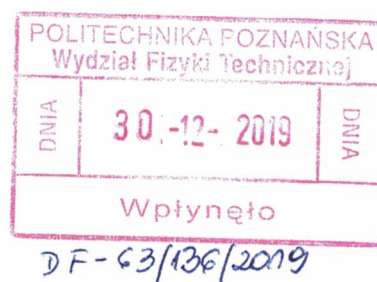


Prof. dr hab. inż. Jerzy Michalski
ul. 11 Listopada 40 m. 7
03-436 Warszawa



RECENZJA
rozprawy doktorskiej mgr inż. Darii Mikołajczak

Tytuł rozprawy: „Laserowe stopowanie stali austenitycznej 316L borem i wybranymi pierwiastkami metalicznymi”

Recenzja rozprawy została przygotowana na podstawie pisma Dziekana prof. dr hab. inż. Tomasza Czajki z dnia 25 października 2019 r.

1. Charakterystyka ogólna

Rozprawa doktorska mgr inż. Darii Mikołajczak poświęcona jest badaniom procesów laserowego stopowania borem i pierwiastkami metalicznymi stali austenitycznej 316L, w celu podwyższenia jej właściwości użytkowych w zakresie odporności na zużycie przez tacie, przy zachowaniu odporności na korozję.

Stal austenityczna 316L należy do grupy stali odpornych na korozję i kwasoodpornych. Z tego powodu jest ona stosowana tam gdzie eksploatacja, wyrobu z niej wykonanego, przebiega w środowisku korozyjnym. Dlatego stal ta znajduje szerokie zastosowanie m.in. w przemyśle chemicznym, przetwórstwa żywności. Niska twardość stali 316L po obróbce cieplnej, ogranicza jej obszar zastosowania, szczególnie tam gdzie oprócz odporności na korozję wymagana jest wysoka odporność na zużycie przez tarcie. Dlatego podjęcie badań przewidzianych w rozprawie wychodzi naprzeciw tym wyzwaniom.

Wybór technologii stopowania do poprawy właściwości wspomnianej stali można uznać za słuszny z uwagi na to, że stal ta dość niechętnie poddaje się tradycyjnym obróbkom cieplno-chemicznym. Co prawda można dość skutecznie nasycać stale austenityczne m.in. azotem, borem, krzemem prowadząc procesy w warunkach wyładowania jarzeniowego, jednak są to procesy długotrwałe w porównaniu z zaproponowanym przez Doktorantkę procesem obróbki laserowej.

Rozprawa doktorska mgr inż. Darii Mikołajczak zredagowana jest w tradycyjny sposób z podziałem na część literaturową, część doświadczalną i wyniki badań. Praca liczy ogółem

150 stron z podziałem na 9 rozdziałów: wstęp (1 strona), przegląd literatury – rozdziały 1÷4 (43 strony), wnioski z analizy danych literaturowych (1 strona), cel, teza i zakres pracy (1 strona), metodyka badań (12 stron), wyniki badań (74 strony), podsumowanie i wnioski (2 strony). Całość zakończona spisem literatury. Rozprawa zawiera streszczenie w języku polskim i angielskim oraz wykaz najważniejszych symboli.

W rozprawie zacytowano 108 pozycji literaturowych do 2017 r. włącznie. Autorka rozprawy jest współautorką 10 cytowanych publikacji.

2. Charakterystyka szczegółowa

2.1. Tytuł i tematyka pracy

Tytuł pracy dobrze odzwierciedla różnorodne, szeroko zakrojone prace empiryczne składające się na treść rozprawy. Tematyka pracy jest oryginalna, aktualna i naukowo uzasadniona. Obróbki wykorzystujące techniki laserowe są przedmiotem coraz większego zainteresowania przemysłu. Wynika to m.in. z ich ekologiczności oraz możliwości automatyzacji.

