



Dr hab. inż. Emilia WOŁOWIEC-KORECKA
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Mechaniczny
POLITECHNIKA ŁÓDZKA
ul. B. Stefanowskiego 1/15
90-537 ŁÓDŹ

Łódź, 25 sierpnia 2023 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej

Pani mgr inż. Karoliny Ostrowskiej

pod tytułem

„Zwiększanie trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania profili aluminiowych z wykorzystaniem azotowania metodą ZeroFlow”

wykonanej pod opieką naukową

Pana Promotora Prof. dra hab. inż. Leszka Małdzińskiego

opracowana na zlecenie

Rady Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Poznańskiej

na podstawie pisma z dnia 3 lipca 2023 roku

Dziekana Wydziału Inżynierii Mechanicznej Pana Dra hab. inż. Olafa Ciszaka, prof. PP

1. Podstawa opracowania recenzji

Recenzję rozprawy doktorskiej mgr inż. Karoliny Ostrowskiej opracowałam na podstawie powołania przez Radę Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Poznańskiej z dnia 3 lipca 2023 roku i stosownego pisma z dnia 3 lipca 2023 roku doręczonego pocztą wraz z egzemplarzem pracy doktorskiej.

Podstawą opracowania recenzji są przepisy Ustawy z 14 marca 2003 roku o Stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule naukowym w zakresie sztuki (Dz.U. 2003 r. nr 65 poz. 595) wraz z poprawkami wniesionymi Ustawą z 27 lipca 2005 roku (Dz. U. 2017 r. poz. 1789) i w zgodzie z wymogami Rozporządzenia Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 19 stycznia 2018 roku w sprawie szczegółowego trybu przeprowadzania czynności w przewodzie

Kontakt:

doktorskim (Dz.U. 2018 r. poz. 261) z uwzględnieniem postanowień art. 179 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 r.: Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 r. poz. 1669 oraz Dz. U. 2019 r. poz. 534).

W świetle przedstawionych przepisów prawa oraz Rozporządzenia Ministra Edukacji i Nauki z dnia 11 października 2022 r. w sprawie dziedzin nauki i dyscyplin naukowych oraz dyscyplin artystycznych (Dz.U. 2022 r. poz. 2202) praca doktorska została zrealizowana w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie **inżynieria mechaniczna** z pewnymi interdyscyplinarnymi elementami dyscypliny inżynieria materiałowa.

2. Zasadność podjęcia tematu oraz ocena oryginalności problematyki

Obróbka cieplna i cieplno-chemiczna niezmiennie są ważnym obszarem światowego przemysłu i stanowią kluczowy etap wytwarzania w niemal każdym sektorze rynku: mechanicznym, narzędziowym, motoryzacyjnym, kolejowym i lotniczym. Samych urządzeń do ulepszania cieplnego w przemyśle światowym u progu trzeciego tysiąclecia pracowało około 200 000 urządzeń. Obróbki cieplno-chemiczne w Stanach Zjednoczonych stanowiły 65% rynku zaś w Polsce procesy hartowania, nawęglania i azotowania obejmowały łącznie 58% rynku, będąc podstawą procesów wytwarzania części maszyn i urządzeń. Przedstawiona mi do oceny rozprawa mgr inż. Karoliny Ostrowskiej pt. „Zwiększanie trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania profili aluminiowych z wykorzystaniem azotowania metodą ZeroFlow” jest pracą w tym kierunku. Przedmiotem niniejszej rozprawy jest wytwarzanie warstw azotowanych metodą regulowanego azotowania gazowego w matrycach do wyciskania profili aluminiowych oraz analiza właściwości tych warstw w aspekcie trwałości eksploatacyjnej. Ponieważ obecnie światowa produkcja aluminium pierwotnego przekracza 67 mln. ton rocznie, rosnąc lawinowo (24 mln ton w 2000 r. i 42 mln ton w 2010 r) oraz według różnych szacunków globalne zużycie aluminium będzie nadal rosło (do końca obecnej dekady średnio o 2,6% rocznie), to podejmowanie działań związanych z lepszym rozumieniem procesów będących częścią tak ważnego sektora przemysłu jak i prób poprawy aktualnego stanu rzeczy jest w pełni zrozumiałe.

Wybór tematyki pracy uważam zatem za uzasadniony. Tak postawione zadanie rozprawy jest ważne ze względów poznawczych, jak również z aplikacyjnego punktu widzenia i należy dołożyć wszelkich starań, aby poznać i rozumieć wszystkie aspekty z tym związane.

