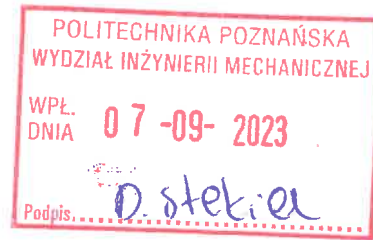


Warszawa, 04.09.2023 r.

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



RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Karoliny Ostrowskiej

pt.: *„Zwiększanie trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania profili aluminiowych z wykorzystaniem azotowania metodą ZeroFlow”*.

Charakterystyka ogólna rozprawy

Opiniowana rozprawa doktorska mgr. inż. Karoliny Ostrowskiej pt.: *„Zwiększanie trwałości eksploatacyjnej matryc do wyciskania profili aluminiowych z wykorzystaniem azotowania metodą ZeroFlow”*, dotyczy zagadnień poznawczych i aplikacyjnych uściślonych w jej tytule. Rozprawa, liczy 109 stron i 70 pozycji cytowanej literatury. W pracy można wyróżnić 5 głównych rozdziałów merytorycznych: *Stan zagadnienia; Cel i zakres pracy; Metodyka badań; Badania własne; Podsumowanie i wnioski* oraz jeden rozdział o charakterze informacyjnym *Aplikacje przemysłowe azotowania metodą ZeroFlow*.

W pracy Doktorantka analizuje i omawia wyniki badań z obszaru inżynierii materiałowej i inżynierii mechanicznej. Zagadnienia przedstawione w rozprawie obejmują opracowanie parametrów i przeprowadzenie procesów azotowania gazowego ZeroFlow, charakteryzację mikrostruktury oraz wybranych właściwości warstw azotowanych jak również badania eksploatacyjne azotowanych matryc. Uwzględnienie w rozprawie badań materiałowych i trwałości eksploatacyjnej, w pracy o charakterze interdyscyplinarnym, są w pełni uzasadnione.

Charakterystyka szczegółowa

Tytuł rozprawy

Tytuł rozprawy dobrze odzwierciedla zróżnicowane prace empiryczne i poznawcze składające się na jej treść. Tytuł ten należy odczytywać w taki sposób, że przedmiotem pracy było zaprojektowanie i wytworzenie warstw azotowanych o strukturze zapewniającej wzrost trwałości narzędzi do wyciskania profili aluminiowych.

Tematyka rozprawy

Tematyka rozprawy jest oryginalna, wychodzi naprzeciw oczekiwaniom przemysłu, jest również naukowo uzasadniona. Rozprawa w swojej treści jest interdyscyplinarna, zagadnienia omówione w rozprawie obejmują dwie dyscypliny tj. budowę i eksploatację maszyn (obecnie inżynieria mechaniczna) oraz inżynierię materiałową. Stąd też w pracy można wyróżnić dwa uzupełniające się wątki związane z eksploatacją i inżynierią materiałową, ściślej inżynierią powierzchni. Obróbki azotujące, zwłaszcza w nowoczesnych rozwiązaniach precyzyjnego automatycznego prowadzenia procesów, są przedmiotem dużego zainteresowania przemysłu. Wyraźnie obserwuje się również wzrost udziału azotowania i jego odmian w obszarze obróbki cieplno-chemicznej części maszyn i narzędzi.

Obecnie, przemysł stawia coraz wyższe wymagania wyrobom, w zakresie powtarzalnych właściwości oraz niezawodności podczas eksploatacji. Takie wymagania mogą spełnić tylko urządzenia sterowane komputerowo wyposażone w system symulacji procesu i jego wyników. W części technologicznej rozprawy Doktorantka korzystała z automatycznego sterowanego komputerowo pieca do regulowanego azotowania ZeroFlow i symulatora kinetyki wzrostu warstwy azotowanej. Z tego też względu temat rozprawy doktorskiej, dotyczący wytwarzania warstw azotowanych o ściśle założonej strukturze należy uznać za bardzo trafny.

