

Warszawa, 21 marca 2019

dr hab. inż. Jerzy Szawłowski, prof. nzw.
Instytut Mechaniki Precyzyjnej
01-796 Warszawa

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Mileny Pilarskiej

**pt. „ Rola plazmy wyładowania jarzeniowego w procesie azotowaniu tytanu Ti
99,2 ”**

opracowana na zlecenie Rady Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów
Politechniki Częstochowskiej

1. Uwagi ogólne

Tytan i jego stopy są materiałami które znalazły szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu. Atrakcyjność tego pierwiastka oraz jego stopów, wynika z jego właściwości. Tytan i jego stopy, stanowią grupę materiałów o małej gęstości, bardzo dobrej wytrzymałości (najwyższej wytrzymałości względnej), dobrej odporności korozyjnej oraz obojętności biologicznej. Właściwości te zadecydowały o licznych zastosowaniach tytanu i jego stopów m. in. w przemyśle lotniczym, medycynie, energetyce zarówno, konwencjonalnej jak i jądrowej. Jedyną wadą tej grupy materiałów są wysokie koszty ich wytwarzania oraz przetwarzania.

Mimo swoich właściwości, tytan i jego stopy, dla niektórych zastosowań wymagają zwiększenia niektórych właściwości użytkowych. Do właściwości tych można zaliczyć m. in. odporność na korozję, w tym biologiczną (aplikacje w medycynie), odporność na zużycie w warunkach tarcia oraz wytrzymałość zmęczeniową (głównie aplikacje mechaniczne). Jedną z dróg poprawy tych właściwości jest wytworzenie warstw lub powłok zwiększających wymienione właściwości.

Technologią stosowaną w praktyce przemysłowej, do wytworzenia warstw jest azotowanie jarzeniowe. Warstwy azotowane wytworzone na tytanie i jego stopach

podwyższają wymienione właściwości użytkowe. „Zwykłe” azotowanie jarzeniowe wiąże się z licznymi niekorzystnymi efektami ujawniającymi się w warstwie, tj. z tzw. efektem krawędziowym, zmianą topografii powierzchni czy nierównomiernym nagrzewaniem się obrabianego elementu. Sposobem uniknięcia tych niekorzystnych efektów jest modyfikacja technologii azotowania jarzeniowego z wykorzystaniem ekranu aktywnego.

Recenzowana praca doktorska dotyczy określenia roli plazmy wyładowania jarzeniowego w procesie azotowania tytanu technicznego Ti 99,2. Główne problemy badawcze skoncentrowane zostały na określeniu wpływu temperatury azotowania na budowę i właściwości warstw oraz na zdolności do naazotowywania się powierzchni próbek różnie usytuowanych względem katody: pow. B (dolnej) mającej bezpośredni styk z katodą oraz pow. A (górną) „swobodną”.

Wybór technicznego tytanu, jako podłoża dla wytwarzania i analizy tworzących się warstw, należy uznać za właściwy z punktu widzenia określonego celu pracy i przyjętej metodyki badań.

Dlatego też próbę określenia roli plazmy wyładowania jarzeniowego w kształtowaniu się warstwy azotowanej, podjętą przez Doktorantkę w recenzowanej rozprawie uważam za w pełni uzasadnioną zarówno ze względów poznawczych jak i aplikacyjnych.

Kompleksowość ujęcia problemu badawczego zaprezentowana w opiniowanej pracy, wykorzystanie nowoczesnych technik badawczych, sprawia, że praca stanowi aktualne i niewątpliwie wartościowe opracowanie o charakterze naukowym.

Uważam, że wybór tematyki rozprawy doktorskiej mgr inż. Mileny Pilarskiej dobrze wpisuje się w dziedzinę inżynierii materiałowej.

2. Charakterystyka i ocena rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska składa się z 13 (nieponumerowanych?!) rozdziałów oraz streszczenia, spisu rysunków i tabel, wykazu literatury, łącznie 120 stron. Wykaz cytowanej literatury obejmuje 97 pozycji, z czego większość z ostatnich 15 lat. Dobór cytowanych pozycji literaturowych uważam za właściwy. Pozycje literaturowe, na które powołuje się Autorka rozprawy, charakteryzują stan wiedzy związany z tematyką rozprawy.

