



Politechnika Łódzka
Instytut Inżynierii Materiałowej



Łódź, 03 grudnia 2021 r.

dr hab. inż. Emilia Wołowicz-Korecka, prof. PŁ
Instytut Inżynierii Materiałowej
Politechnika Łódzka
Dyscyplina: Inżynieria Materiałowa

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Dominiki Panfil-Pryka,
pt. „Laserowa modyfikacja warstwy azotowanej gazowo wytworzonej na stali 42CrMo4”

Recenzja wykonana na zlecenie Dziekana – Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa
Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Technicznej Politechniki Poznańskiej

Recenzję rozprawy doktorskiej mgr inż. Dominiki Panfil-Pryka opracowałam zgodnie z uchwałą Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Poznańskiej, na zlecenie Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Technicznej i Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa, Pana dra hab. Mirosława Szybowicza, prof. PP, na podstawie pisma z dnia 13.10.2021 r.

1. WSTĘP

Obróbka cieplna i cieplno-chemiczna są niezmiernie ważnym obszarem 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 odnotowano około 200 000 urządzeń. Obróbki cieplno-chemiczne np. w USA stanowiły 65% rynku, zaś w Polsce hartowanie, nawęglanie i azotowanie obejmowały łącznie 58% rynku, będąc podstawą procesów wytwarzania części maszyn i urządzeń. Przedstawiona mi do oceny rozprawa mgr inż. Dominiki Panfil-Pryka pt. „Laserowa modyfikacja warstwy azotowanej gazowo wytworzonej na stali 42CrMo4” jest pracą w tym kierunku. Jej przedmiotem jest wytwarzanie i właściwości modyfikowanych warstw azotowanych gazowo, a więc działanie w kierunku rozwoju metody powszechnie uznanej i stosowanej. 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.

Sposób realizacji pracy i przeznaczenie jej wyników pozwalają stwierdzić, że **oceniana praca może być pracą doktorską nauk technicznych w specjalności Inżynieria Materiałowa.**

2. OCENA PRACY DOKTORSKIEJ

2.1. CHARAKTERYSTYKA OGÓLNA PRACY

Przedstawiona mi do oceny rozprawa liczy 189 stron, ilustrowana jest 12 tabelami i 84 ilustracjami. Podzielona jest w klasyczny sposób, na część literaturową (str. 10–59) oraz obszerną część doświadczalną (str. 60–179). Spis literatury obejmuje 113 pozycji, w większości w języku angielskim. Ponad połowa przywoływanych prac powstała po 2000 r., co pozwala dobrze wnosić o merytorycznym przygotowaniu Kandydatki do podjęcia problematyki badawczej.

Na podstawie analizy piśmiennictwa Kandydatka określiła tezy pracy:

1. Dobór odpowiednich parametrów laserowej obróbki cieplnej umożliwi wytwarzanie laserowo modyfikowanych warstw azotowanych z przetopieniem i bez przetopienia.
2. Możliwe jest otrzymanie modyfikowanych laserowo warstw azotowanych charakteryzujących się zwiększoną twardością i zwiększoną odpornością na zużycie przez tarcie.
3. Laserowa modyfikacja warstwy azotowanej bez przetopienia prowadzi do poprawy mikrostruktury i właściwości strefy związków, a zwłaszcza azotków ϵ -Fe₂-3N.

Z przedstawionych tez wynika cel główny pracy, którym jest wytworzenie na stali konstrukcyjnej 42CrMo4 warstw hybrydowych o korzystnych właściwościach użytkowych, z zastosowaniem regulowanego azotowania gazowego oraz laserowej obróbki cieplnej z przetopieniem i bez przetopienia. Na jego podstawie Kandydatka określiła sześć zadań badawczych koniecznych do zrealizowania celu.

2.2. OCENA CZĘŚCI LITERATUROWEJ

Część literaturowa pracy została podzielona na trzy rozdziały. Rozdział pierwszy jest wprowadzeniem do tematyki rozprawy. Rozdział drugi stanowi zasadnicze studium literaturowe oraz analizę stanu wiedzy. Rozdział ten podzielono na cztery podrozdziały omawiające po kolei: ogólne zjawiska związane z azotowaniem, azotowanie gazowe, jarzeniowe, niskociśnieniowe oraz laserowe, przy czym główny nacisk położono na zagadnienia azotowania gazowego, ściśle związanego z przedmiotem rozprawy. Ostatni podrozdział rozdziału 2 poświęcono zastosowaniom obróbek laserowych do wytwarzania warstw powierzchniowych. Cennym elementem rozprawy jest rozdział 3 „Wnioski z analizy danych literaturowych”, w którym Kandydatka stara się podsumować i uporządkować zebrane informacje.

