

Łódź, 2018-09-05

Dr hab. inż. Jacek Sawicki, prof. PŁ
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Mechaniczny
Politechnika Łódzka
90-924 Łódź
ul.Stefanowskiego1/15

RECENZJA

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Edyty OSUCH-SŁOMKI zatytułowanej:
„Metoda doboru parametrów badania odporności na zużycie ściernie twardych powłok
przeciwzużyciowych”**

1. PODSTAWA OPRACOWANIA

Podstawę opracowania stanowi pismo Dziekana Wydziału Mechanicznego Politechniki Krakowskiej prof. dr hab. inż. Jerzego A. Sładka, podyktowane uchwałą Rady Wydziału z dnia 20 czerwca 2018 r. i dołączona do niego rozprawa doktorska mgr inż. Edyty OSUCH-SŁOMKI pt. „Metoda doboru parametrów badania odporności na zużycie ściernie twardych powłok przeciwzużyciowych”. Promotorem pracy jest dr hab. inż. Remigiusz MICHALCZEWSKI, prof. nadzw., promotorem pomocniczym dr inż. Magdalena NIEMCZEWSKA-WÓJCIK.

2. OMÓWIENIE PRZEDŁOŻONEJ ROZPRAWY

Recenzowana rozprawa napisana została na 144 stronach maszynopisu formatu A4 w języku polskim. Praca składa się w sumie 7 rozdziałów, w tym: 2 rozdziałów przedstawiających stan wiedzy, 5 rozdziałów stanowiących zasadniczą część merytoryczną pracy z analizą wyników i wnioskami końcowymi. Poza wymienionymi rozdziałami w pracy zamieszczono wykaz skrótów i oznaczeń oraz bibliografię. Spis literatury zawiera 144 pozycje, w tym 7 pozycji z udziałem Doktorantki. Prace Doktorantki są tematycznie powiązane z problematyką ocenianej rozprawy doktorskiej.



W przeglądzie piśmiennictwa Doktorantka na wstępie omawia formy i proces zużycia materiałów inżynierskich, przedstawiając szeroko najpowszechniej występujący rodzaj zużywania poprzez ścieranie. Opisuje klasyfikację zużywania ściernego i mechanizmy jego występowania. Następnie Autorka w kolejnym podrozdziale (2.1.1.) przedstawia stosowane w praktyce techniki wytwarzania powłok przeciwzużyciowych oraz ich podział. Naturalną drogą dalszej analizy teoretycznej było omówienie zastosowania powłok przeciwzużyciowych i ich trwałości - odporności na zużycie.

W kolejnym rozdziale (2.2.) przedstawiono dwie powszechnie stosowane metody do badania zużycia ściernego powłok: metodę kula-tarcza i metodę kulotestu. Autorka przedstawiła wiele inicjatyw badawczych mających na celu ulepszenie i poprawę powtarzalności oraz porównywalności testów zużycia dla powyższych metod, jednocześnie wskazując ograniczenia tych metod w zastosowaniu do oceny charakterystyk tribologicznych. W kolejnym rozdziale (2.3.) opisana jest kolejna metoda (ball-cratering) do testowania odporności na zużycie cienkich powłok, według Recenzenta rozdział ten powinien zostać wpleciony we wcześniejszy rozdział 2.2. METODY BADAŃ ZUŻYWANIA ŚCIERNEGO, gdzie Doktorantka opisuje metody badania odporności na zużycie powłok nanoszonych na różne podłoża, a metoda ball-cratering jest jedną z metod do tego typu badań.

W kolejnych podrozdziałach rozdziału 2.3. Autorka wprowadza czytelnika w szczegóły metody ball-cratering bazując na normie PN-EN 1071-6:2008. Opisuje wytyczne, wymagania i zależności matematyczne niezbędne do wyznaczenia współczynnika zużycia ściernego powłoki K_s . Przeprowadza również, krytyczną ocenę tej metody na podstawie literatury oraz badań własnych, wskazując jej ograniczenia i problemy, dla których spełnienie warunków normatywnych stanowi barierę dla powszechnego stosowania metody ball-cratering.

Naturalną drogą dalszej analizy teoretycznej było omówienie metody planowania eksperymentu, która spełniłaby wymagania normatywne dotyczące uzyskania „odpowiedniego” kształtu krateru i uwzględniająca kombinację wielu zmiennych: prędkości, obciążenia oraz drogi tarcia. Autorka w wyniku przeprowadzonej analizy literaturowej oraz własnego doświadczenia zaproponowała podejście metodyczne zaproponowane przez Taguchiego. Podejście to umożliwia w istotny sposób ograniczenie liczby eksperymentów, przy poszukiwaniu optymalnego, ze względu na cel, zestawu wartości zmiennych wejściowych.

