



dr hab. inż. Anna Sypień, prof. instytutu  
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej  
im. A. Krupkowskiego  
Polskiej Akademii Nauk  
30-059 Kraków

Kraków, 08.09.2023 r.

RECENZJA

ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

**mgr inż. Jarosława Sienickiego**

z tytułu

***„Mikrostruktura i właściwości natryskiwanych zimnym gazem powłok tytanowych do zastosowania w technologiach przyrostowych”***

promotor: dr hab. inż. Wojciech Żórawski, prof. PŚK

promotor pomocniczy: dr hab. Medard Makrenek, prof. PŚK

**Podstawa wykonania recenzji**

Recenzję wykonano na zlecenie Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach, z dnia 13 lipca 2023 roku.

❖ **Charakterystyka ogólna pracy**

W dobie rozwoju zrównoważonych i wydajniejszych technologii gwarantujących minimalne zużycie surowców i energii na rynek cały czas wkraczają alternatywne techniki do konwencjonalnego wytwarzania unikalnych komponentów. Jedną z nich jest technologia wytwarzania przyrostowego (Additive Manufacturing-AM), która daje niepowtarzalne możliwości zarządzania geometrią oraz precyzyjnego kierunkowania wytrzymałości i funkcjonalności takich produktów. Pozwala ona na redukcję do minimum czasu wdrożeń i modyfikacji wytwarzanych elementów jak również umożliwia obniżenie ich masy a co za tym idzie kosztów produkcji. Dzięki eliminacji konieczności wytwarzania narzędzi do nowego produktu wytwarzanie przyrostowe pozwala na skrócenie w łańcuchu dostaw ilości procesów produkcyjnych półfabrykatów dla małych lub eksperymentalnych serii produktu. Wszystkie wymienione zalety technologii przyrostowych są bardzo istotne w aspekcie dostępności i przetwarzania materiałów krytycznych, do których w przemyśle lotniczym należy tytan i jego stopy. Ze względu na trudną sytuację geopolityczną i wynikające z niej ograniczenia w konwencjonalnej aktywności produkcyjnej półfabrykatów tytanowych dla przemysłu lotniczego stała się ona bardzo problematyczna. W kontekście tych problemów oraz dążenia do racjonalnego gospodarowania surowcem w przemyśle lotniczym stosowanie

technik przyrostowych z drogich stopów tytanu jest najbardziej rozwijaną technologią wytwarzania półfabrykatów bliskiego odwzorowania.

W recenzowanej pracy Autor przedstawił wyniki swoich badań nad wykorzystaniem technologii przyrostowej przy zastosowaniu natryskiwania zimnym gazem (Cold Spray CS) do wytwarzania komponentów z materiałów tytanowych. Rozprawa doktorska bardzo dobrze wpisuje się w tematykę obecnie prowadzonych prac badawczych i wdrożeniowych nad implementacją technologii przyrostowych do wytwarzania półfabrykatów o właściwościach spełniających wymogi przemysłu lotniczego. Autor dokonał optymalizacji parametrów natryskiwania zimnym gazem oraz wyznaczenia i weryfikacji parametrów technologicznych umożliwiających wytwarzanie osiowosymetrycznych wyrobów z proszków tytanowych. Wybrana przez niego metoda jest bardzo wydajna i pozwala na ograniczenie wielkości obróbki skrawaniem do operacji kształtująco-wykańczających podczas wytwarzania nowych alternatywnych półfabrykatów. W porównaniu z konwencjonalnymi technikami wytwarzania takich elementów, proces natryskiwania zimnym gazem posiada wiele zalet godnych podkreślenia, a co najważniejsze dzięki wykorzystaniu energii kinetycznej w procesie konsolidacji nie towarzyszy mu topienie materiału wyjściowego, co pozwala na minimalizację ryzyka jego utlenienia i pojawienia się niekorzystnych naprężeń pochodzących od skurczu termicznego.