Oceniając tę część pracy stwierdzam, że tak przedstawiona część literaturowa stanowi wystarczającą podstawę teoretyczną do realizacji podjętego tematu.

2.3. OCENA CZĘŚCI MERYTORYCZNEJ ROZPRAWY

Kandydatka, pragnąc wypełnić lukę poznawczą istniejącą w piśmiennictwie, stawia sobie za cel charakterystykę przebiegu modyfikowanych laserowo warstw azotowanych oraz właściwości uzyskanych warstw. Część badawcza pracy została zrealizowana w sześciu etapach:

1. Dobór parametrów laserowej obróbki cieplnej z przetopieniem i bez przetopienia warstwy azotowanej,
2. Wytworzenie warstw hybrydowych (modyfikowanych laserowo warstw azotowanych),
3. Analiza mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego wytworzonych warstw,
4. Analiza właściwości użytkowych wytworzonych warstw,
5. Opracowanie modelu matematycznego opisującego wpływ mocy wiązki laserowej i szybkości skanowania na szerokość i głębokość strefy przetopionej oraz strefy wpływu ciepła wraz z weryfikacją,
6. Oszacowanie głębokości strefy przetopionej i strefy wpływu ciepła, z zastosowaniem modelu Ashby'ego i Esterlinga.

Kandydatka prowadziła badania na stali 42CrMo4, na której wytworzono warstwy azotowane, zawierające strefę związków $\epsilon+(\epsilon+\gamma')$ (20 μm lub $<9 \mu\text{m}$) oraz strefę dyfuzyjną. Próbkę z wytworzoną warstwą poddawano laserowej obróbce cieplnej, w połowie przypadków celowo doprowadzając do przetopienia warstwy. Uzyskane warstwy hybrydowe badano pod kątem mikrostruktury, składu fazowego, twardości, odporności na zużycie i kohezji. Badano również charakterystyki uzyskanych ścieżek laserowych i podjęto próbę ich modelowania.

Metodykę eksperymentu opisano w piątym rozdziale rozprawy, wyniki badań przedstawiono w rozdziale szóstym a następnie podsumowano je w rozdziale 7. Część metodologiczną opisano sumiennie i obszernie, lecz nieprzejrzyście. Szkoda, że Kandydatka nie zebrała najważniejszych założeń eksperymentu w tabeli/tabelach, która obrazowałaby całość Jej koncepcji badawczej. Przedstawiony kilkunastostronicowy opis, pełen szczegółów i niuansów wymaga kilkakrotnego czytania do pełnego zrozumienia. Zamieszczone w metodologii fragmenty wyników badań i ich omówienia (np. w podrozdz. 5.4.4) dodatkowo zaburzają przejrzystość opisu. Przywołania literaturowe w części merytorycznej nie zawsze są jasne. Wyniki badań opisano obszernie, łącząc wyniki z badań z dyskusją wyników. Ostatecznie, w oparciu o wyniki przeprowadzonych badań, w rozdziale 7 „Podsumowanie i wnioski” Kandydatka sformułowała 3 wnioski ogólne i 17 wniosków szczegółowych. Po rozdziale podsumowującym zamieszczono piśmiennictwo. Pracę zamyka dołączone streszczenie rozprawy w języku angielskim.

Fragmenty wyników badań Kandydatki zostały opublikowane w punktowanych czasopismach angielskojęzycznych i są cytowane przez innych badaczy (58 cytowań), co potwierdza ich wartość.

Podsumowując tę część pracy, stwierdzam, że Autorka z powodzeniem przeprowadziła kilkietapowy i wielowariantowy eksperyment, sumiennie opracowała dane empiryczne oraz dołożyła starań, aby wyczerpująco przedyskutować wyniki swojej pracy. Tym samym wykazała, że możliwe jest wytworzenie hybrydowych warstw azotowanych, o zwiększonej twardości i zwiększonej odporności na zużycie przez tarcie w porównaniu do konwencjonalnych warstw azotowych. Potwierdziła w ten sposób postawione przez Nią tezy.

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 z racji ciężącego na recenzencie obowiązku.