2.2. Stan zagadnienia

Przeгляд literatury (rozdziały 1÷4) został przeprowadzony wyczerpująco. Doktorantka w sposób encyklopedyczny scharakteryzowała stale nierdzewne, szerzej omówiła stal 316L, która stanowi przedmiot badań. Dalszą część przeglądu literatury poświęciła najczęściej stosowanym metodom borowania, a następnie wymieniła wady i zalety warstw uzyskanych w procesach borowania. Następnie Doktorantka scharakteryzowała proces stopowania laserowego, wskazując na zalety technologiczne tej metody m.in. lokalny charakter nagrzewania obrabianego wyrobu, możliwość łatwej automatyzacji oraz konkurencyjność wobec długo trwających procesów obróbki cieplno-chemicznej.

Przedostatni rozdział stanu zagadnienia Doktorantka poświęciła omówieniu metod obróbki powierzchniowej stali 316L. Rozdział ten, w mojej ocenie, ma niewielki związek z badaniami własnymi.

Niedoskonałością części literaturowej rozprawy jest brak podsumowania stanu zagadnienia. Rozdział „*Wnioski z analizy danych literaturowych*” jest bardzo ogólny i uważam, że nie stanowi podsumowania stanu wiedzy w przedmiocie badań.

2.3. Cel, teza i zakres pracy

Cel praktyczny pracy Doktorantka sformułowała jasno, dotyczy on wytworzenia na stali austenitycznej 316L warstwy powierzchniowej, o korzystnych właściwościach użytkowych, z zastosowaniem laserowego stopowania wyłącznie borem, a także wybranymi pierwiastkami metalicznymi ze znacznym udziałem boru.

W tezie pracy Doktorantka stwierdza, że dobór odpowiednich parametrów procesów stopowania laserowego stali 316L ze znacznym udziałem boru w materiale stopującym umożliwi:

- 1) *Otrzymanie warstw powierzchniowych charakteryzujących się mikrostrukturą o akceptowalnej jakości, t.j. pozbawionej typowych wad w postaci pęknięć i porów gazowych.*
- 2) *Znaczną poprawę odporności tej stali na zużycie przez tarcie, przy zachowaniu jej dużej odporności korozyjnej.*

Stwierdzenie „akceptowalnej jakości” w pracy naukowej, a taką pracą jest rozprawa doktorska, jest dość niezręczne. Wzrost oporności na zużycie przez tarcie wytypowanej do badań stali 316L, po stopowaniu samym borem lub borem z dodatkami, był moim zdaniem do przewidzenia.

2.4. Metody badawcze

Metodyka badań została szczegółowo opisana, zastosowane w rozprawie metody badawcze oceniam wysoko. Doktorantka scharakteryzowała materiały użyte w badaniach, rodzaje próbek, sposób wytwarzania warstw stopowanych laserowo. Doktorantka wykorzystwała nowoczesną aparaturę badawczą i użyła metod, jakich można oczekiwać w tego rodzaju pracy. Metody badawcze zostały zastosowane celowo i nie budzą zastrzeżeń. Doktorantka dobrze udokumentowała wyniki badań metaloznawczych i uzupełniła je badaniami odporności na zużycie przez tarcie, badaniami kohezji oraz badaniami odporności na korozję, metodą elektrochemiczną, wykonując krzywe polaryzacji w jednomolowym roztworze kwasu siarkowego oraz w wodnym roztworze chlorku sodu.

2.5. Wartość merytoryczna rozprawy

Treść rozprawy wskazuje, że jej realizacja przebiegała zgodnie z przyjętym zakresem pracy. Po omówieniu podjętej problematyki badawczej i określeniu obszaru prowadzonych badań, Autorka sformułowała zakres pracy, który obejmował:

- dobór parametrów laserowego stopowania i wytworzenie warstw,
- badania mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego warstw stopowanych,
- wykonanie profili twardości w warstwach stopowanych,
- zbadanie odporności na zużycie przez tarcie, odporności na korozję oraz kohezji warstw stopowanych.