***Z tego punktu widzenia, rozprawa doktorska Pana Jarosława Sienickiego bardzo dobrze wpisuje się w aktualne trendy badawcze zastępowania konwencjonalnych technik wytwarzania metodami przyrostowymi, które w efekcie mają prowadzić do większej rentowności wielu gałęzi przemysłu. Mieści się ona również w zakresie dyscypliny inżynieria mechaniczna.***

❖ **Ocena merytoryczna i metodologiczna rozprawy**

▪ **Ocena przeglądu literaturowego**

Pod względem merytorycznym praca zasługuje na wysoką ocenę. Zawiera wszystkie istotne elementy w tym uzasadnienie wybranej tematyki. W części teoretycznej została przybliżona problematyka związana z wykorzystaniem tytanu i jego stopów w przemyśle lotniczym. Szeroko opisano proces kształtowania przyrostowego stopów tytanu oraz jego wpływ na własności mechaniczne uzyskanych wyrobów. W przejrzysty sposób przedstawiono genezę i zasadę natryskiwania zimnym gazem jako technologii do kształtowania przyrostowego. Następnie przedstawiono mechanizmy łączenia cząstek stopów metali oraz ich wpływ na właściwości mechaniczne i strukturalne. Podsumowanie tego rozdziału dobrze uzasadnia przedmiot badań i przyjętą metodykę badawczą. Dane literaturowe bazują na aktualnych źródłach, w większości na publikacjach z uznanych czasopism. Taki dobór zagadnień uważam za adekwatny do postanowionego w pracy problemu badawczego i stanowi on wystarczającą podstawę teoretyczną do realizacji podjętego tematu prac badawczych. ***Opracowanie części teoretycznej zostało przedstawione w bardzo przejrzysty i logiczny sposób, dlatego uważam, że zasługuje na wyróżnienie. Stanowi ono wartościowe kompendium wiedzy na temat technologii***

**przyrostowego natryskiwania czystego tytanu i jego stopów oraz zjawisk zachodzących podczas tego procesu.**

▪ **Cele i metodyka badań**

Istotą recenzowanej rozprawy była analiza zjawisk towarzyszących przyrostowemu natryskiwaniu czystego tytanu i stopu Ti-6Al-4V oraz zjawisk wpływających na własności strukturalne i wytrzymałościowe w zależności od zmiennych parametrów technologicznych. Dodatkowo sformułowano cel użyteczny pracy, który zakładał opracowanie metodyki optymalizacji procesu natryskiwania zimnym gazem oraz weryfikację parametrów technologicznych umożliwiających wytworzenie równoosiowych wyrobów z proszków tytanowych. Badania podzielono na trzy etapy:

1. Optymalizacja parametrów procesu, otrzymanie i charakterystyka powłok Ti natryskiwanych przy użyciu azotu ( $N_2$ ).
2. Optymalizacja parametrów procesu, otrzymanie i charakterystyka powłok przyrostowych z proszków Ti-6Al-4V natryskiwanych przy użyciu azotu ( $N_2$ ), helu (He) oraz ich mieszanki ( $N_2+He$ ) w celu selekcji badań kwalifikacyjnych.
3. Badania kwalifikacyjne uzyskanych powłok przyrostowych z proszków Ti-6Al-4V w celu wyboru najkorzystniejszych konfiguracji parametrów natryskiwania dla wytwarzania demonstratorów.

Do badań wykorzystano dwa materiały proszkowe: czysty tytan oraz stop Ti-6Al-4V. Zmieniając parametry natryskiwania tj. temperaturę i ciśnienie gazu, odległość dyszy natryskowej od podłoża oraz prędkość przesuwu dyszy natryskowej otrzymano matrycę parametrów natryskiwania zimnym gazem prowadzącą do uzyskania maksymalnie gęstych i wytrzymałych powłok samonośnych (półfabrykatów). Z powodu wieloczynnikowego charakteru procesu natryskiwania w pracy rozpatrywano tylko te parametry, które w największym stopniu wpływają na właściwości powłoki. Do optymalizacji jakości tego procesu zastosowano w pracy metodę Taguchi'ego, która w istotny sposób umożliwia ograniczenie ilości eksperymentów niezbędnych do zbadania wpływu wielu zmiennych na właściwości badanego obiektu. W rozdziale 6 omówiono zastosowane metody badawcze, aparaturę i parametry do prowadzenia charakterystyki materiałów wyjściowych i powłok po procesie natryskiwania (dla określenia mikrostruktury, składu fazowego, chemicznego, twardości oraz odporności na korozję i zarysowanie). Dobór metodologii badań oraz technik badawczych jest odpowiedni do osiągnięcia założonego celu badawczego a wykonanie ich wymagały od Doktoranta umiejętności w zakresie przeprowadzania ww. pomiarów i doskonałej znajomości samej metody natryskiwania. **Zastosowane techniki badawcze oraz sposób przygotowania preparatów do badań zasługują na wyróżnienie i świadczą o dużej wiedzy i stopniu zaawansowania w wykonywaniu tego typu prac. Pod względem naukowym cel pracy został sformułowany jasno i poprawnie.**