Problematykę recenzowanej pracy uważam za trafną, zarówno z punktu widzenia poznawczego, jak i ze względu na możliwości praktycznego zastosowania wyników badań.

3. Ogólna charakterystyka i ocena pracy doktorskiej

Przedstawiona mi do oceny rozprawa liczy 109 stron maszynopisu, podzielonych na 6 rozdziałów, zawierających 6 tabel i 52 ilustracje. Podzielona jest w klasyczny sposób, na część

literaturową oraz obszerną część doświadczalną. Spis literatury obejmuje 91 pozycji, w większości w języku angielskim. Ponad jedna trzecia przywołanych prac powstała w przeciągu ostatnich 10 lat, co pozwala dobrze wnosić o merytorycznym przygotowaniu Kandydatki do podjęcia problematyki badawczej.

3.1. Ocena części literaturowej

Część literaturowa stanowi jeden duży rozdział, podzielony na pięć podrozdziałów. Przedstawiono w nim wybrane zagadnienia opisujące stan wiedzy w obszarze azotowania gazowego, szczególną uwagę przykładając do azotowania metodami regulowanego azotowania gazowego Nitreg oraz ZeroFlow. Przegląd literaturowy uzupełniono wprowadzeniem do tematyki produkcji i eksploatacji matryc do wyciskania profili aluminiowych.

Układ podrozdziałów nie jest zrozumiały podczas pierwszego czytania pracy. Staje się czytelny dopiero w świetle celu pracy, postawionego w rozdziale drugim. Ponieważ podmiotem pracy jest eksploatacja matryc do wyciskania profili aluminiowych a metoda azotowania ZeroFlow jest jedną z metod zwiększania jej trwałości (trwałości eksploatacyjnej), wydaje się, że korzystnym byłoby rozpocząć opis stanu zagadnienia od problematyki matryc. Przemawia za tym również fakt, że rozprawa powstała w dyscyplinie inżynierii mechanicznej i oczekiwaniem Czytelnika jest, że będzie uwypuklać zagadnienia mechaniczne. Niemniej, ta część pracy wyjaśnia w wyczerpujący sposób wszystkie kwestie teoretyczne potrzebne do zrozumienia i analizy części doświadczalnej. Całość opracowania literaturowego napisana jest poprawną polszczyzną a w niektórych fragmentach zaznacza kontekst historyczny, co jest warte pozytywnego podkreślenia. Ostatnie dwa akapity pierwszego rozdziału podsumowują stan wiedzy w obszarze produkcji i eksploatacji matryc oraz definiują lukę poznawczą, która wymaga wypełnienia. Oceniając tę część pracy stwierdzam, że tak przedstawiona część literaturowa stanowi wystarczającą podstawę teoretyczną do realizacji podjętego tematu.

3.2. Ocena części merytorycznej rozprawy

Na podstawie analizy piśmiennictwa, w drugim rozdziale rozprawy, Kandydatka określiła cel pracy, tj. *opracowanie procesu regulowanego azotowania gazowego metodą ZeroFlow matryc do wyciskania profili aluminiowych zwiększającego ich trwałość eksploatacyjną w porównaniu z procesami regeneracyjnego azotowania w warunkach komercyjnych.*

Na podstawie celu Kandydatka określiła 7 zadań badawczych koniecznych do zrealizowania celu:

1. badania wybranych aspektów fizyko-chemicznych azotowania metodą ZeroFlow;
2. analiza zużycia matryc po procesie wyciskania profili aluminiowych oraz wpływu na ich trwałość warstwy azotowanej wytwarzanej dotychczas stosowaną metodą azotowania;

3. zaprojektowanie i wytworzenie próbek odzwierciedlających istotne powierzchnie na matrycach mające wpływ na kształt i jakość profilu aluminiowego;
4. dobór parametrów procesu azotowania z użyciem symulatora ZeroFlow;
5. wykonanie w przemysłowym piecu typu VTR procesów azotowania próbek oraz matryc;
6. badania metalograficzne próbek (obserwacje mikrostruktur oraz pomiary twardości);
7. analiza wpływu właściwości warstwy azotowanej wytworzonej na matrycach do wyciskania profili aluminiowych na trwałość eksploatacyjną tych narzędzi.