W ostatnim rozdziale przeglądu literatury Doktorantka dokonuje podsumowania stanu wiedzy i ujawnia zasadność swoich badań i wstępny zarys celu pracy. Autorka pragnąc uzupełnić wiedzę w tym temacie stwierdziła brak metodyki umożliwiającej realizację badań zużyciowych metodą ball-cratering w odniesieniu do szerokiej grupy powłok



przeciwzużyciowych. Pozwoliło to sformułować cel oraz wytyczyć zakres pracy, który ostatecznie dzięki weryfikacji eksperymentalnej powinien potwierdzić autorski, oryginalny sposób doboru parametrów badań odporności na zużycie ściernie w metodzie ball-cratering.

Realizacja założonego celu pracy, prowadzona była bardzo starannie, o czym świadczy przyjęty w pracy program badań przedstawiony schematycznie w rozdziale 4. W kolejnych podrozdziałach Autorka bardzo rzetelnie prezentuje cały proces przygotowawczy planowania badań poczynając od wyboru materiału i powłok przeciwzużyciowych, ustalenia zakresu zmiennych dla metody optymalizacyjnej oraz zastosowanych metod badawczych do analizy powierzchni. Opracowana i zaproponowana w pracy procedura optymalizacyjna, dotycząca doboru parametrów warunków pracy w metodzie ball-cratering, została ujęta w ośmiu etapach przedstawionych przejrzysto w rozdziale 5.

W rozdziale 6 przedstawiono procedurę doboru wartości parametrów pracy przeprowadzając badania odporności na zużycie ściernie powłok przeciwzużyciowych metodą ball-cratering, według planu eksperymentu wyznaczonego metodą Taguchiego. Przygotowany plan ortogonalny zastosowano dla powłok jednowarstwowych, wieloskładnikowych, wielowarstwowych i układów hybrydowych typu duplex. Kryterium optymalizacji parametrów testu opierał się na uzyskaniu minimalnych błędów względnym pomiaru średnic śladów wytarcia i jednocześnie uzyskaniu stabilnej grubości pierścienia śladu wytarcia powłoki na odcinku czterech dróg tarcia. Po zrealizowaniu planu badawczego zastosowano wieloczynnikową analizę wariancji, w celu zbadania poziomu istotności zmiennych: obciążenia, prędkości obrotowej, drogi tarcia minimalnej i drogi tarcia maksymalnej, na wartość funkcji kryterium Taguchiego E_{ta} . Pozwoliło to na określenie optymalnych warunków parametrów pracy, które następnie zostały zweryfikowane eksperymentalnie.

W celu obserwacji powierzchni obszarów granicznych powłoka-podłoże oraz analizy śladów zużycia, Autorka wykorzystwała szereg urządzeń analitycznych. Wykorzystane metody badawcze pozwoliły określić i zaprezentować mechanizmy zużywania, występujące w analizowanym obszarze granicznym po przeprowadzonych biegach tribologicznych. Doktoranta kompetentnie dobrała metody i techniki badań powierzchni wykorzystywane w inżynierii materiałowej, co pozwoliło, z zastosowaniem metody planowania eksperymentu opracowanej przez Taguchiego, na wyznaczenia optymalnych parametrów testu tribologicznego analizowanych powłok przeciwzużyciowych.

Doktoranta w oparciu o uzyskane wyniki badań przeprowadziła wyczerpującą dyskusję wyników, przedstawiła optymalne parametry testów tribologicznych oraz wyznaczyła współczynniki zużycia ściernego podłoża i badanych powłok. W rezultacie przeprowadzonych

badan mikroskopowych wykonanych na mikroskopie SEM, mikroskopie interferometrycznym WLI oraz mikroskopie sil atomowych AFM zaprezentowała mechanizmy zuzywania, wystepujace w analizowanych obszarach granicznych ukladu: powloka – podloze.

Prace konczy rozdzial 7, w ktorym w oparciu o uzyskane wyniki badan Doktorantka sformulowala wnioski, hedace podsumowaniem zrealizowanego celu pracy.