#### ▪ Część doświadczalna rozprawy

Autor rozprawy w pierwszej części opisał szerokie spektrum badań dotyczących mikrostruktury proszku oraz powłok natryskiwanych, ich porowatości, twardości, grubości jak również właściwości antykorozyjnych w zależności od sposobu przygotowania podłoża i parametrów procesu. Autor rozprawy trafnie opisuje wspólne cechy dla powłok tytanowych niezależnych od parametrów procesu natryskiwania oraz mechanizm zakleszczania cząstek na granicy powłoka/podłoże, którego charakter odpowiada za siłę przyczepności powłoki oraz jej szczelność. Przeprowadzone badania wykazały, iż odległość dyszy (D) ma dominujący wpływ na zmienność porowatości powłok tytanowych. Natomiast zwiększanie temperatury i ciśnienia gazu, które są odpowiedzialne za przyrost prędkości i temperatury cząstek w strumieniu powoduje zwiększenie ich impetu uderzenia i tym samym gęstości powłoki. Wykazano, że im wyższe są wartości ciśnienia (P) i temperatury gazu (T) w połączeniu z jak najdalszym odsunięciem dyszy (D) od podłoża tym rezultaty są najkorzystniejsze. Natomiast temperatura i ciśnienie gazu nie odgrywają większej roli, a najmniejsza odległość dyszy tylko nieznacznie oddziałuje na zmianę wartości grubości uzyskanych powłok. Jedynie relatywne znaczenie na grubość można przypisać współdziałaniu prędkości posuwu (V) i odległości dyszy (D). Wyniki testów zarysowania i twardości wykazały, że na ich wartości wpływa siła wiązań koherentnych oraz umocnienie i zgmiot.

Na uwagę zasługuje dogłębna analiza statystyczna współzależności porowatości, zarysowania, twardości i właściwości antykorozyjnych uzyskanych powłok od kluczowych, zmiennych czynników procesu natryskiwania zimnym gazem. Analiza ANOVA i średniej ( $\eta$ ) ( $\pi$ ,  $i_{jk}$ ) została wykonana poprawnie. Do tego celu wykorzystano podejście metodyczne zaproponowane przez Taguchi'ego oparte na dwóch typach czynników: sygnału (kontroli), łatwe do określenia i regulowania oraz szumu (hałas), który odnosi się do czynników ujemnie wpływających na określony cel. Na podstawie tych wskazań wyznaczono predykcyjne wartości parametrów optymalnego procesu natryskiwania dla czystego proszku tytanu. W dalszym etapie badań przeprowadzono badania weryfikacyjne dla parametrów predykcyjnych procesu uznanych za optymalne, które wzbogacono o opracowanie matematycznego modelu stosując korektę poprzez analizę regresji dla 2 zmiennych zależności: porowatość i nanotwardość w funkcji 4 czynników (T, P, D, V). W wyniku tych operacji uzyskano trzy dodatkowe zestawy parametrów procesu, które skonfrontowano z danymi uzyskanymi na drodze empirycznej. Porównanie modelowych i empirycznych wartości obu badanych cech potwierdziło skuteczność opracowanych przez Autora modeli matematycznych do optymalizacji procesu natryskiwania. Następnym etapem w pracy było określenie wpływu stosowanego gazu na własności użytkowe powłok Ti. W procesie natryskiwania zimnym gazem zastosowano azot i hel. Zastosowanie helu poprawiło jakość powłok, jednakże używanie go w praktyce przemysłowej generuje duże koszty eksploatacyjne, dlatego zaproponowano mieszankę obu gazów. Wytypowane parametry wykorzystano do wytworzenia powłok przyrostowych z czystego tytanu oraz stopu Ti-6Al-4V na dwóch rodzajach podłoży: stopu aluminium Al70775 oraz Ti-6Al-4V dla elementu łącznika, popychacza i tulei.

Na duże uznanie zasługuje rozdział dotyczący badań kwalifikacyjnych, przedwdrożeniowych, dla wszystkich zadanych typów konfiguracji natryskiwania, w którym w wyczerpujący sposób przeanalizowano wpływ czynników na własności uzyskanych elementów przyrostowych wykazując, że obróbka cieplna umacniająca ma duży wpływ na ilościową poprawę każdej badanej właściwości (twardość, wytrzymałość, zmęczenie). Wykazano, że wielkość spadku  $\Delta \mu\text{HV}$  badanych natrysków przyrostowych po obróbce cieplnej może być miarodajnym wskaźnikiem poprawy plastyczności. Wyniki badań kwalifikacyjnych obejmowały zarówno dane jakościowe z zakresu badań korozji i tomografii struktur, jak i dane ilościowe testów twardości, wytrzymałości czy prób zmęczeniowych. Dla wszystkich badanych konfiguracji natryskiwania przyrostowego najkorzystniejsze rezultaty osiągnięto dla natryskiwania proszku sferoidalnego ze stopu Ti-6Al-4V przy użyciu azotu.

