

Gliwice, 09.02.2024

## RECENZJA

*pracy doktorskiej*

**Pani mgr inż. Anny Trelki-Druzic,**

*pod tytułem*

**„Mikrostruktura i właściwości powłok kompozytowych ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}_20\text{Cr}$ ) (Ni-grafit)  
natryskanych zimnym gazem i modyfikowanych cieplnie”**

*opracowana na zlecenie Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej  
im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie – pismo nr DP.520.1.2023 (z dnia 05.12.2023)*

### Ogólna charakterystyka pracy

Praca doktorska Pani mgr inż. Anny Trelki –Druzic, napisana pod opieką dr hab. inż. Anny Góral, prof. instytutu, dotyczy wytworzenia nowych powłok kompozytowych metodą natryskiwania zimnym gazem w oparciu o materiał wyjściowy w postaci proszków o zaprojektowanym składzie, pozwalającym po dodatkowej obróbce na uzyskanie oczekiwanych własności mechanicznych oraz trybologicznych. Autorka opiniowanej pracy doktorskiej zajęła się szczególnymi aspektami opracowania kompozycji powłok ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}_20\text{Cr}$ ) (Ni-grafit), dla których poprzez zapewnienie odpowiedniego składu chemicznego i fazowego możliwe jest uzyskanie wysokiej odporności na zużycie trybologiczne. Powłoki kompozytowe zostały wytworzone metodą wysokociśnieniowego natryskiwania zimnym gazem (High Pressure Cold Spray –HPCS) na podłożach ze stopu aluminium oraz austenitycznej stali odpornej na korozję gatunku X6CrNiTi18–10. Wytworzone powłoki były następnie poddane modyfikacjom w procesie przetapiania laserowego oraz wygrzewania. Tematyka pracy jest aktualna, atrakcyjna i opisuje zagadnienia nowe, dotychczas nie w pełni wyjaśnione i bez wątpienia mieści się w zakresie dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa.

Praca napisana w języku polskim, ma układ klasyczny i składa się z dwóch zasadniczych części, tj. przeglądu literatury i części badawczej. Praca wydana jest w formie drukowanej monografii, liczy 130 stron, składa się z 7 rozdziałów, streszczenia w języku polskim i angielskim, wykazu skrótów i oznaczeń oraz bibliografii. Doktorantka zacytowała 126 pozycji literaturowych, w tym wiele prac obcojęzycznych i opublikowanych w ostatnim

dziesięcioleciu. W pierwszej części przedstawiono wprowadzenie, ogólną charakterystykę powłok kompozytowych i scharakteryzowano metody wywarzania powłok z osnową metaliczną wzmocnianą cząstkami ceramicznymi. Omówiono mechanizmy konstituowania powłok w procesie natryskiwania zimnym gazem, zarówno powłok metalowych, jak również cermetalowych, a następnie zostały opisane najistotniejsze parametry procesu natryskiwania zimnym gazem, decydujące o jakości i własnościach otrzymanych powłok. Po przeglądzie literaturowym Doktorantka przedstawiła tezę i cel pracy, ze szczególnym uwzględnieniem problemu wytwarzania powłok kompozytowych zawierających smar stały oraz charakteryzujących się wysokimi własnościami mechanicznymi i tribologicznymi determinującymi ich zastosowanie. W następnych rozdziałach opisuje materiał wykorzystany do badań oraz metodykę badań, dodatkowo program tych badań, który obejmował:

(a) wpływ rodzaju podłoża na mikrostrukturę i własności powłok kompozytowych natryskanych zimnym gazem,

(b) wpływ przetapiania laserowego na mikrostrukturę i własności wytworzonych powłok, oraz

(c) wpływ wygrzewania na mikrostrukturę i własności wytworzonych powłok kompozytowych, został przedstawiony graficznie w formie schematu na stronie 47.

Rozdział piąty zawiera wyniki badań eksperymentalnych oraz omówienie wyników tych badań. Rozpoczyna się od charakterystyki proszków, następnie umieszczone są wyniki badań składu fazowego powłok, topografii ich powierzchni, mikrostruktury badanej za pomocą skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM) mikroskopii elektronowej, oceny adhezji powłok oraz wyniki badań własności mechanicznych oraz własności trybologicznych powłok po ich wytworzeniu oraz po procesach ich modyfikacji. Część drugą rozprawy zamyka dyskusja wyników (rozdział 6) oraz podsumowanie i wnioski (rozdział 7), w którym syntetycznie omówione zostały wyniki wykonanych badań i analiz oraz sformułowane wnioski wynikające z analizy uzyskanych wyników prowadzonych badań. Uważam, że Pani mgr inż. Anna Trelka-Druzic prawidłowo zaplanowała eksperyment i zastosowała odpowiednie metody badawcze, które umożliwiły osiągnięcie założonych celów pracy.