Stan zagadnienia

W kolejnych rozdziałach, Doktorantka omówiła zagadnienia dotyczące azotowania gazowego m.in. podstawy procesu, budowę i właściwości warstw azotowanych. Następnie scharakteryzowała stale przeznaczone do azotowania i wymagania dotyczące warstw azotowanych (rozdział 1.1. *Wybrane zagadnienia związane z azotowaniem*).

W rozdziale 1.2. *Stosowane metody azotowania gazowego*, Autorka omówiła odmiany azotowania gazowego. Krótko scharakteryzowała azotowanie w amoniaku, w amoniaku i zdysocjowanym amoniaku oraz amoniaku i azotu, a następnie szczegółowo odmianę azotowania ZeroFlow. W kolejnym rozdziale omówiła, urządzenie do azotowania ZeroFlow oraz budowę i zasadę działania symulatora kinetyki wzrostu grubości warstwy azotowanej.

W rozdziale 1.5 Doktorantka scharakteryzowała, główny przedmiot badań, matryce do wyciskania profili aluminiowych. Podkreśliła ekstremalne warunki pracy tego narzędzia. Temperatura wyciskania do 620°C, a prędkość wyciskania, może osiągać 100 m/min. Doktorantka zwróciła uwagę na złożony charakter obciążeń różnych powierzchni matrycy w

procesie wyciskania. Podczas pracy, matryca narażona jest na zużycie przez tarcie w podwyższonej temperaturze, zużycie adhezyjne oraz chemiczne.

W zakończeniu Doktorantka omówiła krótko wybrane technologie inżynierii powierzchni stosowane w celu zwiększenia trwałości matryc do wyciskania aluminium.

Cel i zakres pracy

Cel pracy sformułowany w rozdziale 2 dotyczy opracowania technologii azotowania ZeroFlow matryc do wyciskania na gorąco profili aluminiowych w celu zwiększenia ich trwałość eksploatacyjnej w porównaniu z procesami azotowania w warunkach komercyjnych. Sformułowany cel pracy, implikował zakres badań obejmujący analizę wybranych aspektów fizyko-chemicznych azotowania oraz analizę zużycia matryc do wyciskania profili aluminiowych. Zakres prac obejmował również zaprojektowanie i wykonanie próbek, które odtwarzały fragmenty matryc, zaprojektowanie i wykonanie procesów azotowania matryc oraz próbek kontrolnych. Na próbkach kontrolnych określano grubość warstwy azotków żelaza, grubość efektywną warstwy azotowanej wg kryterium twardość rdzenia + 50 VH0,1 i twardość powierzchniową. Ostatnim etapem badań były badania eksploatacyjne.

Metody badawcze

Zastosowane w rozprawie metody badawcze oceniam pozytywnie. Doktorantka wykorzystwała nowoczesną aparaturę i użyła metod, jakich można oczekiwać w tego rodzaju pracy. Procesy azotowania gazowego wykonała stosując nowoczesny sterowany komputerowo piec do realizacji procesów ZeroFlow. Skład fazowy przypowierzchniowej warstwy azotków żelaza oceniano w oparciu o wyniki z symulacji procesu. W pracy przewidziano badania struktury warstw azotowanych, twardości powierzchniowej oraz badania eksploatacyjne matryc u producenta profili aluminiowych.

Wartość merytoryczna rozprawy

Treść rozprawy wskazuje, że jej realizacja przebiegała zgodnie z przyjętym zakresem. Po zaprezentowaniu podjętej problematyki badawczej i określeniu obszaru prowadzonych badań (rozdziały 1.1, do 1.5), Autorka na podstawie analizy literatury oraz badań własnych sformułowała cel i zakres pracy (rozdział 2).

