

RECENZJA

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Piotra Dywela
pt. " Wpływ parametrów mikroobróbki laserowej na mikrostrukturę oraz właściwości
użytkowe wybranych gatunków stali i stopu aluminium "**

Opracowana na podstawie uchwały nr1/11/2023/2024 i pisma z dnia 10.11.2023r.
Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej „Inżynieria Mechaniczna”
Politechniki Bydgoskiej im. Jana i Jędrzeja Śniadeckich
Prof. dr hab. inż. Dariusza Borońskiego

1. Wstęp i struktura rozprawy doktorskiej

Aktualnie w świecie, a szczególnie w Polsce mikroobróbka laserowa materiałów konstrukcyjnych staje się jedną z popularniejszych zabiegów modyfikacji powierzchni przyczyniająca się do poprawy właściwości użytkowych takich jak właściwości mikromechanicznych, korozyjnych, optycznych czy zużyciowych. W tym aspekcie przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska jest nowatorska i przedstawia rezultaty badań wpływu parametrów laserowej modyfikacji powierzchni (prędkości skanowania i częstotliwości pulsacji) na właściwości użytkowe stali AISI 304, 316, stali dwufazowej 1.4410 oraz stopu aluminium PA4.

Rozprawa podzielona została na 9 podstawowych rozdziałów i napisana na 120 stronach, zawiera 47 rysunków w postaci wykresów, schematów i zdjęć oraz 15 tabel. Na początku rozprawy przedstawiono spis treści, a w końcowej części wykaz wykorzystanej literatury obejmujący 200 pozycji literaturowych głównie zagranicznych. Rozprawa zakończona jest spisem tabel i rysunków oraz streszczeniem w języku angielskim i polskim.

Pierwszy rozdział rozprawy to Wstęp opracowany na 3 stronach, gdzie wskazano aktualne możliwości zastosowania mikroobróbki laserowej. Przedstawiono cel pracy, a następnie sformułowano tezę. Rozdział kończy się syntetycznym opisem zawartości rozprawy.

Rozdział drugi opracowany na 21 stronach dotyczy podstaw oddziaływania promieniowania laserowego z materiałem zwracając uwagę na absorpcje promieniowania mającą istotny wpływ na uzyskane efekty naświetlania. Omówiono technologie laserowej modyfikacji powierzchni ze wskazaniem na zastosowania. Scharakteryzowano rodzaje laserów stosowanych w technice laserowej.

Rozdział trzeci rozprawy opracowany na 5 stronach to ogólna charakterystyka badanych materiałów, stali austenitycznej 304 i 316, stali dwufazowej 1.4410 oraz stopu aluminium Pa4. Przedstawiono informacje dotyczące właściwości fizyko-chemicznych i możliwości ich zastosowania.

Rozdział czwarty opracowany na 16 stronach zawiera metodykę badań, a w tym techniki pomiarowe stosowane przez Doktoranta w badaniach efektów laserowej mikroobróbki tj. dyfrakcja rentgenowska XRD, mikroskopia konfokalna, skaningowa, nanoindentacja, spektrofotometria, spektroskopia Ramana. W dalszej części wyszczególniono wykorzystaną aparaturę badawczą: dyfraktometr rentgenowski PANalitical X-Pert PRO, mikroskop konfokalny LEXT OLS4000, mikroskop skaningowy Quanta 3D FEG, nanotwardościomierz

CSEM-Instruments, spektrofotometr UV-Viss-NIR Carry 5000, spektroskop Ramana Senterra, Bruker Optik.

W rozdziale piątym rozprawy opracowanym na 2,5 stronach Doktorant przedstawia stanowisko do mikroobróbki laserowej składające się z stacji znakującej TruMark 3020 i sposób wykonania modyfikacji laserowej powierzchni próbek.

