Radom, 06.07.2023

Prof. dr hab. inż. Jerzy Smolik
Łukasiewicz – Instytut Technologii Eksploatacji
26-600 Radom, Pułaskiego 6/10

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Tomasza Chrostka
pt. „Właściwości termofizyczne wielofazowej struktury powłoki FeAl (DGS) z udziałem ceramiki tlenkowej i jej wpływ na zużywanie ścierne w warunkach tarcia suchego”

Recenzja dotyczy rozprawy doktorskiej mgr inż. Tomasza Chrostka pt. „*Właściwości termofizyczne wielofazowej struktury powłoki FeAl (DGS) z udziałem ceramiki tlenkowej i jej wpływ na zużywanie ścierne w warunkach tarcia suchego*”, przygotowanej pod opieką merytoryczną promotora dr hab. inż. Cezarego Sendrowskiego, prof. PW oraz promotora pomocniczego dr inż. Krzysztofa Karczewskiego. Podstawą formalną wykonania recenzji było pismo Dziekana Wydziału Nauk Technicznych Uniwersytetu Warmińsko-Mazurskiego w Olsztynie, z dnia 31.05.2023 roku.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska ma charakter interdyscyplinarny i w mojej ocenie mieści się w obszarach dwóch dyscyplin naukowych, tj. inżynierii mechanicznej i inżynierii materiałowej. W zakresie zagadnień dotyczących inżynierii mechanicznej Doktorant skoncentrował się na kształtowaniu właściwości eksploatacyjnych elementów maszyn, w tym głównie odporności na zużycie ścierne, z uwzględnieniem nowoczesnych opracowań materiałowych warstwy wierzchniej. W zakresie zagadnień inżynierii materiałowej Doktorant skoncentrował się natomiast na projektowaniu warstw powierzchniowych z udziałem fazy międzymatalicznej FeAl, wytwarzanych metodą natryskiwania gazodetonacyjnego (DGS – Detonation Gas Spraying), ze szczególnym uwzględnieniem opisu zjawisk zachodzących w materiale powłoki podczas procesu jej osadzania na powierzchni podłoża, jak również szerokiej analizy właściwości wytwarzanych powłok, w zależności od wybranych parametrów procesu osadzania. Tematyka rozprawy, jak również postawione tezy, dotyczą zagadnień aktualnych i istotnych dla rozwoju obu wymienionych dyscyplin naukowych.

Autor rozprawy przeprowadził bardzo szeroką analizę literaturową dotyczącą struktury i właściwości faz międzymetalicznych z układu FeAl, jak również omówił i scharakteryzował różne metody natryskiwania cieplnego. Na tej podstawie opracował ramowy program badań, obejmujący: wybór materiału badawczego, wybór metody natryskiwania cieplnego, dobór metodyki poszczególnych prac analitycznych, który zapewnił realizację postawionego celu badań oraz umożliwił weryfikację postawionych tez badawczych. Doktorant potwierdził także umiejętność analizowania uzyskanych wyników i na tej podstawie przeprowadził wnikliwy proces wnioskowania.

W ocenie Recenzenta, rozprawa doktorska mgr inż. Tomasza Chrostka stanowi spójne opracowanie naukowe, obejmujące wskazanie problemu naukowego, dobór metodyki badawczej, wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych oraz prezentację uzyskanych wyników, ich dyskusję i wnioskowanie.

2. Ocena metodyczna rozprawy

Struktura rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska zawiera 189 stron, łącznie ze streszczeniem w języku polskim oraz języku angielskim, spisem treści i wykazem literatury – obejmującym 272 pozycji. Treść rozprawy, poprzedzona wstępem, została podzielona na 6 głównych rozdziałów z licznymi podrozdziałami, w następującym porządku:

1. Struktura i właściwości faz międzymetalicznych z układu Fe-Al;
2. Natryskiwanie cieplne powłok ochronnych typu Fe-Al;
3. Podsumowanie przeglądu literatury, cel, tezy i zakres pracy;
4. Materiał badawczy i stosowane metodyki badań;
5. Wyniki badań i ich analiza;
6. Podsumowanie i wnioski końcowe

Tytuły rozdziałów w pełni odpowiadają ich merytorycznej zawartości. Kolejność poszczególnych rozdziałów stanowi spójne opracowanie naukowe, począwszy od zidentyfikowania problemu naukowego w ściśle określonym obszarze badawczym, poprzez dobór metodyki badawczej i wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych, aż po prezentację uzyskanych wyników, ich dyskusję i wnioskowanie.