Na zakończenie przedstawiono komplementarny proces alternatywnego wytwarzania wyrobów tytanowych, jako potencjalny kandydat do przemysłowego wdrożenia do produkcji w przemyśle lotniczym. Przedstawione porównania wykazały, że struktura natryskiwanych półwyrobów cechowała się wysokimi wskaźnikami wytrzymałościowymi porównywalnymi do innych technologii, zbliżając się do danych referencyjnych litego stopu (niemal do 90%).

Badania wykonane i opisane w rozprawie potwierdzają tezę postawioną przez Autora, która zakładała, że za pomocą procesu wysokociśnieniowego natryskiwania zimnym gazem istnieje możliwość wytworzenie wielowarstwowej powłoki tytanowej o właściwościach mechanicznych zbliżonych do właściwości wyrobów tytanowych wytworzonych metodami konwencjonalnymi, w której produkcja przemysłowego półfabrykatu odbywa się poprzez nietermiczną konsolidację proszku. Pracę kończy podsumowanie ze wskazaniem dalszego kierunku badań w tej tematyce. Należy podkreślić, że wszystkie stwierdzenia w podsumowaniu mają pełne potwierdzenie w wynikach badań eksperymentalnych. Pragnę zaznaczyć, że pomimo interdyscyplinarnej złożoności prezentowanych zagadnień lektura rozprawy doktorskiej należy do przyjemności, co niewątpliwie jest zasługą dogłębnego poznania tematyki przez Doktoranta, ale także rzadko spotykanej umiejętności swobodnego i przystępnego prezentowania wieloczynnikowych zagadnień. Niewątpliwie jest to także wynik nienagannej strony edycyjnej i językowej pracy.

Po lekturze pracy nasunęło mi się kilka spostrzeżeń, na które chciałabym poznać opinię Doktoranta:

1. Recenzowana rozprawa doktorska zawiera wiele badań, ale wszystkie ukierunkowane są na rozwiązanie problemu technologicznego. Obszerny i bardzo dokładny opis teoretyczny mechanizmu wiązania pomiędzy powłoką natryskowaną na zimno a podłożem oraz cząstkami powłoki, przedstawiony w rozdziale 4 spowodował niedosyt w części doświadczalnej, w której zabrakło głębszego zbadania tych relacji w odniesieniu do profilu odkształceń oraz wyników wytrzymałościowych i zmęczeniowych uzyskanych powłok. Zastosowanie transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) oraz rentgenowskiej analizy fazowej (XRD) byłoby doskonałym uzupełnieniem badań mikrostrukturalnych oraz pozwoliłoby na weryfikację mechanizmu łączenia podłoża z proszkiem opisanego w części

teoretycznej. W opisie badań kwalifikacyjnych brakuje opisu zmian mikrostrukturalnych na granicy podłoże/powłoka po obróbce cieplnej, która została wykonana na próbkach przygotowkach.

2. W rozdziałach 7, 9 i 10 przy omawianiu szczegółowo wyników badań zabrakło odniesień do danych literaturowych. W zamieszczonym wykazie literatury znajduje się wiele pozycji literaturowych, które doskonale nadają się do prowadzenia dyskusji uzyskanych wyników przez Autora.
3. Str. 207. Autor przedstawia sposób pobrania próbek z uzyskanych powłok do testów rozciągania. Z informacji wynika, że próbki obejmowały powłokę ze stopu tytanu i zostały wycięte prostopadłe do kierunku natryskiwania. Proszę o wyjaśnienie, jaki wpływ na własności wytrzymałościowe miałyby wycięcie próbek zgodnie z kierunkiem natryskiwania. Czy wycięcie próbek z warstwowej powłoki w kierunku prostopadłym do kierunku natryskiwania może być faktycznie odnoszone do materiałów litych? Wiadomo, że powłoka uzyskana w procesie natryskiwania zimnym gazem zbudowana jest z silnie zdeformowanych i spłaszczonych cząstek w kierunku prostopadłym do kierunku natryskiwania. Dodatkowo pomiędzy cząstkami tworzącymi natryskowaną powłokę występują drobne szczeliny a niektóre cząstki mają strukturę martenzytyczną, której płytki skierowane są również w kierunku prostopadłym do kierunku natryskiwania. Czy według Doktoranta te fakty mają duży wpływ na wytrzymałość na rozciąganie uzyskaną w badaniach kwalifikowanych?

