

Prof. dr hab. inż. Jarosław Sęp
Politechnika Rzeszowska
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa

RECENZJA
rozprawy doktorskiej mgr inż. Edyty Osuch-Słomki nt.
„Metoda doboru parametrów badania odporności na zużycie
ścierne twardych powłok przeciwzużybiowych”

I. Podstawy formalne i ogólna charakterystyka rozprawy

Recenzję opracowano na zlecenie Dziekana Wydziału Mechanicznego Politechniki Krakowskiej (pismo M.00-520-145/2018).

Recenzowana rozprawa liczy 144 strony. Jej treść podzielona jest na 7 rozdziałów i oprócz tekstu zawiera 100 rysunków i 63 tabele. Rozdziały główne poprzedza wykaz stosowanych symboli i skrótów, a pracę zamyka wykaz literatury liczący 144 pozycje.

Rozdział pierwszy rozprawy to krótki (niepełne 3 strony) wstęp przedstawiający motywy podjęcia przedstawionych w rozprawie badań. We wstępie wskazano również, że w pracy podjęto się rozwiązanie problemu doboru parametrów metody ball-cratering spełniających wymogi normatywne

W rozdziale drugim zawarto analizę aktualnego stanu wiedzy. Rozdział ten podzielony jest na pięć podrozdziałów i zawiera:

- analizę problemów badań zużywania ściernego węzłów tarcia z naniesioną powłoką,
- opis metod badań zużywania ściernego,
- charakterystykę metody ball-cratering,
- opis zastosowania metody Taguchi w doborze parametrów metody ball-cratering,
- podsumowanie aktualnego stanu wiedzy.

W ramach przeglądu stanu wiedzy wskazano, że zużycie ścierne jest najczęściej występującym rodzajem zużycia tribologicznego. Jednym z najbardziej efektywnych sposobów przeciwdziałania temu zużyciu jest nanoszenie powłok na powierzchnie współpracujących tarciowo elementów. W pracy scharakteryzowano dwie metody wytwarzania takich powłok: CVD oraz PVD. Przedstawiono również zastosowania powłok oraz ich wpływ na zużycie wywołane tarciem. W opisie metod badań zużywania ściernego scharakteryzowano metodę kula-tarcza oraz metodę kulotestu, a następnie obszernie opisano metodę ball-cratering dającą potencjalne możliwości skutecznej, szybkiej i powtarzalnej oceny odporności powłok na zużycie. Problemem jest jednak odpowiedni dobór parametrów tej metody. Stosowna norma nie zawiera wytycznych w jaki sposób dobrać parametry testu, aby spełnić zawarte w niej wymagania dotyczące odpowiedniego kształtu krateru.

Na podstawie bardzo krótkiego przeglądu stosowanych w praktyce planów eksperymentu wskazano metodę Taguchi jako potencjalnie umożliwiającą efektywny dobór parametrów badania metodą ball-cratering.

Rozdział trzeci rozprawy (1 strona) przedstawia cel i zakres pracy. Nie sformułowano hipotezy badawczej. Wskazano, że celem pracy jest sposób doboru wartości parametrów pracy testowego węzła w metodzie wycierania kulą w obecności luźnego ścierniwa w zastosowaniu do wyznaczania odporności na zużywanie ściernie powłok przeciwzużyciowych. Badania ukierunkowano na powłoki wytwarzane metodą próżniowo-plazmowego osadzania oraz osadzanych na dyfuzyjnie wzmocnionej warstwie wierzchniej podłoża. Do przeprowadzenia badań zastosowano metodę planowania eksperymentu opracowaną przez Taguchiego.

W rozdziale czwartym przedstawiono metody i obiekty badań. Rozdział ten podzielony jest na cztery podrozdziały i zawiera:

- program badań w postaci schematu blokowego,
- opis przyczyn wyboru i charakterystykę obiektów badań,
- opis stanowiska do badań zużycia ściernego,
- prezentację metod i aparatury zastosowanej do analizy powierzchni po badaniach tribologicznych.