3.1. UWAGI MERYTORYCZNE

1. Na str. 11 zamieszczono sformułowanie „*W każdym wariantcie modyfikacji laserowej konieczne jest kierowanie się kompromisem w doborze odpowiedniej mikrostruktury i jej właściwości użytkowych*”. Sformułowanie jest niefortunne, ponieważ w opisanym aspekcie kompromis nie występuje. Mikrostruktura w pełni jest podporządkowana planowanej eksploatacji i musi zapewnić oczekiwane właściwości użytkowe.
2. Część teoretyczna pracy zawiera liczne ogólne sformułowania, bez dalszego rozwinięcia. W związku z tym czy Kandydatka mogłaby wyjaśnić, co miała na myśli formułując następujące stwierdzenia:
 - a. „*Wśród (...) hybrydowych metod obróbki powierzchniowej szczególną rolę odgrywa laserowa obróbka cieplna (LOC) przeprowadzana po azotowaniu.*” (str. 11)? Nie zamieszczono wyjaśnienia na czym polega jej wyjątkowość.
 - b. „*Azot wprowadzany jest do podłoża na głębokość określoną przez dyfuzję azotu oraz jego reakcję z pierwiastkami stopowymi.*” (str. 17)? Nie wyjaśniono, w jaki sposób dodatki stopowe wpływają na wprowadzanie azotu do podłoża.
 - c. „*Warstwa wzrasta wraz czasem i temperaturą procesu, ale wzrost warstw wytwarzanych na stalach niestopowych (węglowych) różni się od tych wytwarzanych na stalach stopowych.*” (str. 18)? Bez dalszego wyjaśnienia to sformułowanie nie wnosi żadnej wartości do pracy.
 - d. „*Efekt azotowania atmosfery azotującej jest określany przez stopień dysocjacji amoniaku, przy czym duża wartość tego parametru zawsze wskazuje na stan bliski równowagi, przy której efekt azotowania jest niewielki.*” (str. 21)? Czy Kandydatka mogłaby odnieść to sformułowanie do pojęcia potencjału atmosfery azotującej, o którym pisze na str. 32 pracy?
 - e. „*Nagrzana do temperatury azotowania powierzchnia będzie działać jako katalizator rozkładu amoniaku. Pod warunkiem spełnienia wszystkich odpowiednich warunków, azot jest adsorbowany na powierzchni i zaczyna dyfundować w głąb stali w tempie określonym przez temperaturę procesu.*” (str. 22)? Co Kandydatka rozumie przez „spełnienie odpowiednich warunków”? Czy temperatura jest jedynym czynnikiem określającym szybkość dyfuzji?
 - f. „*Istnieje kilka czynników wpływających na zużycie amoniaku i emisję gazów procesowych, a mianowicie: temperatura, potencjał azotowy atmosfery, reakcja dysocjacji amoniaku na powierzchni azotowanego wsadu, budowa fazowa warstwy i jej grubość, rodzaj atmosfery stosowanej do azotowania, wielkość powierzchni wsadu, szybkość obrotów wentylatora oraz materiał retorty.*” (str. 28) To sformułowanie jest niezrozumiałe. Jak budowa fazowa warstwy i jej grubość wpływają na zużycie amoniaku? Jak rodzaj atmosfery stosowanej do azotowania wpływa na zużycie amoniaku?
 - g. „*Perspektywicznym kierunkiem rozwoju azotowania jest niewątpliwie azotowanie laserowe, choć na chwilę obecną trudno jest sterować jego parametrami tak, aby*