Rozdział szósty najobszerniejszy opracowany na 24 stronach dotyczy laserowej modyfikacji stali 304 i 316. Doktorant scharakteryzował mikrostrukturę oraz właściwości mikromechaniczne materiałów poddanych mikroobróbce przy różnych parametrach modyfikacji jak prędkość skanowania 10, 100, 1000 mm/s oraz częstotliwość impulsów 20, 50, 80 kHz dla wiązki laserowej zogniskowanej z plamką 50µm. Wskazano, że wymienione parametry obróbki laserowej mają decydujący wpływ na formowanie się struktur na powierzchni teksturowanych podłoży. Zastosowanie niskich wartości parametrów modyfikacji skutkuje powstawaniem niejednorodnych struktur powstałych wskutek przetopień oraz odparowania materiału, czyli ablacji. Z kolei zastosowanie najwyższych prędkości skanowania i częstotliwości powoduje znikome zmiany teksturowanej powierzchni wynikające tylko z przewodnictwa cieplnego ze śladowym udziałem efektów topnienia. Zmodyfikowana powierzchnia posiada zróżnicowaną chropowatość zależną też od parametrów naświetlania. Najwyższe wartości parametrów Ra i Rq uzyskano dla częstotliwości 20 kHz i prędkości skanowania 10 mm/s – Ra=6,68µm, Rq=8,85µm dla stali 304 oraz Ra=7,26µm, Rq=9,03µm dla stali 316. Parametry chropowatości wyjściowe dla badanych próbek wynosiły Ra=0,21µm, Rq=0,31µm dla stali 304 i Ra=0,16µm, Rq=0,25µm dla stali 316. Przeprowadzone badania składu fazowego wykazały występowanie w obu stalach podobnego składu z udziałem fazy austenitycznej, fazy α, tlenków żelaza Fe₂O₃/Fe₃O₄ oraz tlenków chromu. Należało się spodziewać występowania faz tlenkowych ponieważ proces laserowej obróbki przebiegał bez osłony gazowej. Spektroskopia Ramana potwierdziła występowanie wymienionych faz przy największej intensywności fazy austenitycznej i tlenków żelaza Fe₂O₃.

Doktorant przedstawił również efekty modyfikacji dla wiązki rozogniskowanej względem powierzchni próbki o 3 i 6 mm w kierunku ujemnym i dodatnim. Opisane w pracy efekty trudno zidentyfikować ponieważ zmiany powierzchni przedstawione na rys.23 dotyczące stali 304 i rys. 24 dla stali 316 są dokładnie identyczne, inaczej mówiąc są to takie same zdjęcia, prawdopodobnie omyłkowo wstawione. Trudno jest zatem stwierdzić, że jak stwierdza Doktorant przy modyfikacji wiązką rozogniskowaną „dodatnio” mikrostruktura powierzchni różni się diametralnie od mikrostruktury próbek teksturowanych wiązką niezogniskowaną „ujemnie”. Wyniki pomiarów chropowatości powierzchni po modyfikacji przedstawione w tabeli 6 nie wskazują na taką tendencję. Przy rozogniskowanej wiązce należy spodziewać się różnej szerokości ściek laserowych wynikającej z różnej średnicy plamki laserowej dla przyjętych stanów rozogniskowania. Doktorant nie podaje jakie są średnice plamki laserowej na obrabianej powierzchni przy wiązce rozogniskowanej, podaje natomiast średnicę plami dla wiązki zogniskowanej wynosząca 50µm.

Właściwości mikromechaniczne określono na podstawie próby nanoindentacyjnej dla trzech poziomów obciążenia 250, 500 i 1000mN. Krzywe zagłębienia dla większości zmodyfikowanych laserowo próbek prawie pokrywają się z charakterystyką wyznaczoną dla próbek niezmodyfikowanych. Doktorant przedstawił w pracy tylko wykresy dla stali zmodyfikowanych, trudno jest zatem to potwierdzić. Otrzymane wykresy w układzie siła-zagłębienie posłużyły do wyznaczenia charakterystycznych wielkości opisujących właściwości mikromechaniczne, a w tym instrumentalną twardość (HIT) oraz instrumentalny moduł sprężystości (EIT). Twardość HIT najwyższa przy obciążeniu 250mN dla stali 304 wynosiła 2600MPa (304 80 10) przy twardości podłoża 2350MPa, a dla stali 316, 3850MPa (316 80 10) przy twardości podłoża 2400MPa. Najniższa twardość wystąpiła przy