Dokonania własne Doktorantki można ująć w 5 grup zagadnień, które, stanowią wyodrębnione rozdziały rozprawy:

1. metodyka badań (rozdział 3),
2. analiza wybranych aspektów fizyko-chemicznych azotowania metodą ZeroFlow (rozdział 4.1),

3. wytworzenie i ocena warstw azotowanych wytworzonych na próbkach i i matrycach (rozdział 4.2),
4. ocena trwałości eksploatacyjnej matryc (4.3),
5. podsumowanie i wnioski (rozdział 6).

W rozdziale 3, dotyczącym metodyki badań, Doktorantka w sposób wyczerpujący przedstawiła: charakterystykę materiałów używanych do badań, rodzaje próbek, urządzenie i sposób wytwarzania warstw w procesach azotowania ZeroFlow. Następnie omówiła metody badań struktury warstw oraz badania eksploatacyjne matryc.

W rozdziale 4.1 Doktorantka omówiła m.in. wyniki badań szybkości zmian wartości potencjału azotowego po zamknięciu dopływu amoniaku. Badania przeprowadziła piecu z retortą ze stali żaroodpornej oraz z Inconelu. W badaniach wykazała, że w piecu z retortą z Inconelu potencjał azotowy uzyskuje nową wartość znacznie szybciej niż w piecu z retortą ze stali żaroodpornej. Doktorantka wyjaśniła przyczynę różnic w szybkości osiągnięcia nowej wartości potencjału azotowego po odcięciu dopływu amoniaku w porównywanych procesach. Długi czas osiągnięcia nowej wartości potencjału azotowego w retorcie ze stali żaroodpornej Doktorantka tłumaczy dość zawile. Twierdząc, że utworzony w procesie dysocjacji amoniaku wodór w reakcji z azotem tworzy amoniak, który hamuje spadek wartości potencjału azotowego. Jako źródło azotu Doktorantka wskazuje retortę naazotowaną w poprzednich procesach. Retorta z Inconelu nie azotuje się, Autorka stwierdza, że nie zachodzi w niej reakcja rekombinacji do amoniaku, a więc brak jest czynnika hamującego spadek wartości potencjału azotowego.

W rozdziale 4.2 Autorka podała parametry pięciu dwustopniowych procesów azotowania matryc oraz próbek kontrolnych, które uzyskała z symulatora ZeroFlow po wprowadzeniu założeń, które obejmowały skład fazowy i grubość azotków żelaza oraz grubość efektywną warstwy azotowanej. We wszystkich wariantach procesów, parametry pierwszego stopnia były takie same ($T=490^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $N_p=15\text{ atm}^{-0,5}$).

Poszczególne warianty procesów różniły się czasem drugiego stopnia i wartością potencjału azotowego ($t=4,5; 55; 100\text{ h}$, $N_p=1,0$ oraz $t=24\text{ i }55\text{ h}$, $N_p=0,4\text{ atm}^{-0,5}$) we wszystkich wariantach procesów temperatura drugiego stopnia wynosiła 550°C . W wyniku tego uzyskano warstwy azotowane o różnych właściwościach, które były skutkiem zróżnicowanej grubości azotków żelaza, grubości efektywnej i twardości powierzchniowej warstwy azotowanej.

W rozdziale 4.3 Doktorantka omówiła wyniki badań eksploatacyjnych matryc, które przeprowadzono w firmie Albatros Aluminium. W badaniach eksploatacyjnych wykazano,

że najwięcej profili aluminiowych, wyciśnięto przez formę azotowaną w procesie, w którym wytworzono warstwę azotowaną bez azotków żelaza (proces I st. $T=490^{\circ}\text{C}$, $t=1\text{ h}$, $N_p=15\text{ atm}^{-0,5}$, II st. $T=550^{\circ}\text{C}$, $t=55\text{ h}$, $N_p=0,4\text{ atm}^{-0,5}$).