Przyjętą metodykę badań przedstawiono w rozdziale trzecim, zaś wyniki badań przedstawiono obszernie w rozdziale czwartym. Rozdział piąty „Aplikacje przemysłowe azotowania metodą ZeroFlow” nie jest bezpośrednio związany z głównym tematem pracy (matryce do wyciskania profili aluminiowych), ale stanowi cenne uzupełnienie informacji o przemysłowych zastosowaniach nowej metody azotowania, którą jest niewątpliwie ZeroFlow. Imponujące wrażenie robi liczba wdrożonych instalacji urządzeń z technologią ZeroFlow na świecie (68 wdrożeń). Z obecności powyższego rozdziału w treści rozprawy wnoszę, że mgr inż. Karolina Ostrowska jest autorką części opisanych wdrożeń, czego w swojej skromności nie zaznaczyła w tekście. Całość pracy podsumowano w rozdziale 6 „Podsumowanie i wnioski”. Po rozdziale podsumowującym, Kandydatka umieściła piśmiennictwo, w większości anglojęzyczne, dobrane właściwie. Pracę dopełnia dołączone streszczenie rozprawy w języku polskim i angielskim.

Podsumowując tę część pracy, stwierdzam, że Autorka z powodzeniem przeprowadziła wielowariantowy eksperyment, opracowała dane empiryczne oraz dołożyła starań, aby wyczerpująco je przedstawić. Opracowane wyniki badań i wnioski uważam za wartościowe oraz stwierdzam, że Autorka rozprawy na drodze badań i eksperymentów zrealizowała cel pracy.

3. Zagadnienia polemiczne i uwagi

Oprócz niewątpliwych zalet przedstawiona rozprawa zawiera pewne nieścisłości, a także sformułowania i ujęcia, które mogą być przez recenzenta postrzegane w inny sposób lub w formie rozszerzonej. Wymieniam je zgodnie z obowiązkiem ciężącym na recenzencie w tym zakresie.

3.1. Uwagi merytoryczne

1. Na str. 14 zamieszczono sformułowanie „Podczas azotowania w atmosferze amoniaku budowa fazowa warstwy azotowanej jest uzależniona od temperatury i potencjału azotowego”. Sformułowanie jest niefortunne, ponieważ azotowanie w atmosferze amoniaku praktykuje się również w procesach pod obniżonym ciśnieniem, przy którym wartość potencjału azotowego nie ma zastosowania. Czy Kandydatka mogłaby przeformułować

powyższy opis w sposób bardziej uniwersalny np. w oparciu o wielkość strumienia azotu do powierzchni azotowanej?

2. Czy Kandydatka mogłaby wyjaśnić, co rozumie przez określenie „proces nierównowagowy” w sformułowaniu „Pod względem termodynamicznym jest to proces nierównowagowy, (...)” (str. 20)?
3. Sformułowanie „L. Małdziński wykazał, że natężenie dopływu amoniaku do retorty pieca nie ma bezpośredniego wpływu na kinetykę wzrostu warstwy, a jedynie na wartości potencjału azotowego, który determinuje kinetykę wzrostu warstwy.” jest niejasne. Jeśli natężenie dopływu ma wpływ na wartość potencjału a potencjał ma wpływ na kinetykę wzrostu warstwy, to wydaje się, że jednocześnie natężenie dopływu ma wpływ na kinetykę wzrostu warstwy. Proszę Kandydatkę o doprecyzowanie tego sformułowania.
4. Czy Kandydatka mogłaby wyjaśnić w jakim celu w piecu do azotowania gazowego ZeroFlow wykonuje się oksydację poprocesową?
5. Dyskusyjne wydaje się umieszczenie rozdziału „Przemysłowy piec typu VTR do azotowania” w części teoretycznej pracy. Rozdział ten opisuje urządzenie posadowione w Laboratorium Obróbki Ciepłno-Chemicznej Politechniki Poznańskiej. W tym kontekście, urządzenie badawcze powinno zostać opisane w części eksperymentalnej, w sekcji Materiały i Metody jako stanowisko badawcze, na którym wykonano eksperymenty. Zamieszczony w następnym podrozdziale opis symulatora azotowania ZeroFlow znajduje się we właściwym miejscu pracy, jednakże wyniki badań wykonanych z użyciem tego symulatora, zebrane w tabeli 1.1, powinny znaleźć się w rozdziale „4. Wyniki badań”. Jeśli wyniki zamieszczone w tabeli zostały uzyskane przez innego badacza niż Kandydatka, w opisie tabeli powinno zostać umieszczone odniesienie literaturowe do pracy źródłowej.
6. W tabeli 4.1 nie podano jednostki dla pomierzonych wartości; recenzent domniemuje, że jednostką był % wag.
7. Tabela 4.2 „Parametry azotowania próbek i matryc” i opis procesów związanych z tą tabelą powinny zostać umieszczone w rozdziale dotyczącym metodyki badawczej zamiast wyników badań.
8. Autorka pracy sumiennie opisała wyniki badań, jednak po przeczytaniu pracy pozostaje niedosyt, że Kandydatka nie zdecydowała się na zamieszczenie w pracy kompleksowej dyskusji wyników. Jak np. na str. 79 Kandydatka poprzestaje na stwierdzeniu: „Zwiększenie wartości potencjału azotowego spowodowało wytworzenie warstwy białej o grubości kilku μm oraz pojawienie się efektu krawędziowego przy dłuższych czasach azotowania. Niższa wartość potencjału azotowego wpływa na uzyskanie cieńszych warstw azotowanych, ale nie