parametrach procesu - prędkość przesuwu 10 mm/s, częstotliwość impulsów 20 i 50 kHz kształtując się na poziomie 66, 131 MPa (stal 304 obciążenie 250 mN), 65, 102 MPa (stal 316 obciążenie 250 mN) tabela 8. Stwierdzono, że dla określonych parametrów modyfikacji ($f=80$ kHz, $v=10$ mm/s) nanotwardość materiału względem podłoża sięga nawet ponad 60GPa. Przypisano to odkształceniom wywołanym wysokociśnieniową falą uderzeniową oraz obecnością twardych tlenków żelaza i chromu. Wyznaczona nanotwardość (HIT) w pobliżu swobodnej powierzchni wykazała gwałtowny jej spadek w obszarze do głębokości 400 nm. W badaniach modułu sprężystości (EIT) stwierdzono skokowy spadek sprężystości wraz ze wzrostem głębokości wgłębnika. Niezależnie od zadanego progu obciążenia wyznaczone wartości EIT są mniejsze od otrzymanych dla stali niezmodyfikowanych. Podobnie jak nanotwardość HIT zmieniają się charakterystyki instrumentalnej sprężystości obniżając się gwałtownie w przedziale 20 do 600 μm , aż do wartości dla materiału niezmodyfikowanego (tabela 9).

Rozdział siódmy rozprawy dotyczy laserowej modyfikacji stali dwufazowej (duplex) 1.4410 opracowany na ośmiu stronach. Doktorant wskazuje na odmienne cechy zmodyfikowanej powierzchni w stosunku do stali 304 i 316. Modyfikowane podłoża stali duplex posiadają lokalne niejednorodności występujące w obrębie mikrorowków wynikające z odmiennego oddziaływania faz ferrytu i austenitu z wiązką laserową. Wraz ze wzrostem prędkości skanowania zmiany te stają się płytsze, a powierzchnia próbki wygładza się. Te obserwacje potwierdzono wynikami badań chropowatości powierzchni. Analiza topografii powierzchni próbek zmodyfikowanych wiązką niezogniskowaną wykazała, że obszar modyfikacji pojedynczego znaku jest większy niż otrzymany przy modyfikacji w ognisku wiązki laserowej. Ponadto stwierdzono, że wszystkie powierzchnie po modyfikacji są stosunkowo gładkie i wraz ze wzrostem odległości położenia próbki od ogniskowej parametry chropowatości maleją. Stwierdzono również brak uprzywilejowanego kierunku rozogniskowania co sprawia że topografia powierzchni jest porównywalna po obu stronach rozogniskowania. Zdjęcia topografii powierzchni zmodyfikowanej przedstawione na rys.39 potwierdzają ten fakt natomiast nie jest wyraźnie widoczny efekt powiększania się szerokości ścieżek laserowych wraz ze wzrostem odległości od ogniskowej. Trudno jest to też ustalić ponieważ Doktorant nie podaje jaka jest średnica wiązki po rozogniskowaniu na powierzchni próbki.

Rozdział ósmy rozprawy to laserowa modyfikacja stopu aluminium (PA4) opracowany na 11 stronach. Do analizy mikrostruktury powierzchni próbek zmodyfikowanych i niezmodyfikowanych wiązką laserową Doktorant po raz pierwszy wykorzystuje mikroskop skaningowy i przedstawia dwa zdjęcia na rys.41. Dla zmodyfikowanej powierzchni trudno się odnieść ponieważ przedstawione zdjęcie (rys.41i) jest ciemne bez wyraźnych oznak mikrobudowy. Stosownie do przyjętych parametrów obróbki laserowej, prędkości skanowania i częstotliwości impulsów, tym samym dostarczonej energii do utworzenia jednego znaku geometria pojedynczych znaków jest nieregularna, a granice oddzielające kolejne ścieżki są trudno rozróżnialne co potwierdzono na pozostałych zdjęciach (rys.41 a-g) z mikroskopu konfokalnego. Wykazano, że wraz ze wzrostem parametrów obróbki laserowej chropowatość powierzchni po modyfikacji obniży się, ale jest i tak ponad trzy krotnie większa niż dla materiału wyjściowego. W badaniach dyfrakcyjnych XRD nie stwierdzono występowania związków tlenkowych, zaznaczając jednocześnie, że nie można całkowicie wykluczyć ich występowania. Występowanie wskazałyby badania spektroskopowe Ramana których Doktorant nie wykonywał. Obecność faz tlenkowych ma jednak związek praktyczny i wpływa na zwiększenie optycznej absorpcji powierzchni skutkując na zmniejszenie współczynnika odbicia. Dlatego Doktorant zdecydował się na rozszerzenie zakresu badań o właściwości optyczne, które mogą mieć zastosowanie praktyczne jako rozpraszające zwierciadła dla światła widzialnego. Próbki poddano badaniom spektrofotometrycznym