Dwa rozdziały rozprawy stanowi studium literaturowe dotyczące zjawisk fizycznych podczas azotowania jarzeniowego, mechanizmu azotowania jonowego tytanu oraz właściwości warstw azotowanych oraz mechanizmu azotowania jarzeniowego z zastosowaniem aktywnego ekranu. Dalej w następnych rozdziałach zawarto tezę, cel, i zakres badań. Rozdział kolejny stanowi opis materiału do badań, następny opis stanowiska badawczego. Kolejne rozdziały stanowią opis zakresu badań wstępnych i zasadniczych oraz stosowanej metodyki badań. Następne rozdziały zawierają wyniki i analizę badań wstępnych i zasadniczych zaś dwa końcowe posumowanie oraz stwierdzenia i wnioski.

Praca napisana jest poprawnym językiem oraz jest dobrze opracowana edytorsko: zawiera czytelne, poprawne graficznie wykresy, dobrą dokumentację analizowanych struktur warstw.

Oceniając rozprawę należy podkreślić, że Autorka podjęła próbę oceny głównych zjawisk występujących w procesie azotowania, z aktywnym ekranem, tytanu α . Określone zostały parametry procesu azotowania pozwalające uzyskać jednorodne o równomiernej grubości warstwy azotowane i określono ich budowę strukturalną. Określono również różnice w budowie warstw w zależności od stanu powierzchni katody (badania dotyczyły azotowania w temperaturze $T=750^{\circ}\text{C}$). W pracy Doktorantka wykazała, że warstwy azotowane otrzymywane w całym zakresie temperatur ($685-715^{\circ}\text{C}$) procesu, posiadają taką samą budowę fazową tj. TiN , Ti_2N oraz $\text{Ti } \alpha$ (N) i są warstwami dyfuzyjnymi. Taką samą budowę fazową posiadają również warstwy uzyskane w procesie, w temperaturze $T=750^{\circ}\text{C}$. Budową tą charakteryzują się warstwy niezależnie od położenia powierzchni próbki względem katody (powierzchnie A i B próbek). Zaobserwowana zmian topografii powierzchni warstw azotowanych w zależności od ich położenia względem katody, większe rozwinięcie powierzchni warstwy, powierzchnia A, w porównaniu do powierzchni B może być dowodem na odmiennosc zjawisk fizycznych występujących podczas azotowania tych powierzchni próbki. Na rozwinięcie powierzchni warstwy azotowanej ma wpływ temperatura procesu, im wyższa temperatura tym większe rozwinięcie powierzchni. Zdaniem recenzenta wymienione powyżej główne wyniki badań pracy stanowią ważne osiągnięcia Doktorantki, poszerzające „wiedzę” z zakresu azotowania jarzeniowego tytanu.

Na szczególne podkreślenie zasługuje również bardzo dobrze opracowany „stan zagadnienia” (dwa rozdziały). Opracowanie zawiera wnikliwy opis

mechanizmów azotowania w wyładowaniu jarzeniowym, ich kinetyki oraz opis mikrostruktur tworzących się warstw. Doktorantka, do tego celu, wykorzystwała liczące się źródła literaturowe, głównie w postaci znaczących publikacji z tej tematyki. Opracowanie jest bardzo merytoryczne, nacechowane dogłębną analizą i stanowi ono silną stronę rozprawy doktorskiej.

Doktorantka wykazała się umiejętnością planowania programu badań, doboru (może nie tak do końca) metodyk i technik badawczych a także umiejętnością analizy i syntezy wyników badań. Na podkreślenie zasługuje autorska koncepcja urządzenia badawczego na którym Doktorantka wykonywała procesy azotowania.

Należy stwierdzić, że Doktorantka w pełni zrealizowała założony program badań, odpowiedziała na postawioną tezę pracy oraz wykazała się opanowaniem nowoczesnych technik badawczych.