Na podkreślenie zasługuje staranność i wnikliwość badań matryc po próbach eksploatacyjnych. Doktorantka zilustrowała na zdjęciach miejsca uszkodzeń matryc po eksploatacji. Wykazała m.in., że w procesie wyciskania występuje przeniesienie materiału wyciskanego profilu na powierzchnię matrycy. Stwierdziła również, że jeżeli warstwa azotowana nie ma azotków żelaza, zużycie powierzchni podczas wyciskania występowało w postaci pęknięć i bruzd a na krawędziach występowały wykruszenia. W przypadku warstwy azotowanej z warstwą azotków żelaza uszkodzenia matrycy były rozleglejsze, a pęknięcia rozprzestrzeniały się poza obszar kontaktu powierzchni z powierzchnią wyciskanego profilu.

Podsumowanie wyników badań i wnioski sformułowano w rozdziale 6. Podsumowanie jest krótkie i bardzo ogólne, natomiast wnioski zbyt szczegółowe.

Ogólnie pozytywna ocena merytorycznej wartości rozprawy doktorskiej mgr inż. Karoliny Ostrowskiej nie zwalnia mnie od pewnych uwag, które nasunęły mi się podczas jej czytania:

- 1) Niektóre sformułowania użyte w rozdziale **1.1.2 Budowa fazowa i właściwości warstwy azotowanej** budzą wątpliwości, **str. 14, 5 wiersz od dołu**, Doktorantka stwierdza cyt. „Faza γ' , w przeciwieństwie do fazy ϵ , charakteryzuje się wysoką twardością i dużą odpornością na ścieranie, ale mniejszą odpornością na korozję”. Chcę zwrócić uwagę, że faza ϵ ma wyższą twardość niż faza γ' , a azotki żelaza są odporne na korozję. W procesie degradacji azotowanej stali, korozji ulega podłoże stalowe, a o skuteczności ochrony przed korozją decyduje szczelność warstwy azotków żelaza. W odróżnieniu od fazy γ' faza ϵ jest najczęściej porowata i nie chroni skutecznie podłoża stalowego przed działaniem ośrodka korozyjnego, w takim stopniu jak np. nieporowata faza γ' .
- 2) **Rozdział 1.3.1, str. 21 wiersz 7 od dołu**, Doktorantka napisała cyt. *L. Małdziński wykazał, że natężenie dopływu amoniaku do retorty pieca nie ma bezpośredniego wpływu na kinetykę wzrostu warstwy, a jedynie na wartości potencjału azotowego N_p , który determinuje kinetykę wzrostu warstwy*. Proszę wyjaśnić, czym determinacja N_p się przejawia.
- 3) **Rozdział 1.3.1 Podstawy metody ZeroFlow – str. 22, 6 wiersz od dołu**, Doktorantka napisała cyt. - *precyzyjna kontrola wartości potencjału azotowego N_p (realizowana*

poprzez kontrolę natężenia dopływu NH_3 do retorty pieca) oraz równowagowy charakter procesu umożliwiając wysoką dokładność w kształtowaniu wytwarzanych warstw o budowie jedno-, dwu- lub trójstrefowej; - proszę wyjaśnić, na czym polega równowagowy charakter procesu i dlaczego umożliwia wysoką dokładność.

- 4) Wyjaśnienia długiego czasu osiągnięcia nowej wartości potencjału azotowego po odcięciu dopływu amoniaku w retorcie ze stali żaroodpornej są, w mojej ocenie, nieuprawnione z kilku powodów: (i) wartości potencjału azotowego i natężenia przepływu przed zamknięciem w każdym w porównywanych procesach są różne, (ii) synteza amoniaku w warunkach ciśnienia atmosferycznego jest bardzo mało prawdopodobna, (iii) azot atomowy tworzący się podczas odazotowania retorty, rekombinuje do azotu cząsteczkowego zanim wejdzie w reakcję tworzenia amoniaku. Taką oryginalną hipotezę należałoby potwierdzić kilkoma eksperymentami.
- 5) Na rys.4.17 pokazano mikrostruktury warstwy azotowanej bez warstwy azotków, natomiast mikrostruktury pokazane na rys. 4.27 c, d posiadają warstwę azotków żelaza o grubości kilku mikrometrów, są to mikrostruktury z różnych miejsc matrycy. Warstwy były wytworzone przy tych samych parametrach. Brakuje mi komentarza.
- 6) Wniosek 1, Stwierdzenie, że budowa fazowa warstwy azotowanej ma istotne znaczenie, jest oczywiście prawdziwe, problem w tym, że nie znalazłem wyników badań składu fazowego.
- 7) Wnioski 2-4, Doktorantka porównuje trwałość matrycy azotowanych w procesie ZeroFlow do trwałości, jakie uzyskiwano w procesach komercyjnych, nie charakteryzując procesów komercyjnych.
- 8) Wniosek 7, nie poparty wynikami badań XRD.