i rejestrowano widma odbicia całkowitego TR i rozproszonego DR w zakresie spektralnym 200 do 800 nm. Nie zauważono zmiany całkowitego współczynnika odbicia TR próbek zmodyfikowanych w stosunku do wyjściowego stopu aluminium, natomiast istotnie wpłynęło na poprawę charakterystyk DR (trzykrotny wzrost). Doktorant wskazuje możliwości wykorzystania wysokiego odbicia światła rozproszonego DR jako warstwy do rozproszenia światła z potencjalnym wykorzystaniem na tylnie odbłyśniki ogniw słonecznych. Widma odbiciowe TR Doktorant wykorzystał do analizy kolorometrycznej oraz do obliczenia współczynnika odbicia światła zgodnie z normą PN-EN 410. Pozwoliło to ocenić odpowiednio zmianę barwy i sumaryczną ilość odbijanego światła, co ma istotne znaczenie w zastosowaniu praktycznym. Zmodyfikowane powierzchnie stopu aluminium posiadały różne odcienie szarości. Doktorant wykorzystał badania kolorometryczne do ustalenia wpływu parametrów laserowego procesu modyfikacji na uzyskane koordynaty przestrzeni barw CIE $L^*a^*b^*$. Największy wpływ na obserwowany wypadkowy odcień bieli/szarości ma parametr L^* . Uzyskano wysokie wartości tego parametru dla zmodyfikowanych powierzchni co świadczy o ich jasnej barwie. Podkreśla, że uzyskanie białej barwy w procesie kontrolowanej laserowej obróbki powierzchni jest istotne ze względu na możliwość zwiększenia zdolności odbicia fal długich, a uzyskiwanie czystego białego koloru na podłożach aluminiowych przypisywane jest powstawaniu faz tlenkowych Al_2O_3 . Na podstawie parametrów a^* i b^* obliczono chromatyczność zmodyfikowanych próbek opisującą nasycenie barwy, która dla wszystkich próbek utrzymywała się na stałym poziomie. Przeprowadzona przez Doktoranta laserowa modyfikacja powierzchni próbek ze stopu aluminium wpłynęła znacząco na poprawę współczynnika odbicia którego wartości są trzykrotnie większe od tych dla niezmodyfikowanych podłoży, otrzymano zatem powierzchnie silnie odbijające światło. W moim odczuciu jest to znaczące osiągnięcie Doktoranta w obszarze działalności modyfikacji powierzchni aluminium i jego stopów.

2. Uwagi krytyczne do treści rozprawy

Po szczegółowym zapoznaniu się z rozprawą doktorską przedstawiam następujące uwagi mające wpływ na poziom naukowy i edytorski rozprawy:

1. W rozprawie występują strony, które nie są chronologicznie ustawione, dotyczy to stron 22 i 23 które zostały umieszczone w rozprawie między stroną 27 a 28.
2. W wykazie literatury w cytowanych polskich publikacjach nie występują polskie litery, oznaczenia pierwiastków oznaczono małymi literami, niektóre pozycje literaturowe powtarzają się (np. 169, 190).
3. W rozprawie brakuje wykazu stosowanych oznaczeń.
4. Doktorant przedstawia tezę i cel pracy we wstępie pierwszego rozdziału, tezę w opisowej formie wytłuszczonym drukiem, która zdaniem recenzenta nie jest właściwą formą. Forma tezy powinna opierać się na przypuszczeniu, mającemu ułatwić (naukowe) wyjaśnienie zjawiska; domysł; założenie oparte na prawdopodobieństwie, a wymagające sprawdzenia. Cel pracy postawiony został przed tezą i w sposób mało uwypuklony. W opracowaniach naukowych zwykle teza i cel pracy stawiany jest po analizie stanu problemu i wyróżniony osobnym rozdziałem. Wielu autorów ogranicza się do przedstawienia tylko celu pracy z podaniem jej zakresu zwracając uwagę na cel naukowy i aplikacyjny.
5. W rozprawie Doktorant używa przemiennie pojęć dotyczących procesu laserowej obróbki jak modyfikacja, teksturowanie, znakowanie laserowe, napromieniowanie czy naświetlanie.
6. Wskazane powiększenia zdjęć w podpisach pod rysunkami 20 czy 50 razy jest nieadekwatne do rzeczywistego powiększenia. Przedstawiony na zdjęciach marker jest