3. Uwagi krytyczne

Zwyczajem, jak i obowiązkiem recenzenta jest wyeksponowanie silnych, mocnych stron pracy jak i „wyszukanie” tych słabszych. Jak w każdej pracy naukowej tak i w niniejszej mają one miejsce. Oto niektóre z nich:

- brak numeracji rozdziałów o której wspomniałem dyskretnie w recenzji,
- niezrozumiałym jest wyodrębnienie badań wstępnych i zasadniczych. Zakres badań wstępnych jest integralną częścią badań obejmujących cały program badawczy. Dotyczy on ustalenia warunków azotowania: temperatur, parametrów azotowania (ciśnienia, składu atmosfer) w których wytwarzane będą warstwy podlegające badaniom,

- teza pracy jest dosyć niefortunnie sformułowana (a czy musiała być?). Jej brzmienie „ *dobór odpowiednich parametrów azotowania jonowego tytanu technicznego Ti 99,2 warunkuje wytworzenie warstwy azotowanej o jednakowej grubości na całej powierzchni próbki*” sugeruje nieco inny program badawczy od tego zrealizowanego w pracy. Parametry azotowania, Autorka przyjęła w oparciu o dane literaturowe. Jedynie temperatura procesu, a właściwie ich zakres, została określona doświadczalnie,

- cel użyteczny pracy, czy konieczne było jego sformułowanie?. Jego określenie jako, że jest to „*...wyznaczenie granicznej temperatury azotowania, w której wytwarza się jednorodna warstwa wierzchnia na całej powierzchni azotowanego tytanu technicznego Ti 99,2*” zawarte jest już w tezie pracy. Określenie „*... granicznej*

temperatury..” jest niejednoznaczne. Czy chodzi o najwyższą czy o najniższą temperaturę azotowania? Określenie „graniczna temperatura” sugeruje, że jest to najwyższa temperatura w której otrzymuje się jednorodną warstwę. Z pracy wynika, że jest to najniższa,

- grubość warstwy (systemu areologicznego) określono trzema metodami: ze zdjęć mikrostruktury, na podstawie głębokości dyfuzji azotu i metodą wykorzystującą kulotester. Wyniki otrzymane tymi metodami znacząco różnią się. Dla przykładu warstwa po azotowaniu w temperaturze 700°C (od powierzchni A) posiada grubości w kolejności wymienionych metod: 1,78; 2,48; 2,76 μm. Którą z tych wartości należy uznać za prawdziwą?,

- dlaczego, w pracy Doktorantka zastosowała metodę *scratch test* do badania warstw azotowanych, dyfuzyjnych. Metoda ta dedykowana jest do określenia przyczepności cienkich powłok o wiązaniu adhezyjnym z podłożem. W przypadku warstw dyfuzyjnych nie istnieje (chyba) pojęcie ich przyczepności. Warstwa tworzy się od powierzchni do wnętrza materiału obrabianego.

- w rozdziale stwierdzenia i wnioski w pkt. 2 zawarto stwierdzenie „... umożliwia tworzenie się warstw wierzchnich o korzystniejszej strukturze i właściwościach w odniesieniu do warstw wierzchnich wytworzonych w wyniku klasycznego azotowania gazowego...”. Czy to azotowanie (klasyczne, gazowe) ma zastosowanie w obróbce cieplno - chemicznej tytanu i jego stopów?.

- w tym samym rozdziale (5 punktów) trudno jest rozróżnić które punkty są wnioskami a które stwierdzeniami. Rozdział podsumowanie zawiera chyba główne wnioski z pracy.

Niezależnie od uwag zawartych w recenzji, pozytywnie oceniam rozprawę doktorską Pani mgr inż. Mileny Pilarskiej.

Doktorantka wykazała się dużą dojrzałością badawczą oraz dobrą znajomością zagadnień z zakresu inżynierii materiałowej w szczególności w obszarze inżynierii powierzchni. Wnioski kończące rozprawę a także zawarte w rozdziale podsumowanie, mają swoje potwierdzenie w wynikach badań. Mogą być wykorzystane zarówno w badaniach naukowych jak i aplikacyjnych.

Podsumowując chciałbym stwierdzić, że recenzowana praca spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim, a Doktorantka Pani mgr inż. Milena Pilarska udowodniła, że zasługuje na uzyskanie stopnia doktora nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa .

4. Wniosek końcowy

Opiniowana praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez odnośne ustawy i na tej podstawie wnioskuję o dopuszczenie Pani mgr inż. MILENY PILARSKIEJ do publicznej obrony rozprawy doktorskiej przed Radą Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów, Politechniki Częstochowskiej.

Milena Jankowska