologiczne, które determinują ich zastosowanie”*

Wyniki badań i ich dyskusję przedstawiono w tradycyjnym układzie opisując w pierwszej kolejności zastosowane materiały i ich przygotowanie, techniki badawcze, w ramach których wykorzystano szerokie ich spektrum w tym m.in. metody rentgenowskie do oceny budowy fazowej wytworzonych powłok, Mikroskopię SEM, TEM, a także badania adhezji i tribologii oraz trójpunktowe zginanie przy stałej prędkości oraz z zastosowaniem obciążenia cyklicznego.



Praca liczy 130 strony, przytoczono 126 pozycje literaturowe, w ujęciu całościowym dogłębnie opisujące stan wiedzy z uwzględnieniem trendów i właściwości przedmiotowych technik osadzania i modyfikacji powłok kompozytowych.

Uwagi i komentarze:

1. Zabrakło wyraźnego, krytycznego podsumowania literatury z wyraźnym wskazaniem problemów technologicznych czy interpretacyjnych występujących zjawisk itd., na bazie których określono cel i tezę pracy.
2. Zabrakło wskazania danego elementu, co do którego stawiane są konkretne wymagania fizykochemiczne i na podstawie tego wytypowano daną powłokę oraz przeprowadzono stosowne (niezbędne) badania, szczególnie mechaniczne weryfikujące jego zastosowanie.
3. Praca przygotowana jest niezwykle starannie pod względem merytorycznym i edycyjnym, co należy wyraźnie podkreślić. Natomiast zdarzają się incydentalnie nietechniczne określenia m.in. stosowanie słowa „interfejsu” czy cyt. „...zapewnia odporność ... elektryczną” str. 12.

2. Ocena merytoryczna oraz uwagi szczegółowe

Przedłożona do oceny praca charakteryzuje się zwartą i logiczną strukturą. Przeprowadzona przez doktorantkę część badawcza została zobrazowana schematem zamieszczonym na str. 47. Rys. IV.8., co wyraźnie ułatwia analizę prowadzonych prac technologicznych i ich weryfikacji.

Poniżej wyłuszczyłem przykładowe zagadnienia, co do których proszę o ustosunkowanie się Doktorantki.

1. W rozdziale I. 2.1.. str. 18 Doktorantka pisze, że cyt. „*Niska temperatura procesu natryskiwania zimnym gazem kompensowana jest stosowaniem wysokich prędkości, które umożliwiają osadzanie materiałów proszkowych w wyniku ich silnego odkształcenia, w zależności od charakterystyki użytego materiału wsadowego*”. W takim przypadku proszę omówić, co z generowanymi naprężeniami? Jak mogą wpływać na późniejszą pracę



- danych elementów? Czy wartość naprężeń i zastosowana obróbka cieplna może mieć wpływ na wynikową strukturę powłoki?
2. W rozdziale IV. 4.5.1. str. 44 Doktorantka pisze, że cyt. „*Badanie polegało na tarcia powłoki przez przeciwpróbkę w postaci gumowego koła ... i jednoczesnym podawaniu bezpośrednio do strefy tarcia luźnego ścierniwa w postaci Al_2O_3 o wielkości $250 \mu m$.*” Z czego wynika dobór takiej pary trącej? Czy jest to podyktowane perspektywicznym zastosowaniem opracowanej powłoki? Jeśli tak proszę podać przykład elementu pracującego właśnie w takim skojarzeniu ciernym. Podobne pytanie odnosi się do zastosowania Si_3N_4 w badaniu tarcia opisanym w rozdziale IV.4.5.2. str. 45.
 3. Przetapiane warstwy wierzchniej generuje specyficzną jej teksturyzację czy w związku z tym finalny element powinien zostać poddany np. obróbce ubytkowej?
 4. Czy w przypadku osadzania powłoki na stopie Al 7075 obserwowana była implantacja cząstek proszku w obrabianym podłożu (str. 56)? Jeśli tak jaki to może mieć wpływ na dalszą pracę elementu obrobionego w ten sposób? Szczególnie w przypadku pracy w zmiennym polu naprężeń?
 5. Interesującym zjawiskiem było zidentyfikowanie odmiennego mechanizmu inicjacji wzrostu powłoki na dwóch różnych podłożach Al7075 oraz stali 1H18N9T. Rozdział V.2.2.3 str. 59 cyt. „... w strefie interfejsu powłoki natryskanej na podłożu Al 7075 obecna była zarówno osnowa metalowa, jak i fragmenty cząstek ceramicznych wbitych w podłożę, natomiast w przypadku powłoki osadzonej na podłożu stalowym łączenie z podłożem następowało głównie poprzez cząstki metalowe, chociaż drobne węgliki przy podłożu były również widoczne”. Z czego wynikają zidentyfikowane różnice dla dwóch zastosowanych podłoży?
 6. W rozdziale V.2.4.3 cyt. „...odporność na zużycie zmęczeniowe przeprowadzono badania trójpunktowego zginania z użyciem cyklicznego obciążania. Badania wykonano w temperaturach $25^\circ C$ oraz $200^\circ C$ dla obydwóch typów układów.”. Czy zaobserwowano zmiany strukturalne w samym podłożu stopu aluminium? W tym zakresie temperatur i czasu może