- otrzymywać warstwy azotowane o odpowiednim składzie fazowym.*" (str. 59)? Nie wyjaśniono, w jakim sensie jest to kierunek perspektywiczny.
- h. Czy Kandydatka mogłaby wyjaśnić, co rozumie pod pojęciem „funkcjonalny” w sformułowaniu *„Jednym z najtrudniejszych zadań w przypadku azotowania jest dobór stali do środowiska pracy azotowanych części, które zapewni nie tylko korzystne właściwości warstwy azotowanej, ale proces azotowania będzie również opłacalny, łatwy do przeprowadzenia i funkcjonalny”* (str. 19)?
3. W rozdziale 2.1 „Azotowanie metali i ich stopów” Autorka tłumaczy zjawisko dyfuzji azotu oraz schemat zarodkowania azotków na powierzchni czystego żelaza (str. 17), przywołując pracę D. Pye „Practical Nitriding nad Ferritic Nitrocarburizing” (2003). Wydaje się jednak, że cytowany opis i rysunek pochodzą z prac zespołu naukowego A. J. Somersa i E. J. Mittemeijera, chociaż autor przywołanej książki nie zamieścił tej informacji.
 4. W rozdziale 2.2 „Azotowanie gazowe na str. 25 zamieszczono sformułowanie: *„Opisano zjawiska fizykochemiczne występujące w przestrzeni, w której zachodzi azotowanie gazowe, prowadzące do wytworzenia warstwy azotowanej. Pierwszy obszar to warstwa gazu, która jest odpowiedzialna za transport gazowych składników w kierunku azotowanej powierzchni. Drugi obszar to również warstwa gazu, w którym transport gazowych składników odbywa się równoległe do azotowanej powierzchni. (...)”* (str. 25). O jakie obszary chodzi?
 5. Autorka w kilku miejscach rozprawy podkreśla, że wszystkie opisane przez nią typy azotowania (azotowanie gazowe, niskociśnieniowe, jarzeniowe, laserowe) są popularne, powszechnie stosowane, dają kontrolę nad kinetyką procesu oraz oszczędność gazów procesowych. Czy Kandydatka mogłaby wyjaśnić, co w takim razie różnicuje te typy procesów i dlaczego stosuje się je w tylu odmianach? Jakiego są ich obszary zastosowań?
 6. W rozdziale 2.3.2 „Azotowanie niskociśnieniowe” Autorka opisuje proces azotowania pod obniżonym ciśnieniem złożony z cyklicznie powtarzających się etapów procesu. Opisując wspomniane etapy Autorka używa terminów „doładowanie” i „dyfuzja”, co jest kalką z angielskich terminów „boost” i „diffusion”. W polskiej terminologii bardziej odpowiednie będzie zastosowanie określeń „etap nasycania (amoniakiem)” i „etap wytrzymania (lub wygrzewania)”. Określenie „doładowanie” nie funkcjonuje w polskiej terminologii azotowania a dyfuzja zachodzi również (a nawet szczególnie) w etapie nasycania amoniakiem.
 7. W pracy zamieszczono liczne zestawienia wykresów rozkładów twardości w warstwie azotowanej versus warstw hybrydowych (rys. 6.33-38). Wydaje się, że Kandydatka pogrupowała wykresy w rysunki, stosując jako parametr różnicujący szybkość skanowania. Czy Kandydatka mogłaby krótko podsumować jak szybkość skanowania wpływa na przedstawione grupy profili twardości? W pracy nie zamieszczono takiego wyjaśnienia.
 8. Czy Kandydatka mogłaby odnieść się do wartości twardości warstwy azotowanej przy powierzchni, widocznych na rys. 6.33 i kolejnych? Profil twardości warstwy azotowanej nie wskazuje, aby na powierzchni znajdowała się strefa związków lub strefa ϵ .
 9. Czy w opinii Kandydatki ponowne zahartowanie warstwy wierzchniej podczas obróbki laserowej nie narusza stabilności wymiarowej elementów azotowanych?
 10. Pewien niedosyt pozostawiają sformułowania takie jak *„Bardziej szczegółową analizę mikrotwardości po obróbce hybrydowej próbek w kształcie pierścienia przeprowadzono w pracy [81]”* (str. 133). W opinii recenzenta, rozprawa doktorska powinna być zamknięta

całością, przedstawiającą kompleksowo studium eksperymentalne problemu. Czy Kandydatka mogłaby uzupełnić ten fragment wyników badań?

11. Czy Kandydatka mogłaby wyjaśnić, w jakim celu modelowała rozkład temperatury podczas laserowej modyfikacji warstwy azotowanej? Do czego wykorzystwała opracowany model? Jak dokonała jego weryfikacji?

3.2. UWAGI EDYTORSKIE

Usterki edycyjne nie mają wpływu na wartość merytoryczną pracy, lecz wpływają na odbiór całości przez czytającego.