### **Ocena merytoryczna rozprawy**

Starania dotyczące poprawy własności użytkowych elementów poprzez wytwarzanie powłok kompozytowych, o odpowiednio dobranym składzie chemicznym i fazowym mieszaniny składników, w procesie natryskiwania zimnym gazem stanowią aktualny i nie do końca rozpoznany obszar badawczy ośrodków naukowych. Związane jest to ze specyfiką procesu natryskiwania, który umożliwia konsolidację materiałów w stanie stałym w temperaturze niższej od temperatury ich topnienia, co gwarantuje ograniczone utlenianie, stałość składu fazowego niski poziom naprężeń własnych i porowatości. Ta specyfika procesu nabiera szczególnego znaczenia dla powłok kompozytowych zawierających smar stały, decydujący o uzyskaniu długotrwałego efektu poprawy własności trybologicznych. Pomimo wielu doniesień literaturowych na temat powłok kompozytowych wytwarzanych w procesie

natryskiwania zimnym gazem ich mikrostruktury i własności, każda modyfikacja procesu i wykorzystanych materiałów wymaga optymalizacji warunków nanoszenia powłok z uwzględnieniem mikrostruktury i otrzymanych własności, decydujących o dalszym ich zastosowaniu oraz wpływu poszczególnych parametrów procesu na tworzenie tych powłok, dostępne dane są dalece niepełne.

Głównym celem naukowo-badawczym o charakterze poznawczym pracy jest opracowanie i wytworzenie nowych powłok kompozytowych zawierających smar stały oraz ich modyfikacja, pozwalająca na uzyskanie pożądanych własności. Dla realizacji celu zrealizowano następujące zadania:

- wytworzono powłoki kompozytowe ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25(\text{Ni}20\text{Cr}) - 5(\text{Ni-}25\text{C})$ ),
- wykonano modyfikację powłok (poprzez przetapianie laserowe i wygrzewanie),
- analizę mikrostruktury (SEM / TEM), analizę składu chemicznego i fazowego powłok,
- scharakteryzowano właściwości mechaniczne,
- scharakteryzowano właściwości trybologiczne powłok,
- zbadano adhezję powłok.

Autorka opiniowanej pracy doktorskiej przyjęła następującą hipotezę badawczą: Powłoki kompozytowe ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25(\text{Ni}20\text{Cr}) - 5(\text{Ni-}25\text{C})$ ) natryskane zimnym gazem i poddane przetapianiu laserowemu oraz wygrzewaniu posiadają drobnoziarnistą strukturę i skład fazowy powodujące wysokie właściwości mechaniczne i tribologiczne które determinują ich zastosowanie. Hipoteza badawcza opiniowanej pracy doktorskiej w podanym brzmieniu zawiera aspekty naukowe i jest merytorycznie poprawna.

Na podstawie wykonanych badań i uzyskanych wyników ustalono, że wytworzone powłoki kompozytowe powstają w wyniku silnego odkształcenia plastycznego cząstek metalicznych, związanego z adiabatycznym ścinaniem i mechanicznym zakotwiczeniem cząstek oraz współosadzaniem cząstek ceramicznych w osnowie metalicznej. Dodatek cząstek ceramicznych poprawia właściwości mechaniczne powłok, zaś dodatek smaru stałego (grafitu) poprawia właściwości tribologiczne powierzchni komponentów, na których zostały osadzone. Doktorantka udowodniła postawioną hipotezę wykazując korelację pomiędzy mikrostrukturą, oraz właściwościami mechanicznymi i tribologicznymi natryskanych zimnym gazem powłok kompozytowych ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25(\text{Ni}20\text{Cr})\text{-}5(\text{Ni}25\text{C})$ ) zawierających smar stały poddanych następnie laserowej obróbce powierzchniowej oraz wygrzewaniu. W ramach przeprowadzonych badań zoptymalizowała procesy natryskiwania zimnym gazem oraz przetopienia laserowego i wygrzewania jako metod modyfikujących własności uzyskanych powłoki. Określiła wpływ podłoża na mikrostrukturę, adhezję oraz właściwości mechaniczne i tribologiczne powłok. Scharakteryzowała również wpływ powierzchniowej obróbki laserowej na mikrostrukturę, skład fazowy, topografię powierzchni, twardość oraz odporność na zużycie w ruchu ślizgowym (skojarzenie kula-tarcza) oraz ścieranie luźnym ścierniwem. Wytworzone powłoki ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25(\text{Ni}20\text{Cr})\text{-}5(\text{Ni}25\text{C})$ ) posiadały zwartą strukturę i nie wykazywały żadnych nieciągłości przy granicy powłoka - podłoże. Mikrostruktura powłok składała się z osnowy powstałej z wydłużonych, odkształconych plastycznie cząstek Ni20Cr, węglików  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , Ni oraz grafitu. Doktorantka zaobserwowała znikomy wpływ materiału podłoża na mikrostrukturę powłok. Powłoki wytworzone na stopie aluminium charakteryzowały się zwiększoną ilością cząstek