Uwaga o charakterze terminologicznym:

Autorka używa bardzo często terminu, zapożyczonego z j. angielskiego, „biała warstwa” w polskiej literaturze naukowej używa się określenia warstwa azotków żelaza lub węgloazotków żelaza.

Oryginalność naukowa i aplikacyjna rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Karoliny Ostrowskiej jest pracą oryginalną, mającą istotne znaczenie dla praktyki. Oryginalnymi elementami pracy w mojej ocenie są: (i) wykorzystanie symulatora ZeroFlow do wyznaczania parametrów procesów azotowania

dla uzyskania warstw azotowanych o złożonej budowie. Wykorzystanie symulacji, umożliwiło zmniejszenie liczby bardzo czasochłonnych i przez to kosztownych eksperymentów. Należy podkreślić, że czas procesu gwarantujący uzyskanie warstwy azotowanej o wymaganych właściwościach eksploatacyjnych wynosił 56 h bez uwzględnienia czasu nagrzewania i chłodzenia wsadu. (ii) Zaprojektowanie próbek kontrolnych, które odwzorowywały istotne powierzchnie matryc do wyciskania profili aluminiowych wykluczyło to konieczność pozyskiwania próbek do badań metalograficznych z matryc, których wykonanie jest bardzo kosztowne.

Stopień rozwiązania zagadnienia

Oceniam, pozytywnie. Doktorantka osiągnęła postawiony cel pracy. Do osiągnięcia, którego zastosowała ograniczoną, ale wystarczającą, liczbę kosztownych eksperymentów. Opracowane procesy regulowanego azotowania ZeroFlow matryc do wyciskania profili aluminiowych mogą być zastosowane w szerszej skali.

Układ treści i opracowanie edytorskie

Układ treści rozprawy, typowy dla sprawozdania z pracy badawczej. W pracy nie ma podsumowania zagadnienia, które powinno zawierać jego krytyczną analizę. Co prawda Doktorantka napisała, że cel pracy sformułowała na podstawie analizy stanu zagadnienia, szkoda, że nie umieściła analizy w podsumowaniu stanu zagadnienia.

Rozdział 5 *Aplikacje przemysłowe azotowania metodą ZeroFlow* jest interesujący w swojej treści, ale bardziej pasowałby w zakończeniu rozprawy.

Wniosek końcowy

Stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Karoliny Ostrowskiej jest pracą wartościową i pożyteczną przede wszystkim ze względu na praktyczne wykorzystanie wyników badań. Uzyskane przez Doktorantkę wyniki badań wzbogacają dotychczasową wiedzę o możliwościach procesu azotowania gazowego ZeroFlow. Doktorantka osiągnęła założony cel, wykazując przy tym dużą sprawność techniczną.

Rozprawa doktorska mgr inż. Karoliny Ostrowskiej spełnia wymagania przewidziane w Ustawie Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z dnia 20 lipca 2018 r. z późniejszymi zmianami, a jej treść w odpowiada dyscyplinie naukowej inżynieria mechaniczna. Wnoszę o dopuszczenie mgr inż. Karoliny Ostrowskiej do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria mechaniczna Politechniki Poznańskiej.