Do przeprowadzenia badań wytypowano reprezentatywne powłoki jedno- i wielowarstwowe, jedno i wieloskładnikowe oraz układy hybrydowe typu duplex (powłoka/warstwa azotowana jako podłoże). W szczególności badano: powłoki proste (TiN, CrN), powłoki wieloskładnikowe (AlTiN, AlCrN), powłokę wielowarstwową (TiN/AlCrN)x5 oraz powłoki typu duplex (CrN/warstwa azotowana, AlTiN/warstwa azotowana). Próbki na których wytwarzano powłoki metodą próżniowo-plazmowego osadzania wykonano ze stali WCLV (ASTM H13). Przeciwpróbkę w badaniach stanowiła kulka wykonana ze stali 100 Cr6, jako ścierniwo w badaniach zastosowano proszek węglika krzemu. Badania zasadnicze wykonano na stanowisku T-20 o testowym węźle tarcia kula-tarcza. Przeprowadzono również rozbudowane badania powierzchni z wykorzystaniem mikroskopii optycznej, skaningowej mikroskopii elektronowej, mikroanalizy rentgenowskiej, optycznej spektrometrii emisyjnej z wyładowaniem jarzeniowym, mikroskopii interferometrycznej, profilometrii oraz mikroskopii sił atomowych. W tej części rozprawy zamieszczono także wyniki badań warstwy powierzchniowej próbek z osadzonymi wytypowanymi do badań powłokami. Badania zostały przeprowadzone z wykorzystaniem SEM oraz optycznego spektrometru emisyjnego z wyładowaniem jarzeniowym (GDOES).

W rozdziale piątym na dwóch stronach przedstawiono proponowany schemat doboru parametrów. Zawiera on opis schematu postępowania zastosowanego w opracowanej metodzie badania odporności powłok na zużycie ściernie.

Rozdział szósty rozprawy to z kolei prezentacja wyników przeprowadzonych badań wraz z dyskusją i analizą. Dla każdej z wybranych powłok (jednowarstwowych, wieloskładnikowych, wielowarstwowych oraz hybrydowych typu duplex), przedstawiono i omówiono wyniki badań dotyczących:

- opracowania ortogonalnego planu badawczego,
- doboru parametrów badań z wykorzystaniem podejścia Taguchiego,
- weryfikacji poprawności doboru przyjętych parametrów,
- właściwości mechanicznych powłok,
- stanu powierzchni po próbach tribologicznych,
- identyfikacji mechanizmów zużycia powłok,
- stanu kulistej przeciwpróbki po badaniach zużycia powłoki.

Zakres przeprowadzonych badań jest szeroki, prezentacja wyników jest przejrzysta, a ich interpretację ułatwia wysokiej jakości materiał graficzny i ilustracyjny (fotografie, wykresy, schematy, tabele). Rozdział ten zawiera także dyskusję wyników badań, gdzie porównano właściwości badanych powłok.

W rozdziale siódmym, zamykającym główną treść rozprawy, znajdują się wnioski końcowe oraz kierunki dalszych badań.

II. Ocena merytoryczna rozprawy

2.1. Aktualność i znaczenie podjętej tematyki

Zużycie tribologiczne jest najczęstszą przyczyną utraty właściwości użytkowych elementów maszyn i urządzeń. Jednym ze sposobów przeciwdziałania temu rodzajowi zużycia jest odpowiednie ukształtowanie w trakcie realizacji procesów technologicznych warstw powierzchniowych współpracujących tarciowo części. Jedną z najefektywniejszych technologicznych dróg ograniczania zużycia tribologicznego jest nakładanie odpowiednich powłok na podstawowy materiał konstrukcyjny. Współcześnie w wielu systemach technicznych, nie ma możliwości wyselekcjonowania jednego materiału, który zapewniłby zadowalającą odporność na czynniki destrukcyjne występujące w trakcie eksploatacji. Jednym z najczęściej stosowanych sposobów poprawy właściwości materiału podstawowego, który spełnia znaczną część stawianych wymagań, jest nałożenie powłoki uzupełniającej brakujące cechy. Technologie powłokowe cały czas rozwijają się bardzo intensywnie, w wielu przypadkach pojawia się problem oceny i porównywania właściwości powłok. Dotyczy to w całej rozciągłości również właściwości tribologicznych. Potwierdzeniem tych faktów są międzynarodowe przedsięwzięcia zmierzające do opracowania szybkiej i powtarzalnej metody badania charakterystyk tribologicznych, w tym odporności na zużycie ściernie, cienkich powłok przeciwzużyciowych. Jednym z przyjętych zaleceń jest stosowanie w tym celu układu testowego kula-tarcza oraz metody nazwanej ball-cratering. Nie powstały jednak zalecenia definiujące procedury badawcze na tyle precyzyjnie, aby możliwe było porównywanie wyników uzyskanych w różnych laboratoriach badawczych. Aby takie porównywanie było możliwe warunki prób muszą być ściśle zdefiniowane. Mimo obiecujących wyników badań w dalszym ciągu barierą do powszechnego zastosowania metody ball-cratering do oceny odporności na zużycie ściernie powłok o różnej budowie jest brak precyzyjnych wytycznych do doboru parametrów pracy testowego węzła tarcia.