1. W części teoretycznej pracy konfuzję czytającego powodują występujące powtórzenia całych sformułowań lub akapitów tekstu. Część literaturowa mogłaby być znacząco skrócona bez utraty merytorycznej wartości, gdyby usunąć z niej powtórzenia i sformułowania które niczego nie wnoszą.
2. Rozprawa doktorska jako opracowanie naukowe powinna charakteryzować się precyzyjnym i przejrzystym językiem, pozbawionym słów-ozdobników („generalnie”, „stosunkowo”, itp.), charakterystycznych dla opracowań publicystycznych. Określenie „stosunkowo” występuje w pracy 54 razy.
3. Sekcja „Wykaz najważniejszych symboli” (str. 8) zawiera pomieszany zbiór symboli, oznaczeń i skrótów, przedstawiony w losowej kolejności. Przyjętą konwencją jest umieszczenie osobno wykazu symboli w kolejności alfabetycznej, poczynając od pierwszej litery alfabetu grackiego a następnie łacińskiego. Alfabetyczny spis skrótów przyjętych w pracy powinien znaleźć się w osobnej sekcji.
4. Słownik języka polskiego zaleca, aby słowo „tak zwany” skracać jako „tzw.” zamiast „t.zw.”.
5. Słownik języka polskiego wskazuje, że właściwym znakiem dziesiętnym dla liczb w języku polskim jest przecinek (por. str. 67,69, 114, 169 rozprawy).
6. W pracy występują drobne błędy literowe: „powala” zamiast „pozwala” (str. 11), „zakres temperatury” zamiast „zakres temperatur” (str. 23), „To metoda pozwala” zamiast „Ta metoda pozwala” (str. 40), „grania” zamiast „grzania” (str. 72) W niektórych miejscach Autorka używa 1 osoby liczby mnogiej, co nie jest przyjęte w opracowaniach naukowych.
7. Sformułowanie „Złoże fluidalne wykazuje te same cechy, co ciecz, z jednym wyjątkiem, że nie jest mokre.” (str. 14) nie jest fortunate.
8. W rozdziale 2.2 „Azotowanie gazowe na str. 25 akapit: „*Analizując wyniki pracy [9] oraz porównując badania grubości strefy porowatej z wynikami analizy rentgenowskiej...*” (str. 25) jest niejasny i sprawia wrażenie zlepkę wyrwanych z kontekstu wniosków z różnych publikacji i nie ma wartości merytorycznej dla rozprawy.
9. Recenzent sugeruje unikania przedstawiania stanu wiedzy w dziedzinie w formie „w pracy [74] badano...”. Lepiej byłoby napisać „Garczyński i wsp. [74] przedstawili badania...”, co ułatwia odbiór osobie czytającej (również zorientowanej w literaturze przedmiotu) oraz oddaje szacunek autorom pracy, którzy włożyli czas i wysiłek w stworzenie przywoływanej publikacji.
10. Również przytaczanie publikacji w formie „*Warstwa węgielazotowana plazmowo wytworzona na stali 38CrMoAl była modyfikowana wiązką laserową w pracy [76].*” (str. 57) nie wnosi niczego do rozprawy, jeżeli Kandydatka nie wyjaśnia jakie wnioski płyną z tej publikacji i jaki mają wpływ na stan wiedzy w obszarze Jej zainteresowań badawczych.

11. Mapy rozkładów pierwiastków przedstawione na rys 6.8 i 6.17 w skali szarości są nieczytelne.

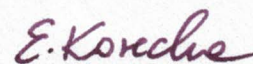
4. OCENA KOŃCOWA

Przytoczone uwagi krytyczne, z których znaczna część ma charakter polemiczny, nie umniejszają pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy. Kandydatka w sposób wystarczający zrealizowała postawione sobie cele, 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. Dominiki Panfil-Pryka 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 Materiałowa.

5. WNIOSEK KOŃCOWY

Podsumowując, stwierdzam, że rozprawa doktorska pt. „Laserowa modyfikacja warstwy azotowanej gazowo wytworzonej na stali 42CrMo4” wykonana przez mgr inż. Dominikę Panfil-Pryka pod kierunkiem naukowym Promotora prof. dra hab. inż. Michała Kulkę **spełnia wszelkie wymagania określone w Ustawie** o Stopniach i Tytule Naukowym oraz Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki (Dz. U. nr 65 z dnia 16 kwietnia 2003 roku poz. 595 z późniejszymi zmianami) oraz Ustawie Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce (Dz. U. 2018 z dnia 20 lipca 2018 roku poz. 1668 z późniejszymi zmianami) a co za tym idzie, **stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy przez Wysoką Radę Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Poznańskiej** i dopuszczenie Kandydatki do publicznej obrony.



Emilia Wołowiec-Korecka