Terminologia

Rozprawa jest napisana poprawnym językiem z użyciem prawidłowej terminologii i wydana została na dobrym poziomie edytorskim. Wysoko oceniam terminologię dotyczącą problematyki charakteryzacji badanych powłok, jak również w zakresie stosowanych metod analitycznych. Świadczy to o dobrym rozeznaniu Doktoranta w obszarze objętym rozprawą, tj. projektowania procesów wytwarzania powłok z wykorzystaniem innowacyjnych rozwiązań inżynierii powierzchni, a także badania budowy strukturalnej oraz właściwości fizycznych, chemicznych i funkcjonalnych wytwarzanych powłok.

W zakresie terminologii dotyczącej problematyki inżynierii powierzchni zwrócić należy uwagę na następującą terminologię:

- zamiast „natryskanych" bardziej prawidłowym terminem jest: „natryskiwanych", „osadzonych", „naniesionych", „wytworzonych";
- zamiast „uwarstwiona struktura powłoki" bardziej prawidłowym terminem jest: „wielowarstwowa budowa powłoki"

Styl i ortografia

Styl i ortografię recenzowanej rozprawy należy uznać za dobre.

Pomimo dużej ilości wyników badań, konieczności porównywania wyników uzyskanych przy różnych parametrach procesowych wytwarzania powłoki Fe-Al metodą DGS, konieczności oceny wyników badań różnych właściwości fizycznych i chemicznych, pracę należy uznać za przejrzystą i zrozumiałą.

Pewien dyskomfort czytającego budzi operowanie w tekście, w opisie tabel i rysunków jedynie numerami próbek. Zdaniem Recenzenta zastosowanie opisu odnoszącego się do konfiguracji procesowej znacznie ułatwiłoby czytanie tekstu rozprawy: np.:

zamiast „023" – „400/1090-274/110" jako: ilość strzałów/długość lufy – PIP/odległość od podłoża.

Literatura

Spis literatury obejmuje 272 pozycje krajowe i międzynarodowe, dotyczące poszczególnych zagadnienień omawianych w rozprawie. Spis literatury przygotowany został poprawnie, w układzie chronologicznym przywoływania poszczególnych pozycji w tekście. W ocenie Recenzenta dobór pozycji literaturowych jest właściwy, wystarczający i w pełni zgodny z aktualnym stanem wiedzy w obszarze recenzowanej rozprawy doktorskiej.

Ilustracje i tabele

Wszystkie ilustracje i tabele zamieszczone w rozprawie zostały przygotowane starannie i należy je uznać za potrzebne oraz ułatwiające interpretację pracy. W każdym przypadku wykorzystywania informacji literaturowych podpisy pod ilustracjami zawierają odnośnik wskazujący pozycję literaturową w spisie literatury, stanowiącą informację źródłową, co pozwala czytającemu rozszerzyć informacje, jak również wskazuje na dużą poprawność Autora w korzystaniu z literatury. Większość rysunków w pracy jest dobrze czytelna i bardzo dobrze opisana.

Zdaniem Recenzenta podkreślić należy dobry poziom edytorski rozprawy, w tym: jakość druku, przejrzystość tabel, spójność i powtarzalność marginesów, tabulacji, wykorzystywania nawiasów, itp., co czyni pracę bardzo przejrzystą dla czytającego. W ocenie Recenzenta świadczy to o odpowiedzialności Doktoranta za formę i jakość prezentowania wyników badań naukowych, co jest ważne w przyszłym rozwoju naukowym.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

Jak stwierdzono, rozprawa stanowi spójne opracowanie naukowe, obejmujące wskazanie problemu naukowego (na podstawie analizy stanu wiedzy oraz własnych doświadczeń badawczych), dobór metodyki badawczej, wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych oraz prezentację uzyskanych wyników, ich dyskusję i wnioskowanie. W pracy zawierającej 6 rozdziałów można wyróżnić trzy główne części.