W rozprawie podjęto zagadnienie rozwiązania problemu doboru parametrów metody ball-cratering w taki sposób, aby można było sformułować dla niej wymogi normatywne. Jest to istotny, ważny i aktualny problem naukowy. Stwierdzam, że podjęta w rozprawie problematyka jest aktualna, a także ma istotne znaczenie naukowe oraz odniesienia praktyczne.

2.2. Realizacja badań i uzyskane rezultaty

Praca w zdecydowanej większości ma charakter eksperymentalny. Do badań wytypowano jeden materiał (stal WCLV) oraz siedem różnorodnych powłok (TiN, CrN, AlTiN, AlCrN, (TiN/AlCrN)_{x5}, CrN/warstwa azotowana, AlTiN/warstwa azotowana). Przed testami zasadniczymi przebadano warstwy powierzchniowej próbek z wykorzystaniem SEM oraz optycznego spektrometru emisyjnego z wyładowaniem jarzeniowym (GDOES). Następnie przeprowadzono badania

odporności na zużycie ścieme metodą ball-cratering, każdorazowo tak dobierając parametry próby aby zminimalizować błąd względny różnicy pomiędzy największą i najmniejszą średnicą śladu zużycia przy jednoczesnym odpowiednim wymiarze średnicy wewnętrznej, oznaczającej przetarcie powłoki. W analizach rozważano cztery parametry charakteryzujące próbę tarciovą: obciążenie, prędkość obrotową, minimalną oraz maksymalną drogę tarcia. Minimalizację wspomnianego powyżej błędu przeprowadzano stosując plan badawczy i podejście optymalizacyjne opracowane przez Taguchiego. Dla wskazanych czterech czynników warunkujących efekt końcowy i przy przyjęciu trzech poziomów zmienności dla każdego z nich, zasadniczy plan eksperymentu uwzględniał dziewięć kombinacji. Dodatkowo w celu identyfikacji zjawisk w strefie styku tarciovego i mechanizmów zużycia dla każdego wariantu powłoki przeprowadzono badania warstwy powierzchniowej obejmujące:

- wykonanie fotografii na mikroskopie optycznym ,
- zobrazowanie kształtu krateru w układzie 2D oraz 3D przy wykorzystaniu mikroskopu interferometrycznego,
- obserwację powierzchni przy wykorzystaniu skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM),
- analizę powierzchniowego rozkładu pierwiastków z wykorzystaniem mikroanalizy rentgenowskiej (EDS),
- obserwację powierzchni przy wykorzystaniu mikroskopu interferometrycznego,
- obserwację powierzchni przy wykorzystaniu mikroskopu sił atomowych (AFM).

Przeprowadzone badania umożliwiły w każdym analizowanym przypadku na taki dobór parametrów próby tarcioviej, który dawał możliwość uzyskania zakładanego poziomu błędu względnego różnicy pomiędzy największą i najmniejszą średnicą śladu zużycia. Z powodu różnych właściwości badanych powłok dla każdego przypadku, co zrozumiałe, są to inne parametry. Dodatkowo zrealizowane badania dały możliwość porównania odporności powłok na zużycie ścieme, a także identyfikację zjawisk w strefie styku tarciovego i identyfikację mechanizmów zużycia.

Zakres, metodyka i poziom naukowy badań oraz analiza uzyskanych wyników całkowicie wypełniają wymagania stawiane w tym zakresie rozprawom doktorskim. Uzyskane wyniki mają znaczną wartość naukową oraz aspekty praktyczne. Na ich podstawie można stwierdzić, że w pracy rozwiązano oryginalny problem naukowy polegający na opracowaniu i weryfikacji autorskiej metody doboru parametrów badania powłok metodą ball-cratering w celu oceny ich odporności na zużycie ścieme. Autorka rozprawy potwierdziła umiejętność samodzielnego prowadzenia badań naukowych, a praca kwalifikuje się do dyscypliny naukowej Budowa i Eksploatacja Maszyn. Wobec powyższych recenzowana rozprawa doktorska może być podstawą do nadania stopnia naukowego doktora nauk technicznych.

2.3. Strona edytorska i redakcyjna pracy

Praca napisana jest poprawnym i zrozumiałym językiem. Opracowanie edytorskie i redakcyjne jest bardzo staranne. Dopatrzyłem się bardzo nielicznych i drobnych usterek w tym zakresie:

- str. 15, druga linijka od dołu: „trybologicznych”, powinno być: „tribologicznych”,
- str. 20, trzeci akapit od dołu: „zużycie abrazyjne”, powinno być: „zużycie ścieme”
- str. 25, pierwszy akapit: „...potwierdziły ich rolę na otrzymane wartości...”, powinno być: „...potwierdziły ich wpływ na otrzymane wartości...”,
- str. 25, trzecia linijka od dołu: „przyrząd pomiarowy”, powinno być: „urządzenie pomiarowe”,