W części technologicznej badań własnych Doktorantka wytworzyła pięć rodzajów warstw stopowanych laserowo: borem (cztery warianty), borem i dodatkiem fluorku wapnia (jeden wariant), borem i stopem Stellite-6, borem i niklem oraz borem niklem i chromem (po dwa warianty).

Część doświadczalna została rozprawy została szczegółowo usystematyzowana. Jest to niezbędne, gdyż obszar badań był bardzo obszerny, w którym Autorka wykorzystwała wiele metod badawczych. Z uwagi na złożony charakter zachodzących procesów, właściwy dobór metod miał decydujące znaczenie dla powodzenia pracy.

Na podstawie badań wstępnych (rozdział 8.1) Doktorantka wskazała zakres parametrów technologicznych zastosowanych w głównej części badań technologicznych. Stałymi parametrami procesu stopowania były prędkość skanowania wiązką laserową i stopień zachodzenia wiązek, zmiennymi parametrami były: moc wiązki laserowej stosunek rozcieńczenia, zdefiniowany stosunkiem grubości powłoki z materiałem stopującym do średniej głębokości strefy przetopionej.

Rozdziały 8.2 ÷ 8.6 Doktorantka poświęciła omówieniu wyników badań, wymienionych wcześniej rodzajów warstw stopowanych laserowo.

We wszystkich warstwach stopowanych laserowo Doktorantka zidentyfikowała borki żelaza (Fe_2B), chromu (Cr_2B) oraz niklu (Ni_2B) w austenitycznej osnowie ($\text{FeCrNiC}\gamma$), wykorzystując wyniki badań liniowej mikroanalizy rentgenowskiej wykazała, że fazy borkowe są równomiernie rozłożone w strefie przetopionej warstw stopowanej. W warstwie stopowanej borem zidentyfikowała ponadto borek niklu (Ni_3B), a fluorek wapnia (CaF_2) w warstwie stopowanej borem z dodatkiem fluorku wapnia.

W badaniach twardości Doktorantka wykazała, że wyższe twardości uzyskuje się dla niższych wartości stosunku rozcieńczenia. Stwierdza dalej, że dodatek fluorku wapnia powoduje zwiększenie głębokości strefy przetopionej, a najwyższe twardości uzyskano w przypadku warstw stopowanych z borem, niklem i chromem, najniższe dla warstw

stopowanych borem z dodatkiem fluorku wapnia. Warstwy stopowane borem i niklem, miały niższe twardości niż warstwy stopowane borem.

Badania odporności na zużycie przez tarcie wykazały, że wszystkie warstwy stopowane laserowo miały mniejsze wskaźniki zużycia niż stal 316L. Na podstawie analizy charakteru zużycia Doktorantka stwierdziła, że dominującym mechanizmem zużycia badanych warstw jest zużycie adhezyjne i zużycie z udziałem utleniania.

W kolejnych badaniach Doktorantka wykazała, że po procesie stopowania borem dla większego stosunku rozcieńczenia uzyskiwano wyższe odporności na zużycie przez tarcie pomimo niższej twardości strefy przetopionej w porównaniu z warstwą o uzyskaną przy niższym stosunku rozcieńczenia.

W badaniach odporności na korozję Doktorantka wykazała, że zdecydowanie najgorszą odporność w jednomolowym kwasie siarkowym oraz roztworze wodnym chlorku sodu posiadały warstwy stopowane laserowo borem i stopem Stellite-6. Odporność korozyjna pozostałych warstw była nieznacznie gorsza od odporności na korozję stali 316L.

W badaniach kohezji warstw stopowanych laserowo wytworzonych na stali 316L Doktorantka wykazała, że wszystkie warstwy stopowane dla stosunku rozcieńczenia 0,37 charakteryzowały się bardzo dobrą kohezją.

Wszystkie badania warstw wykonano z dużą starannością, wyniki badań omówiono wyczerpująco, miejscami może zbyt drobiazgowo.