Część 1 stanowi **Przegląd wiedzy wraz z jej podsumowaniem** w zakresie różnych metod natryskiwania cieplnego, struktury i właściwości faz międzymetalicznych z układu równowagi Fe-Al oraz możliwości ich wytwarzania w postaci powłok metodami natryskiwania cieplnego. W tej części pracy Doktorant przedstawił również cel, tezy i zakres pracy. Część 1 obejmuje rozdziały 1 – 3 rozprawy, tj.: *1 – Struktura i właściwości faz międzymetalicznych z układu Fe-Al, 2 – Natryskiwanie cieplne powłok ochronnych typu Fe-Al, 3 – Podsumowanie przeglądu literatury, cel, tezy i zakres pracy*.

W tej części rozprawy Doktorant, analizując właściwości faz międzymetalicznych typu Fe-Al, wskazuje na możliwości ich wytwarzania w postaci powłok na podłożu ze stali 15HM z wykorzystaniem wybranej metody natryskiwania cieplnego, tj. natryskiwania gazodetonacyjnego (DGS – *Detonation Gas Spraying*). Doktorant reprezentuje przy tym pogląd, że wskutek oddziaływania gorących produktów spalania gazów roboczych materiał proszkowy ulega nagrzewaniu, a następnie utlenieniu w atmosferze otoczenia, w czasie transportu do podłoża. **W sposób bardzo przejrzysty formułuje przy tym problem badawczy, którym jest analiza stopnia utlenienia cząstek proszku Fe-Al w trakcie procesu natryskiwania, w zależności od parametrów procesowych, a także zbadanie**

właściwości fizycznych, chemicznych i funkcjonalnych wytworzonych powłok Fe-Al z udziałem powstających faz tlenkowych.
Problem postawiony przez Doktoranta należy uznać za bardzo istotny z aplikacyjnego punktu widzenia. Tworzenie się faz tlenkowych w czasie procesu osadzania powłok FeAl powoduje w efekcie wytwarzanie powłok o strukturze kompozytowej, w której nowo utworzone fazy tlenkowe są rozproszone w osnowie FeAl. Intensywność utleniania proszku FeAl będzie miała decydujący wpływ na skład chemiczny oraz mikrostrukturę wytwarzanych powłok, a tym samym na ich właściwości. Poznanie wpływu parametrów osadzania powłok metodą DGS na intensywność procesu utleniania proszku FeAl, umożliwi tym samym wytwarzanie powłok fazy międzymetalicznej FeAl metodą DGS o ściśle określonych, projektowanych właściwościach.
Tak skonstruowany opis stanu wiedzy oparty jest na bogatym przeglądzie literatury i stanowi bardzo dobre wprowadzenie w zagadnienia objęte rozprawą, wskazując jednocześnie bazę problemów umożliwiających sformułowanie celu i tezy pracy. **Celem pracy jest zbadanie i analiza właściwości powłok intermetalicznych FeAl z udziałem faz tlenkowych, wytwarzanych metodą DGS.** Natomiast w sformułowanej wielowątkowej tezie pracy Doktorant wyraża pogląd, że **udział faz tlenkowych może być spowodowany warunkami procesu DGS. Nie wpływa przy tym na istotny wzrost porowatości struktury powłok FeAl, różnicując ich właściwości funkcjonalne, w tym m.in. odporność na zużycie ścierne**.