- faktycznym wskaźnikiem zastosowanego powiększenia i nie odpowiada powiększeniu wskazanym w podpisie pod rysunkiem.
7. W rozdziale trzecim dotyczącym ogólnej charakterystyki badanych materiałów przedstawiono charakterystykę czystego aluminium (glinu) zamiast badanego stopu PA4.
 8. W podrozdziale 4.2. pod nazwą „Zastosowana aparatura pomiarowa” wskazane jest dołączenie zdjęć wymienionej aparatury ze wskazaniem gdzie się znajduje. To potwierdzić może podejmowaną przez Doktoranta współpracę z innymi jednostkami naukowymi w ramach prowadzonych badań.
 9. W rozdziale piątym dotyczącym wytwarzania próbek należało przedstawić ich wymiary i stan ewentualnych zabiegów cieplnych oraz wyjściowej mikrotwardości i chropowatości którą wskazano dopiero w dalszej części pracy w tabeli 5. Ponadto stacją znakującą jako główne narzędzie do grawerowania stosowana przez Doktoranta do modyfikacji powierzchni TruMark 3020 firmy TRUMPF należało przedstawić na zdjęciu z opisem i wskazaniem jaka jest ogniskowa i rodzaj soczewki, maksymalne pole robocze stolika, minimalna średnica wiązki. Ważną sprawą jest też przedstawienie charakterystyki wiązki laserowej stosownie do wskazanego współczynnika jakości wiązki $M^2 < 1,5$ w tym rozkład intensywności i gęstości mocy wpływających na mikrobudowę modyfikowanej powierzchni oraz średnicę wiązki w polu roboczym ± 3 i 6 mm (wskazana jest tylko średnica wiązki laserowej w ognisku soczewki 50 μm , str.54). W tej części pracy, ewentualnie w kolejnym rozdziale Doktorant powinien zwrócić uwagę i opisać sposób układania i oddziaływania wiązki laserowej w zależności od prędkości skanowania (przesuwu stolika) i częstotliwości powtarzania impulsów laserowych. Ma to istotne znaczenie na liczbę impulsów przy tworzeniu jednego znaku, a tym samym na wielkość pochłanianej energii i tworzenie mikrostruktury. Przykładowo przy prędkości skanowania 1000 mm/s i częstotliwości impulsów laserowych 20 kHz (20 000 strzałów na sekundę) przy średnicy wiązki laserowej 50 mikrometrów w ognisku na jeden znak przypadnie jeden strzał laserowy. Przy 10 mm/s i częstotliwości 20 kHz tych strzałów będzie 100, ale na dystansie 50 mikrometrów z przesunięciem co 0,5 mikrometra. Widać to po kształcie znaków na rysunkach 18g i 19g jako pojedyncze kółka trochę zniekształcone przez sąsiednie ścieżki oraz na rys.18a i 19a, gdzie doszło do stopienia materiału i jego ponownego krzepnięcia. Przy częstotliwości 80 kHz i prędkości skanowania 1000 mm/s na jeden znak przypadnie 4 strzały laserowe z przesunięciem co 12,5 mikrometra, ale o minimalnej energii w impulsie bez efektów topienia lub parowania materiałów rys.18i, 19i.
 10. W szóstym rozdziale pracy występują błędne oznaczenia rysunków (str.51, 61), odwołania do numerów wzorów (str.55), nie zachowano zgodności parametrów chropowatości powierzchni po przeprowadzonej modyfikacji w odniesieniu do tabeli 5 (str.55,56,57), zagłębienie wgłębnika zgodne z tabelą 7 (str.64, 65), wartości modułu sprężystości (EIT) zgodne z tabelą 9 (str. 69).
 11. W rozdziale siódmym „Laserowa modyfikacja stali dwufazowej 1.4410” Doktorant zmienił częściowo parametry modyfikacji powierzchni próbek ograniczając się do prędkości skanowania 20 mm/s (było 10 mm/s) i 100 mm/s (a było jeszcze 1000 mm/s) oraz częstotliwości skanowania 15 kHz (było 20 kHz), 50 kHz i 80 kHz. Nadto nie podaje uzasadnienia dlaczego nie przedstawiono dla tej stali wyników badań twardości HIT i modułu sprężystości EIT oraz spektroskopii Ramana. Rozdział ten opracowany został na ośmiu stronach, co zubożyło jego treść w wyniku pominięcia wymienionych badań.