- str. 38, drugi akapit: "...zużywanie przez toczenia ...", powinno być: "...zużywanie przez toczenie...";
- str. 43, trzeci akapit: „w obszarze budowy i eksploatacji maszyn”, lepsze sformułowanie: „w budowie i eksploatacji maszyn”,
- str. 60, drugi akapit: „w głąb badanej powierzchni”, powinno być: „w głąb od badanej powierzchni”,

W tytułach podrozdziałów 6.1.2, 6.2.2, 6.3.2, 6.4.2 określenie „stosując podejście Taguchiego” nie pasuje stylistycznie do reszty sformułowania. Również cel pracy (str. 48) byłby wyrażony precyzyjniej, gdyby użyto sformułowania „opracowanie sposobu” zamiast „sposób”. Innym drobnym niedociągnięciem jest występujący w niektórych miejscach tzw. tekst wiszący (np. str. 10-14, 29, 65).

Generalnie układ pracy jest prawidłowy. Pewne wątpliwości w tym zakresie może budzić zamieszczenie wyników badań powłok w rozdziale 4, jeszcze przed opisem ich metodyki. Podobna uwaga dotyczy wyodrębnienia bardzo krótkiego (2 strony) rozdziału nr 5.

Cytowana literatura jest wystarczająca i aktualna. Nasuwa się pytanie w jaki sposób dokonano uporządkowania cytowanej literatury?.

Wymienione kwestie nie mają najmniejszego negatywnego wpływu na zrozumienie przekazywanych w rozprawie treści.

2.4. Uwagi krytyczne i dyskusyjne

Całość rozprawy oceniam pozytywnie, jednak lektura jej treści nasuwa pewne uwagi o charakterze krytycznym i dyskusyjnym, które przedstawiono poniżej.

1. Przeprowadzone badania wskazują, że dla każdej powłoki otrzymano inne warunki prób, które są uznane za optymalne. Jest to oczywiście konsekwencją różnych właściwości powłok, ale czy nie powoduje to zagrożenia dla porównywalności otrzymanych wyników?

2. Na schemacie przedstawionym na str. 10 brakuje zużycia ciepłego.

3. W pracy kilkakrotnie użyto opisu jakościowego w odniesieniu do cech i wielkości, które można wyrazić liczbowo. Przekaz będzie wtedy bardziej precyzyjny i zrozumiały. Chodzi tu przykładowo o sformułowania: „radikalne zmniejszenie” (str. 25), „zdecydowany sposób ograniczyło” (str. 25), „duże rozrzuty” (str. 26), „długi czas testu” (str. 26), „wysoki błąd pomiaru” (str. 27), „niskie wartości odchylenia standardowego” (str. 69)

4. W pracy nie ma precyzyjnego uzasadnienia dlaczego na materiał próbek wybrano do badań stal WCLV. Wydaje się także, że można wskazać bardziej merytoryczne przyczyny doboru powłok do badań niż możliwości ich wytwarzania Instytucie Technologii Eksploatacji – PIB.

5. Zawarte na str. 27 sformułowanie „Zaznaczono rozrzut wyników, który charakteryzuje się wysokim błędem pomiaru” nie jest precyzyjne.

6. Na str. 38 znajduje się odesłanie do wyników badań z rozdziału 6, a wcześniejsze zdanie brzmi jak wniosek z przeprowadzonych badań. Jest zamieszczone zbyt wcześnie.

7. Fragmenty wniosków nr 3 i 4 dotyczące porównania pracochłonności opracowanej metody z dotychczas stosowanymi są zapewne prawdziwe, ale nie wynikają bezpośrednio z pracy. Rozprawa nie zawiera wyników badań porównawczych opracowanej metody z innymi stosowanymi w podobnych celach.

8. Czy na podstawie przeprowadzonych badań można opracować już stosowne zalecenia normatywne, czy też potrzebne są badania uzupełniające?

Powyższe uwagi dyskusyjne i krytyczne są elementem dyskusji naukowej i nie wpływają na wysoką ocenę poziomu merytorycznego rozprawy

III. Podsumowanie i wniosek końcowy

W pracy doktorskiej autorstwa Edyty Osuch-Słomki podjęto interesujący i aktualny temat dotyczący opracowania sposobu doboru parametrów metody wyznaczania odporności na zużycie ściernie cienkich powłok przeciwzużyciowych. Przeprowadzone badania i analizy pozwalają na stwierdzenie, że Autorka rozwiązała oryginalny problem naukowy związany z podejmowanym problemem. Autorka rozprawy potwierdziła także umiejętność samodzielnego prowadzenia badań naukowych.

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa spełnia wymogi stosownej Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach naukowych i tytule w zakresie sztuki. Wnioskuje zatem o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