dochodzić dalszych procesów wydzieleniowych, koagulacji wydzieleni a nawet do przestarzenia.

Powyższe uwagi nie umniejszają użyteczności uzyskanych wyników badań. Stanowią uszczegółwienie przeprowadzonych analiz, a także ich rozwinięcie. Praca jest niezwykle ciekawa zarówno od strony poznawczej jak i aplikacyjnej wyraźnie porządkując interpretację mechanizmów tworzenia się warstw czy powłok po procesach natryskiwania zimnym gazem i następczych obróbkach cieplnych.

W pracy doktorskiej wyróżnić należy osiągnięcia naukowe dotyczące:

1. wytworzenia nowych powłok cermetalowych na bazie $(Cr_3C_2-Ni_{20}Cr)$ -(Ni-grafit) zawierających smar stały w postaci grafitu o wysokiej dyspersji w osnowie powłoki.
2. określenie mechanizmu konstituowania osadzonej powłoki w procesie jej przetapiania laserowego i towarzyszącym zmianom mikrostruktury oraz tworzenia nowych faz Cr_7C_3 oraz Cr_2O_3 w powiązaniu ze zjawiskami ich zużycia.
3. określenie mechanizmu konstituowania osadzonej powłoki w procesie obróbki cieplnej, w wyniku której zidentyfikowano zmiany mikrostruktury oraz tworzenie nowych faz: Cr_7C_3 , Cr_2O_3 , NiO, ora $NiCr_2O_4$ w powiązaniu ze zjawiskami ich zużycia.

Ponadto uważam, że przedłożony do oceny doktorat wyróżnia się ponadprzeciętną wartością naukową i stanowi szczególne źródło dalszych perspektyw badawczych.



Politechnika Łódzka

Instytut Inżynierii Materiałowej



3. Wnioski końcowe

W recenzowanej pracy doktorskiej, w celu udowodnienia postawionej tezy wykorzystano bardzo szeroki wachlarz nowoczesnych metod i technik badawczych. Na uwagę zasługują badania z wykorzystaniem Transmisyjnej Mikroskopii Elektronowej oraz bardzo szczegółowa interpretacja uzyskanych wyników.

Doktorantka wykazała się ponadprzeciętną znajomością metod badawczych i analizą uzyskanych wyników badań. Uzyskane wyniki stanowią istotny wkład w rozwój inżynierii materiałowej szczególnie w zakresie wytwarzania powłok kompozytowych metodą natrysku zimnym gazem i poprawy ich funkcjonalności poprzez zastosowanie obróbki laserowej czy obróbki cieplnej. Rozwinięcie mechanizmów wzrostu powłok w zależności od morfologii podłoża, a także opisanie na podstawie tego mechanizmów transformacji faz i ich kontroli stanowiąc może silny punkt do opracowania habilitacji.

Na podstawie powyższego stwierdzam, że mgr inż. Anna Trelka-Druzic spełnia warunki określone w ustawie z dnia 20 lipca 2018r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2023 r. poz. 742 z późn. zm.), co uzasadnia dopuszczenie Pani magister inżynier Anna Trelka-Druzic do dalszych etapów postępowania w przewodzie doktorskim.

Jednocześnie biorąc pod uwagę wysoki poziom naukowy recenzowanej pracy, nienaganny poziom edycyjny oraz dorobek naukowy w tym zakresie, wnioskuję o wyróżnienie pracy doktorskiej.

Z poważaniem

Prof. dr hab. inż. Łukasz Kaczmarek