ceramicznych w strefie przejściowej materiał powłoki - podłoże w porównaniu do podłoża ze stali odpornej na korozję. Zwiększona obecność fazy ceramicznej z jednej strony wpływała na twardość, ale równocześnie obniżała adhezję w testach odrywowych. Na szczególną uwagę zasługują obserwacje wykonane w transmisyjnym mikroskopie elektronowym TEM, potwierdzające zarówno obecność poszczególnych faz wcześniej zidentyfikowanych w badaniach rentgenowskich, jak również rozdrobnienie mikrostruktury materiału podłoża w strefie przejściowej oraz umocnienie odkształceniowe materiału powłoki. Własności trybologiczne powłok niezależnie od podłoża na którym zostały wykonane nie wykazywały dużych różnic wartości mierzonych, co koresponduje z wcześniejszymi wynikami np. twardości. Laserowe przetapianie spowodowało znaczą modyfikację mikrostruktury, powstanie nowych faz oraz poprawę właściwości mechanicznych i trybologicznych powłok. Podobny efekt zmian otrzymanych powłok zaobserwowano dla powłok poddanych wygrzewaniu. Zrealizowany program badań z wykorzystaniem nowoczesnych i odpowiednio dobranych technik i narzędzi badawczych pozwolił Doktorantce na pełne scharakteryzowanie badanych materiałów z punktu widzenia celów rozprawy.

W toku realizacji bardzo obszernego programu badań Autorka pracy uzyskała szereg interesujących wyników, a za najważniejsze osiągnięcie rozprawy doktorskiej recenzent uważa – określenie wpływu parametrów procesu natryskiwania powłok kompozytowych zimnym gazem i dalszego ich modyfikowania w procesach laserowego przetapiania i wygrzewania na ich mikrostrukturę, własności mechaniczne i trybologiczne pozwalających na zwiększenie czasu pracy części maszyn pokrytych nimi zwłaszcza w podwyższonej temperaturze.

Praca pod względem edytorskim nie budzi zastrzeżeń, jest wykonana starannie, świadczy to o tym, że Autorka w wystarczającym stopniu opanowała techniki komputerowej edycji prac naukowych. Warte podkreślenia jest też to, że praca ma wyraźny charakter aplikacyjny i może przynieść wymierne korzyści w przypadku wykorzystania jej wyników w zastosowaniach przemysłowych.

W pełni pozytywnie merytorycznie oceniam opiniowaną pracę doktorską mgr inż. Anny Trełki – Druzic pod tytułem „Mikrostruktura i właściwości powłok kompozytowych ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni20Cr}$ ) (Ni-grafit) natryskanych zimnym gazem i modyfikowanych cieplnie”. Autorka udowodniła postawioną tezę opiniowanej pracy doktorskiej. Uzyskane wyniki badań są wartościowe poznawczo, oryginalne i mogą mieć znaczenie aplikacyjne. Praca cechuje się wysokim poziomem merytorycznym. Niestety, jak to zwykle bywa, zauważyłem pewne błędy edycyjne i niedociągnięcia o charakterze językowym w opiniowanej pracy doktorskiej, które nie wpływają jednak na znaczące obniżenie jej ogólnej pozytywnej oceny, a niektóre z nich mają być może jedynie charakter dyskusyjny.