3. OCENA OGOLNA ROZPRAWY

Recenzowana praca doktorska ma charakter interdyscyplinary laczac w swej tresci metody badawcze stosowane w inzynierii materialowej ze specyfiqa aplikacji w budowie i eksploatacji maszyn w aspekcie rozwiazania problemu oceny odpornosci na zuzycie scierne nowych rodzajow powlok przeciwozyciowych. Tematyka badan jest bardzo aktualna i interesujaca od strony badawczej i aplikacyjnej, w szczegolnosc, ze pomimo istnienia wielu rodzajow urzadzen tribologicznych oraz wytycznych definiujacych procedury badawcze, dobór wartosci parametrów pracy testowego wzgla tarcia dobierany jest indywidualnie dla kazdego rodzaju powloki. Skutkuje to tym, ze uzyskiwane wyniki sa wzajemnie nieporownywalne, cechujq sie znacznym rozrzutem oraz niska powtarzalnoscia i odtwarzalnoscia. Praca ta jest tez odpowiedziq na zapotrzebowanie technologów, ktorzy od wielu lat postulujq o opracowanie nowoczesnej precyzyjnej metody wyznaczania odpornosci na zuzycie scierne powlok o skomplikowanej budowie, w tym: wielowarstwowych, wieloskladnikowych czy hybrydowych (warstwa dyfuzyjna/powloka).

Doktorantka podjela sie wiec rozwiazania niniejszego problemu, wykorzystujac do tego celu metode ball-cratering, poprzez odpowiedni dobór parametrów speiniajacych jednoczesnie wymogi normatywne. Jednym z glownych problemów analizowanych w pracy bylo przyjecie odpowiedniego ukladu eksperymentów badawczych, pod katem rodzaju rozwiazwanego zagadnienia, jak i dostepnych mozliwosci aparaturowych, czasowych, ludzkich i finansowych, tak aby przy mozliwie najmniejszych kosztach uzyskac jak najwiecej praktycznej informacji. Tym samym w istotny sposob ograniczyc liczbe eksperymentów, z kilkuset do kilkudziesieciu, niezbednych do zbadania wplywu wielu zmiennych, a takze wskazac parametry badan o najmniejszym rozrzucie wyników pomiarów.

W przedstawionej do oceny rozprawie doktorskiej mgr inz. Edyty OSUCH-SŁOMKI opracowano metody doboru parametrów badan odpornosci na zuzywanie scierne metoda wycierania kulq w obecności luznego scierniwa (ball-cratering) dla powlok PVD: TiN, CrN, AlTiN, AlCrN, (TiN/AlCrN)x5 oraz ukladów hybrydowych typu: warstwa azotowana/CrN, warstwa azotowana/AlTiN. Do rozwiazania niniejszego zagadnienia Autorka wykorzystala

metodę Taguchiego, co pozwoliło na wyznaczenie optymalnych parametrów testu tj. obciążenia, prędkości obrotowej oraz drogi tarcia. Przeprowadziła również badania warstwy wierzchniej elementów trących po procesie tarcia wykorzystując do tego szereg metod analitycznych tj. mikroskopie optyczną MO, skaningową mikroskopie elektronową SEM, mikroanalizę rentgenowską EDS, optyczną spektrometrię emisyjną z wyładowaniem jarzeniowym GDOES, mikroskopie interferometryczną WLI, mikroskopie sił atomowych AFM.

Przedstawiona do oceny dysertacja stanowi ciekawe ujęcie tematu i zawiera ważne wnioski praktyczne. Stwarza ona możliwość rozwiązania problemu oceny odporności na zużycie ściernie nowych rodzajów powłok, a także stanowi podwaliny dla sposobu doboru parametrów badań dla innych rodzajów powłok i warstw powierzchniowych, na przykład metalicznych, miękkich czy pracujących w styku smarowanym.

Recenzowana rozprawa doktorska jest autorskim, oryginalnym sposobem postępowania, niemającym swojego odpowiednika w wyznaczaniu parametrów pracy węzła tarcia przy obliczaniu współczynnika zużycia ściernego powłok K_c i stanowi wkład Autorki w rozwój inżynierii materiałowej.

Autorka posiada umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej, układ jej dysertacji jest logiczny, poprawny i czytelny, a zawarte w pracy badania naukowe są jak najbardziej celowe i ważne zarówno ze względów poznawczych jak i z punktu widzenia możliwości ewentualnych zastosowań dla innych rodzajów warstw powierzchniowych,

4. USTERKI EDYCYJNE I JĘZYKOWE, PYTANIA MERYTORYCZNE I DYSKUSYJNE

Pod względem językowym praca nie budzi moich zastrzeżeń. Występują jednak drobne błędy i niezręczności językowe, które zaznaczyłem w przedstawionym do recenzji egzemplarzu pracy. Przy pozytywnej ocenie przedstawionej do oceny rozprawy chciałbym zwrócić uwagę na kilka szczegółów:

- 1) Schematy mechanizmów zużywania ściernego przedstawione na rysunku 2.1.4. (str.13) są mało czytelne, co wynika ze złego rzutu aksonometrycznego i połączenia elementów 2D z 3D.
- 2) W podpisie rysunku 2.1.5. (str.13) w opisie zastosowano angielskie nazwy cyt.: „... a) *two-body abrasive wear*, b) *three-body abrasive wear* [12]”, a w tekście Autorka stosuje odpowiednie nazewnictwo polskie.