12. Rozdział ósmy „Laseroowa modyfikacja aluminium (PA4)” w nazwie wymagane byłaby dopisanie słowa stopu aluminium. W tej części pracy Doktorant również nie podaje dlaczego nie przedstawiono dla tego stopu wyników badań twardości HIT, modułu sprężystości EIT i spektroskopii Ramana. Zwiększono liczbę wariantów modyfikacji powierzchni z różnymi częstotliwościami i prędkościami skanowania. Dodano natomiast ze względu na odmienny od poprzednio analizowanych materiałów podpunkt o właściwościach optycznych zmodyfikowanego stopu aluminium. Podczas analizy XRD Doktorant nie stwierdził występowania związków tlenkowych w próbce referencyjnej i modyfikowanych laserowo powierzchniach, co miało miejsce przy modyfikacji stali. Warto dodać, że proces modyfikacji przebiegał w powietrzu bez osłony gazowej, a to w procesie topienia materiału jakim jest stop aluminium ma wpływ na szybkie utlenianie stopionego materiału. Badania spektroskopowe Ramana wykazałyby istnienie takich tlenków, które jak Doktorant zaznacza, występowanie czystego białego koloru na podłożach aluminium jest przypisywane właśnie powstawaniu faz tlenkowych Al_2O_3 . Skromnie przedstawia się udział zdjęć wykonanych przy użyciu mikroskopu skaningowego, tylko w tej części pracy przedstawiono dwa zdjęcia rys.41h,i. Pozostałe zdjęcia ujęte w pracy przedstawiają zmodyfikowane powierzchnie wiązką zogniskowaną i rozogniskowaną uzyskane przy użyciu mikroskopu konfokalnego. Mikroskop skaningowy przy dużych powiększeniach ukazałby wiele interesujących szczegółów modyfikowanej powierzchni jak układ znakowania, budowę struktury po modyfikacji, oddziaływania na siebie kolejnych ścieżek laserowych, efekty ablacji laserowej.
13. Rozdział 9 „Podsumowanie” powinien być rozszerzony o wnioski końcowe.

Wyszczególnione uwagi krytyczne dotyczą przede wszystkim strony wydawniczej rozprawy o którą też należało zadbać. Natomiast merytoryczne aspekty dotyczące określenia wpływu parametrów laserowej modyfikacji próbek na mikrostrukturę, chropowatość powierzchni, skład fazowy, mikrotwardość HIT, sztywność EIT, oraz właściwości optyczne dla stopu aluminium są poprawnie zbadane i opisane łącznie z wpływem różnych czynników na uzyskane wyniki. Można uznać, że uwagi krytyczne nie wpływają negatywnie na całość rozprawy o dobrej wartości naukowej i wskazanych możliwościach zastosowania praktycznego mikroobróbki laserowej powierzchni materiałów.

Uważam, że przedłożona rozprawa może służyć za podstawę do rozpatrzenia wniosku o nadanie Kandydatowi stopnia doktora nauk technicznych. Wobec spełnienia wymogów artykułu 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018r., Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2023 r., poz. 742, 1088, 1234, 1672, 1872 i 2005) formułuję wniosek o dopuszczenie mgr. inż. Piotra Dywela do publicznej obrony opiniowanej pracy jako rozprawy doktorskiej reprezentującej dyscyplinę naukową Inżynieria Mechaniczna.