Podobnie jak w przypadku części literaturowej, niedoskonałością badań własnych jest brak analizy wyników badań tym bardziej, że ilość badań jest imponująca. Ich dokumentacja i bieżący opis, nie budzą moich zastrzeżeń. Jednak opis i interpretacja wyników poszczególnych eksperymentów, nie powinny zastępować ogólnego posumowania badań i uzyskanych wyników.

2.6. Oryginalność naukowa rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Darii Mikołajczak jest pracą oryginalną, mającą znaczenie poznawcze, jak również użyteczne.

Oryginalnym elementem rozprawy jest opracowanie metodyki wytwarzania warstw stopowanych borem oraz borem, niklem i chromem, Stellite-6 oraz borem i fluorkiem wapnia z wykorzystaniem lasera CO₂.

Oryginalnym elementem jest również wykazanie, że wytwarzane warstwy podwyższając odporność na zużycie przez tarcie, nie pogarszają w istotnym stopniu odporności na korozję stali 316L.

Stopień rozwiązania zagadnienia

Doktorantka osiągnęła postawiony cel pracy. Dla udowodnienia przyjętej tezy pracy, Autorka wykonała szereg badań, stosując różne warianty procesów technologicznych oraz szereg różnych metod badawczych dla oceny budowy warstw stopowanych laserowo.

Opracowane warianty procesów stopowania borem i pierwiastkami metalicznymi, mogą przyczynić się do zastosowań aplikacyjnych procesu stopowania do części maszyn, wykonanych ze stali austenitycznych, od których poza odpornością na korozję wymagana jest również dobra odporność na zużycie przez tarcie.

2.7. Układ treści i opracowanie edytorskie

Układ treści rozprawy, typowy dla prac doktorskich, nie budzi zastrzeżeń. Struktura pracy jest logiczna i konsekwentna.

W zakresie uwag edytorskich, mam zastrzeżenie do czytelności zdjęć na rysunkach ilustrujących zużyte powierzchnie próbek i przeciwpróbek (rys. rys.84, 85, 86 i kolejne w rozdziale 8.4 ilustrujące zużycie) zdjęcia czarnobiałe są mało czytelne.

2.8. Uwagi, wątpliwości i pytania

1. Zakres badań technologicznych obejmujący wytworzenie na stali 316L warstw stopowanych laserowo borem, borem z dodatkiem fluorku wapnia, borem i Setellite-6, borem i niklem, borem niklem i chromem, są moim zdaniem zbyt szerokie. Praca nie straciłaby na wartości, przy ograniczeniu badań do warstw stopowanych laserowo borem, borem, niklem oraz borem niklem i chromem.
2. Dlaczego badaniom poddano akurat stal 316L ?
3. Dlaczego w badaniach elektrochemicznych zastosowano dwa roztwory ?
4. Nawiązując do uwagi nr 1, proszę uzasadnić potrzebę tak szeroko przeprowadzonych badań.

3. Wniosek końcowy

Podsumowując opinię rozprawy doktorskiej mgr inż. Darii Mikołajczak stwierdzam, że treść rozprawy w pełni odpowiada Dyscyplinie Inżynieria Materiałowa. Rozprawa stanowi

oryginalne rozwiązanie problemu naukowego związanego z efektami towarzyszącymi tworzeniu się warstw powierzchniowych w procesie stopowania laserowego. Wyniki badań uzyskane w pracy wskazują możliwość skutecznego podwyższania właściwości użytkowych stali odpornych na korozję. Przedstawiony w pracy materiał badawczy świadczy o dojrzałości naukowej Autorki. Mgr inż. Daria Mikołajczak wykazała opanowanie interdyscyplinarnej wiedzy, różnych metod badawczych oraz umiejętności prowadzenia celowych i skutecznych eksperymentów.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska pt. „*Laserowe stopowanie stali austenitycznej 316L borem i wybranymi pierwiastkami metalicznymi*” spełnia wymagania określone ustawą o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki i wnoszę o dopuszczenie mgr inż. Darii Mikołajczak do publicznej obrony.

Warszawa, dn. 23 grudnia 2019r.