I tak na przykład:

- na stronie 15, Rys. II.2. „Przykładowe elementy pokrywane powłokami ....., łożyska stosowane w przemyśle lotniczym (a), silnik parowy (b),.... ”, a powinno być: Przykładowe maszyny i części maszyn, których elementy pokrywane są powłokami...
- na stronie 38, Tabela IV.3 „prędkość wiązki laserowej” zamiast prędkość przetapiania lub prędkość skanowania wiązki

- na stronie 45, „temperaturę ustabilizowano przy użyciu termopary”- chodziło chyba o to, że w układzie stabilizacji temperatury wykorzystano termoparę/y
- strona 58, „... połączenie powłoki i podłoża w dużej mierze miało charakter metalowo – metalowy”, chodzi o wiązanie metaliczne czy adhezyjne połączenie między metalami? na tej samej stronie zamieniono opis dla rysunku V9b, powinien to być rysunek V.10b
- strona 63, rys. V.15 wytrzymałość na odrywanie opisano jako „Ciśnienie MPa”
- strona 66, 67, wyniki (wykres) próby trójpunktowego zginania w tekście jak i na rys. V.19 opisano jako „krzywe ciśnienie – przemieszczenie”
- strona 107, „Potwierdzają to również mikrostruktury wykonane przy użyciu transmisyjnej mikroskopii elektronowej, .... czy na pewno te mikrostruktury zostały wykonane przy użyciu TEM?

W pracy dla oznaczenia materiału podłoża ze stali odpornej na korozję używane jest oznaczenie gatunku 1H18N9T wg nie obowiązującej już PN-71/ H-86020, odpowiednikiem tego gatunku w obowiązującej PN-EN 10088-1, jest gatunek X6CrNiTi18-10 (1.4541). Doktorantka stosunkowo często realizuje eksperymenty „w temperaturach” – nie możemy mówić o temperaturach, tylko o temperaturze, która przyjmuje różne wartości. Podobnie dosyć swobodnie używa określenia „interfejs” dla określenia dobrze utrwalonej w literaturze tematu strefy przejściowej lub granicy podłoża – powłoka.

W trakcie oceny przedstawionej przez Doktorantkę pracy nasuwają się recenzentowi następujące pytania:

1. Co miała na myśli pisząc: Dodatek smaru stałego ..... jest pożądany w sytuacjach, gdzie wymagana jest wysoka niezawodność węzłów tribologicznych, a także w trudnodostępnych częściach maszyn” str.106-107.
2. Jaki był wpływ materiału podłoża na otrzymane wyniki trójpunktowego zginania - wartość siły, przebieg/lokalizację pęknięcia w powłoce.
3. Jaki był wpływ 5 % wagowo dodatku proszku Durabrade 2221 na własności wytworzonych powłok kompozytowych.

## Podsumowanie

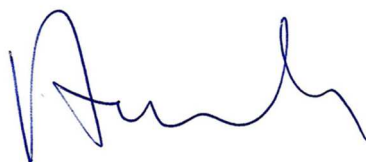
Podsumowując niniejszą recenzję opiniowanej pracy doktorskiej mgr inż. Anny Trelki – Drużic pod tytułem „Mikrostruktura i właściwości powłok kompozytowych ( $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}_20\text{Cr}$ ) (Ni-grafit) natryskanych zimnym gazem i modyfikowanych cieplnie”, wykonanej pod opieką promotorską dr hab. inż. Anny Góral prof. instytutu, oceniam wysoko całokształt dokonań Doktorantki, jak również chcę zauważyć to, że w opiniowanej pracy Autorka wykazała się:

- dobrą orientacją w poruszanej w literaturze problematyce dotyczącej natryskiwania powłok w tym ceramiczno-metalowych, czynników materiałowych decydujących o ich własnościach i trwałości, metod wytwarzania powłok kompozytowych zwłaszcza w procesach natryskiwania zimnym gazem (High Pressure Cold Spray –HPCS), także erudycją w tym zakresie dyscypliny naukowej „Inżynieria Materiałowa”,
- umiejętnością stawiania problemów badawczych i właściwego doboru komplementarnego i szerokiego zestawu metod badawczych oraz ich pełnego opanowania praktycznego,

ponadto,

- uzyskała wartościowe i oryginalne wyniki badań o istotnym znaczeniu poznawczym i walorach aplikacyjnych, udowodniła postawioną hipotezę pracy oraz osiągnęła założony cel naukowy,
- w wystarczającym stopniu opanowała umiejętności opracowania wyników wykonanych badań oraz prezentowania osiągniętych rezultatów badawczych.

*Z pełnym przekonaniem stwierdzam, że opiniowana praca doktorska spełnia wszelkie wymagania określone w odpowiednich przepisach prawa, stawiane kandydatom do stopnia naukowego doktora i wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie o dopuszczenie Pani mgr inż. Anny Trelki Druzic do publicznej obrony.*



Dr hab. inż. Marcin Adamiak, prof. PŚ