Chciałabym nadmienić, że powyższe uwagi mają charakter ściśle dyskusyjny i nie wpływają na moją bardzo pozytywną opinię o przedłożonej rozprawie.

#### **Za najważniejsze osiągnięcia Pana mgr inż. Jarosława Sienickiego w pracy uważam:**

1. Określenie relatywnej ważności istotnych czynników procesu natryskiwania zimnym gazem tj. temperatura i ciśnienie gazu, odległość dyszy, prędkość przesuwu dyszy na krytyczne właściwości powłok przyrostowych uzyskane na podstawie analizy metodą Taguchi'ego.
2. Opracowanie utylitarnego okna parametrów technologii przyrostowego wytwarzania półfabrykatów z tytanu i jego stopu pod kątem zachowania konkurencyjności i maksymalizacji rentowności przez zredukowanie współczynnika BTF oraz skrócenie łańcucha ich dostaw.
3. Ocenę wpływu cech strukturalnych na osiągnięte parametry wytrzymałościowe i zmęczeniowe uzyskanych powłok.

#### **▪ Ocena edytorska pracy**

Rozprawa została napisana w sposób jasny i przejrzysty, a pod względem edytorskim jest wykonana poprawnie. Widać staranność i dokładność w edycyjnej stronie rysunków i tabel. Warto podkreślić bardzo czytelny sposób przedstawiania wyników badań zależnych od wielu zmiennych parametrów. Za pomocą wykresów konturowych i linearnych Autor rozprawy w profesjonalny i przystępny sposób prezentował wnioski z wieloczynnikowych badań. Praca

ma układ typowy dla rozpraw doktorskich i obejmuje stan zagadnienia, cel i tezę pracy, materiał i metodykę badań, wyniki badań wraz z dyskusją, podsumowaniem i wnioskami końcowymi.

#### ❖ Opinia końcowa

W opinii końcowej chciałabym stwierdzić, że recenzowaną rozprawę uważam za wartościową zarówno pod względem naukowym i aplikacyjnym, gdyż jest ona gotowym przepisem dla przemysłu lotniczego jak zastąpić konwencjonalne metody stosowane do wytwarzania półfabrykatów tytanowych. Jest ona również osiągnięciem stanowiącym istotny wkład w stan wiedzy w reprezentowanej dyscyplinie. Zaletą opracowania jest bardzo wnikliwa analiza literatury, która wskazuje kierunki dalszego rozwoju badań nad zastosowaniem technologii przyrostowych w celu ograniczenia kosztowności i zwiększenia rentowności produkcji półfabrykatów dla małych lub eksperymentalnych serii produktu. Cechuje ją oryginalność i szerokie spektrum badań oraz kompleksowy opis zjawisk fizykochemicznych towarzyszących przyrostowemu natryskiwaniu czystego tytanu lub jego stopów. Autor rozprawy ponadto wykazał się bardzo dobrą umiejętnością interpretacji wyników oraz planowania i prowadzenia badań eksperymentalnych. Opanował szereg metod badawczych i metod statystycznych pomagających we wdrażaniu nowych technologii. Sformułowana teza została udowodniona a dobór zastosowanych metod badań był właściwy i odpowiada standardom rozpraw naukowych. Zamieszczone w recenzji uwagi nie umniejszają walorów naukowo-badawczych recenzowanej pracy.

Na podstawie przeprowadzonej oceny rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Jarosława Sienickiego pt. "Mikrostruktura i właściwości natryskiwanych zimnym gazem powłok tytanowych do zastosowania w technologiach przyrostowych" stwierdzam, że spełnia ona wymagania formalne stawiane rozprawom doktorskim, określone w art. 13 ust. 1 Uchwała z dnia 14.03.2003r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U z 2017, poz. 1789 tj. ze zm.).

**Oceniam przedstawioną rozprawę doktorską pozytywnie i wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach o dopuszczenie mgr inż. Jarosława Sienickiego do publicznej obrony. Biorąc pod uwagę poziom naukowy oraz potencjał aplikacyjny rozprawy doktorskiej wnioskuję o jej wyróżnienie.**

Kraków, 12 września 2023

Dr hab. inż. Anna Sypień, prof. instytutu