Część 2 rozprawy stanowi **Opis badań własnych**, zawierający wybór materiałów do badań oraz przedstawienie zaproponowanej przez Doktoranta metodyki badawczej. Ta część pracy obejmuje rozdział *4 – Materiał badawczy i stosowane metodyki badań*.
W tej części pracy Autor dokonał wyboru i opisał metody badań, potrzebne do analizy wybranych właściwości powłok FeAl, zaplanowanych do wytworzenia w ramach pracy, w tym m.in.: charakterystykę budowy materiału powłoki (grubość, badania powierzchni, skład chemiczny, struktura fazowa, mikrostruktura), charakterystykę właściwości fizycznych (pojemność cieplna, rozszerzalność cieplna, przewodność cieplna), jak również charakterystykę właściwości funkcjonalnych (twardość i odporność na zużycie ścierne). Doktorant wykazał się przy tym znajomością nowoczesnych, wysoko zaawansowanych metod badania materiałów, jak: elektronowa mikroskopia skaningowa, rentgenowska analiza składu fazowego, metoda badania składu chemicznego – EDS, a także metody badania właściwości fizycznych, jak: zróżnicowanie orientacji krystalograficznej ziaren – EBSD, kalorymetria skaningowa – DSC, dylatometria.

Część 3 pracy stanowi **<u>Przedstawienie i analiza wyników badań</u>**, i obejmuje ona rozdział *5 – Wyniki badań i ich analiza* oraz rozdział *6 – Podsumowanie i wnioski końcowe*. W tej części pracy Doktorant precyzyjnie zrealizował przyjętą metodykę badawczą. Wykorzystując wybrane metody badawcze, dokonał analizy wpływu różnych parametrów procesu natryskiwania powłok metodą DGS na skład chemiczny i właściwości wytwarzanych powłok FeAl. Przeprowadził analizę uzyskanych wyników oraz przeprowadził proces wnioskowania formułując podsumowanie i wnioski końcowe pracy.

Na podstawie uzyskanych wyników badań Autor rozprawy w 21 punktach podsumował uzyskane wyniki badań, charakteryzując badane powłoki FeAl wytwarzane metodą DGS oraz formułując na tej podstawie bardziej ogólne wnioski końcowe. Potwierdził tym samym umiejętność analizowania uzyskanych wyników badań i formułowania na ich podstawie wniosków. Zdaniem Recenzenta za najważniejsze pośród sformułowanych wniosków należy uznać:

- cząstki proszku Fe40Al % at. natryskiwane metodą DGS ulegają powierzchniowemu utlenieniu z formowaniem się in situ w strumieniu gorących produktów spalania detonacyjnego faz tlenkowych i fazy Fe3Al – w miejscu zubożenia w aluminium fazy FeAl (B2) stanowiącej osnowę;
- udział faz tlenkowych całkowicie zmienia charakter materiału wsadu proszkowego, tworząc kompozyt z około 32-37 % udziałem ceramiki tlenkowej, która znacznie wpływa na podwyższenie twardości powłok z (230 ± 10 HV0,1) do 460 ± 82 HV0,1; duży rozrzut mikrotwardości struktury powłok Fe-Al (DGS) jest spowodowany udziałem faz tlenkowych;
- kompozytowy charakter struktury wytworzonych powłok Fe-Al (DGS) zapewnia im bardzo dobrą odporność na zużycie ścierne ze współczynnikiem tarcia malejącym wraz ze wzrostem udziału faz tlenkowych w strukturze powłoki.

Tym samym Doktorant potwierdził postawioną w rozprawie tezę, że „*udział faz tlenkowych jest spowodowany warunkami procesu DGS i nie wpływa na istotny wzrost porowatości struktury powłok FeAl, różnicuje ich właściwości, w tym m.in. odporność na zużycie ścierne*”.

Analiza części badawczej rozprawy oraz opisanych w niej wyników badań, generuje zdaniem Recenzenta wiele nowych wątków badawczych, jak również zagadnień do dyskusji, w tym m.in.:

1. Opis przedstawiony na str.137 wraz z rysunkiem 5.33 wskazują, że nie zaobserwowano intensywnego utleniania proszku w czasie natryskiwania do wody. Zawartość tlenu zidentyfikowana metodą EBSD wynosi 0.1 %. Porównując ten wynik z zawartością faz tlenkowych występującą w powłokach wytworzonych w różnych warunkach procesowych pokazaną na rysunku 5.30, nasuwa się wniosek, że proces tworzenia się faz tlenkowych przebiega głównie po osadzeniu cząstek proszku na podłożu. Wyniki pokazane na rysunku 5.30 wskazują również, że większa ilość faz tlenkowych występuje w powłokach natryskiwanych dłużej (400 strzałów), a więc bardziej nagrzanych i dłużej poddawanych działaniu podwyższonej temperatury.
2. Kolejnym ważnym zagadnieniem wydaje się być wpływ parametrów procesowych na intensywność utleniania. Powłokami, w których udział faz tlenkowych jest największy są:

   023 400 strzałów; długa lufa (1090mm); mały PIP (274); w tym przypadku proszek pozostawał najdłużej w lufie (816mm), co powodowało, że powinien być najbardziej nagrzany;

   049 400 strzałów; krótka lufa (590mm); duży PIP (412); w tym przypadku proszek pozostawał najkrócej w lufie (178mm), co powodowało, że powinien być najmniej nagrzany;

   Ta krótka analiza pokazuje również, że najważniejszym parametrem, który decyduje o intensywności utleniania wydaje się być ilość oddanych strzałów, czyli czas nagrzewania powłoki pozostającej na podłożu. W takim przypadku materiał powłoki ma ciągły dostęp do atmosfery zawierającej tlen i każdym kolejnym strzałem jest nagrzewany. Każdy kolejny strzał powoduje również częściowe usunięcie z powierzchni powstałych już tlenków i wbicie ich w strukturę naniesionej powłoki oraz odsłonięcie powierzchni FeAl, która ponownie może się utlenić.

3. W pracy brak jest jednoznacznego opisu jak wyznaczany jest parametr PIP – Powder Injection Position. Na str.133 jest jedynie informacja, że im większa wartość parametru PIP, tym odległość od wylotu lufy mniejsza. Parametr PIP określa odległość od punktu detonacji. Przy takiej samej długości lufy, mniejsza wartość PIP powoduje, że proszek znajduje się bliżej punktu detonacji i dłużej pozostaje w lufie. Będzie więc bardziej nagrzany, a w efekcie bardziej podatny na odkształcenia i utlenianie.
4. Mankamentem pracy jest fakt, że Doktorant nie brał bezpośredniego udziału w wytwarzaniu badanych powłok FeAl. Jak sam pisze na str.60 „*natryskiwanie gazodetonacyjne wszystkich dostarczonych materiałów badawczych przeprowadzono z użyciem działa detonacyjnego „Perun-S" – przez promotora pracy doktorskiej C. Senderowskiego*".

Chcę podkreślić, że sformułowane w recenzji tematy do dyskusji, są w dużej mierze wynikiem skali problemów podjętych przez Doktoranta i w żaden sposób nie zmieniają one mojej pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy doktorskiej.

4. Wnioski końcowe

Na podstawie przeprowadzonej oceny rozprawy doktorskiej mgr inż. Tomasza Chrostka pt. „*Właściwości termofizyczne wielofazowej struktury powłoki FeAl (DGS) z udziałem ceramiki tlenkowej i jej wpływ na zużywanie ścierne w warunkach tarcia suchego*", przygotowanej pod opieką merytoryczną dr hab. inż. Cezarego Sendrowskiego, prof. PW stwierdzam, że rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, autor wykazał się szeroką wiedzą w obszarze inżynierii mechanicznej, a także inżynierii materiałowej. Potwierdził swoje umiejętności w zakresie formułowania problemów badawczych, planowania badań i doboru metodyki badawczej, a także praktycznej realizacji badań analitycznych z wykorzystaniem nowoczesnych, zaawansowanych metod badawczych i analizowania uzyskanych w tym zakresie wyników.

Wyniki pracy doktorskiej mg inż. Tomasza Chrostka stanowią szerokie kompendium wiedzy dotyczącej właściwości materiałowych i funkcjonalnych powłok FeAl wytwarzanych metodą DGS w zależności od parametrów procesu natryskiwania.

W mojej opinii wymieniona rozprawa doktorska w pełni odpowiada warunkom stawianym w ustawie Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce / Dz. U. z 2022 r. poz. 574, w zakresie nadawania stopni naukowych i na tej podstawie wnoszę o dopuszczenie mgr inż. Tomasza Chrostka **do publicznej obrony.**

Radom, 06.07.2023

Jerzy Smolik

…….

Prof. dr hab. inż. Jerzy Smolik