Kontakt:

pojawia się efekt krawędziowy w warstwie.” Proszę Kandydatkę o wyjaśnienie, dlatego tak się dzieje, gdyż właśnie takie wyjaśnienie stanowi najbardziej wartościową część pracy.

9. W rozdziale 4.3.1 „Trwałość eksploatacyjna matryc po azotowaniu” nie jest jasne, czy otrzymane eksperymentalnie różnice między trwałością eksploatacyjną elementów azotowanych metodą klasyczną i metodą ZeroFlow są statystycznie istotne.

3.2. Uwagi edytorskie

Rysunek 1.4 jest niezrozumiały. Nie można również znaleźć innego opisu tego rysunku w źródle literaturowym [41], ponieważ są to materiały nieopublikowane.

W pracy pojawiają się nieliczne niezręczności językowe, redakcyjne i edycyjne.

4. Ocena końcowa

Przytoczone uwagi krytyczne, z których znaczna część ma charakter polemiczny, nie umniejszają pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy. Kandydatka w sposób wystarczający zrealizowała postawiony sobie cel, a tym samym zrealizowała zakres merytoryczny pracy. Stosowane przez Nią metody i techniki badawcze świadczą pozytywnie o Jej dojrzałości naukowej oraz zdolności do samodzielnego zaplanowania i przeprowadzenia eksperymentu. Kandydatka podjęła problem, który ma istotne znaczenie z punktu widzenia poznawczego, trafnie określiła założenia dotyczące jego analizy i z sukcesem zrealizowała badania naukowe.

Na podstawie powyższej opinii o rozprawie doktorskiej mgr inż. Karoliny Ostrowskiej stwierdzam, że wykazała się Ona wiedzą umożliwiającą prowadzenie samodzielnych badań naukowych, natomiast Jej rozprawa jest osiągnięciem oryginalnym i stanowi istotny wkład w stan wiedzy w dziedzinie nauk technicznych, w dyscyplinie inżynieria mechaniczna.

5. Wniosek końcowy

Podsumowując, stwierdzam, że przedstawiona mi do oceny rozprawa doktorska w dyscyplinie Inżynieria Mechaniczna pt. „Zwiększanie trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania profili aluminiowych z wykorzystaniem azotowania metodą ZeroFlow” wykonana przez mgr inż. Karolinę Ostrowską pod kierunkiem naukowym Promotora prof. dra hab. inż. Leszka Małdzińskiego, wykazuje, że:

1. Jej Autorka jest dobrze zorientowana w poruszanej w literaturze problematyce dotyczącej obróbki cieplno-chemicznej metodami azotowania a także problematyce wytwarzania i eksploatacji matryc do wyciskania profili aluminiowych, równocześnie wykazując się przejrzystością prezentowania wiedzy w tym zakresie dyscypliny inżynieria mechaniczna,

2. pozyskała umiejętności stawiania problemów badawczych i właściwego doboru komplementarnego zestawu metod badawczych do ich rozwiązania oraz ich pełnego opracowania praktycznego,
 3. uzyskała wartościowe i oryginalne wyniki badań, o istotnym znaczeniu poznawczym, jak również o walorach aplikacyjnych oraz osiągnęła założony cel naukowy pracy,
- w związku z czym stwierdzam, że opiniowana rozprawa doktorska pt. „Zwiększanie trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania profili aluminiowych z wykorzystaniem azotowania metodą ZeroFlow” **spełnia wymagania określone w Ustawie** o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. 2003 r. nr 65 poz. 595 z późniejszymi zmianami) oraz Ustawie Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 r. poz. 1668 z późniejszymi zmianami), oraz wnoszę o dopuszczenie Autorki rozprawy, Pani mgr inż. Karoliny Ostrowskiej, do publicznej obrony.

Łódź, 25 sierpnia 2023 r.


.....
/dr hab. inż. Emilia Wołowiec-Korecka/