- 3) W podpisie rysunku 2.1.8. (str.18) Autorka użyła pojęcia *cyt.*; „... *pokrytych laminatem kompozytowym: warstwa azotowana/TiN, ...*” oraz w tekście (str. 18) *cyt.*; „... *W tych zastosowaniach najwyższą trwałość wykazują kompozyty typu warstwa azotowana/CrN.*” - proszę o wyjaśnienie zastosowania sformułowania laminat kompozytowy i kompozyt w kontekście przedstawionych obróbek?
- 4) Na rysunku 2.2.5 (str.25) brakuje legendy – opisu krzywych.
- 5) Wiele rysunków w części teoretycznej dysertacji nie posiada odwołania do literatury albo badań własnych (jak przy rys.2.2.7, rys.2.3.6) np. Rys. 2.1.3; Rys. 2.2.2; Rys. 2.2.6; Rys. 2.3.1; Rys. 2.3.10. Rys. 2.3.11. Rys. 2.3.12-15. Podobna sytuacja występuje w części badawczej, gdzie część wyników badań wcześniej pojawiła się w publikacjach Autorki, jednakże Autorka nie wstawiła odnośników do tej literatury np. Tabela 6.2.13 i Tabela 6.2.14 - patrz literatura [140].
- 6) Na str.55 Autorka na podstawie analiz krzywych rozkładu pierwiastków w warstwie azotowanej wyznaczyła grubości warstwy azotowanej - proszę o wyjaśnienie w jaki sposób wyznacza się umowną grubość warstw azotowanych?
- 7) Na str.66 opisano parametry planu ortogonalnego - proszę o wyjaśnienie czym się kierowano przy wyborze zakresu wartości: obciążenia, prędkości obrotowej, wartości drogi minimalnej d_1 i maksymalnej d_4 ?
- 8) Na str.78 Autorka stwierdza *cyt.*: „*Analizując zdjęcia kraterów, stwierdzono brak przetarcia powłoki (droga d_1), co eliminuje przydatność warunków pracy przedstawione w normie [5] w odniesieniu do powłoki AlTiN.*” - z tabeli 6.2.1 wynika jednak, że dla układów 5-9 przetarcie jest, co pozwala na wykorzystanie zakresu parametrów tych układów do analizy, dlaczego ich nie wykorzystano?
- 9) Na wykresie 6.4.5 (str.117) przedstawiono maksima funkcji E_{a} testu weryfikacyjnego dla powłoki AlTiN/warstwa azotowana. Zgodnie z podejściem Taguchiego określone zostały parametry pracy najkorzystniejsze dla powłoki AlTiN/warstwa azotowana w tym droga minimalna = 60 m - proszę wyjaśnić, dlaczego nie wybrano 48 m, jeżeli funkcja E_{a} osiąga maksimum dla obu tych wartości drogi?

5. KONKLUZJA

Na podstawie powyższej opinii pragnę podkreślić oryginalność tematu i trafność doboru odpowiedniej metodyki badań dla założonego celu pracy. Stwierdzam, że mgr inż. Edyta OSUCH-SŁOMKA wykazała się wiedzą umożliwiającą prowadzenie samodzielnych badań



naukowych oraz umiejętnością ich analizy i interpretacji. Pragnę również podkreślić wartości poznawcze opiniowanej dysertacji, a przede wszystkim jej praktyczny wymiar, który jest propozycją rozwiązania problemu oceny odporności na zużycie ściernych nowych rodzajów powłok.

Podsumowując stwierdzam, że opiniowana rozprawa doktorska mgr inż. Edyty OSUCH-SŁOMKI pt. „Metoda doboru parametrów badania odporności na zużycie ściernych twardych powłok przeciwzużyciowych” spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim przez ustawę „O stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” (Dz. U. Nr 65, poz. 595, z dnia 14 marca 2003 roku z późniejszymi zmianami) i wnioskuję o dopuszczenie do jej publicznej obrony.

Z poważaniem

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'E. Osuch-Słomki', written in a cursive style.