

dr hab. inż. Aleksandra Pertek-Owsianna, prof. nadzw.
Państwowa Wyższa Szkoła Zawodowa w Koninie
ul. Przyjaźni 1, 62-510 Konin

Poznań 3.01.2019 r.

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

Mgr inż. Arkadiusza Więczkowskiego

pt: Zwiększenie trwałości wybranych narzędzi stosowanych w przemyśle gumowym

Promotor pracy: prof. nadzw. dr hab. Ewa Kasprzycka

Promotor pomocniczy: dr inż. Bogdan Bogdański

Podstawa wykonania recenzji: pismo Pana prof. dr hab. inż. Janusza Zielińskiego,
Dziekana Wydziału Budownictwa, Mechaniki i Petrochemii
Politechniki Warszawskiej, 09-400 Płock, ul. Łukasiewicza 17
Ldz./ PO / 17 /2018 z dnia 13.12.2018 r.

1. CHARAKTERYSTKA ROZPRAWY

1.1. Układ rozprawy

Przedstawiona do oceny rozprawa o w/w tytule liczy 106 stron, łącznie z rysunkami i ze spisem literatury. Praca zawiera 54 rysunki w tym 34 z badań własnych, 23 tablice oraz 106 pozycji bibliograficznych i 2 normy. Ilość zagranicznych pozycji literatury w bibliografii wynosi 44, a pozycji literaturowych z okresu ostatnich 10 lat - 39.

Sformułowany temat rozprawy jest zgodny z treścią i zagadnieniami poruszonymi w pracy. Celem naukowym rozprawy było wytworzenie i zbadanie struktury oraz właściwości warstw hybrydowych typu CrC+CrN, wytworzonych na powierzchni stali narzędziowej X210Cr12, w procesach chromowania dyfuzyjnego realizowanego metodą proszkową z następną obróbką łukowo-próżniową PVD w celu osadzenia powłoki azotku chromu.

Przeprowadzono porównanie warstw hybrydowych węglików i azotków chromu CrC+CrN z warstwami węglikowymi typu CrC. Zbadano morfologię i mikrostrukturę warstw, ich skład fazowy oraz rozkłady stężenia pierwiastków w strefie dyfuzyjnej tych warstw. Ponadto określono twardość, moduł Younga warstw, ich adhezję do podłoża stali, właściwości tribologiczne oraz odporność korozyjną.

Rozprawa składa się z dwóch zasadniczych części: 1 - Stan wiedzy (str. 12-41), 2 - Badania własne (str.42-92).

W rozdziale 1 zatytułowanym „Wprowadzenie” Autor przedstawia uzasadnienie podjęcia tematyki rozprawy w kontekście podstawowych prac z dziedziny rozprawy i precyzuje ogólnie obszar swoich badań.

W rozdziale 2 omówiony jest stan wiedzy, w tym produkcja gumy, jej właściwości i charakterystyka przemysłu gumowego krajowego i zagranicznego, a następnie narzędzia stosowane do pracy z gumą, rodzaje zużycia narzędzi współpracujących z gumą w szczególności noży tarczowych – jako narzędzi będących przedmiotem zainteresowania Autora. Doktorant podkreślił czynniki niszczące narzędzia, do których głównie należą zużycie tribologiczne, podwyższona temperatura do 100°C oraz korozja pod wpływem wody stosowanej do chłodzenia gumy podczas cięcia. Na kolejnych stronach pracy omówione zostały technologie inżynierii powierzchni stosowane wspólnie na części maszyn i narzędzia, tj. chromowanie dyfuzyjne, metody PVD oraz hybrydowe otrzymane z połączenia metody dyfuzyjnej oraz obecnie najczęściej używanej metody PVD, która pozwala na uzyskanie warstw o znacznie lepszych właściwościach użytkowych i większej trwałości eksploatacyjnej od otrzymanych za pomocą jednej metody. Na zakończenie stanu zagadnienia przedstawiono jego analizę, w której Autor wskazał na brak danych dotyczących budowy i niektórych właściwości warstw hybrydowych otrzymywanych przez chromowanie dyfuzyjne i metodę Arc PVD. Stąd wyniknęły kierunki badań własnych Doktoranta, przedstawione w rozdziale 3, sformułowana została teza, cel i zakres pracy. Główny cel pracy mieści się w hipotezie: *„Zwiększenie trwałości narzędzi stosowanych w przemyśle gumowym, narażonych podczas eksploatacji na zużycie tribologiczne, korozję i podwyższoną temperaturę, można uzyskać dzięki obróbce hybrydowej, łączącej chromowanie dyfuzyjne, realizowane tradycyjną metodą proszkową, z następną obróbką, osadzaniem azotku chromu metodą odparowania łukiem elektrycznym Arc PVD”*.

W dalszej części pracy przedstawione są badania własne, a w nich w rozdziale 4 - metodyka badań, po czym w rozdziale 5 wyniki badań, a ich dyskusja w rozdziale 6. Wnioski z pracy omówione są w rozdziale 7, a w 8 - spis literatury. Całość zakończono spisem tablic, spisem rysunków. Spis treści, streszczenie w języku polskim i angielskim, wykaz ważniejszych oznaczeń oraz skrótów anglojęzycznych zamieszczono na początku rozprawy.

Zastosowano szeroki program badawczy, odpowiednio dobrane i nowoczesne metody badań i aparaturę. Rentgenowską analizę fazową wykonywano przy pomocy: dyfraktometru firmy Philips PW-1710, obserwacje mikrostruktury przeprowadzano za pomocą mikroskopu optycznego Nikon LV150, a obserwacje powierzchni przy użyciu mikroskopu cyfrowego KEYENCE VHX 1000. Badania skaningowe przeprowadzano za

pomocą skaningowego mikroskopu firmy HITACHI S-3500N, wyposażonego w detektor BSE. Rozkłady stężeń pierwiastków w warstwach wykonywano na mikroanalizatorze rentgenowskim SEMPROBE SU-30 firmy CAMECA wyposażonego w spektrometr WDS. Do testu zarysowania w celu zbadania adhezji warstw zastosowano przyrząd typu REVETEST firmy CSEM. Do badań twardości i modułu Younga warstw wykorzystano urządzenie Nano-Hardness Tester firmy CSEM. Odporność na zużycie przez tarcie przeprowadzono na maszynie typu I-47-K-54 firmy Amsler oraz na triboteście ball – on disc firmy DUCOM, a odporność na korozję – w komorze solnej Prohesion z zastosowaniem mgły 5% chlorku sodu.

Układ pracy doktorskiej jest prawidłowy, typowy dla układu pracy naukowo badawczej, w którym po przeglądzie i analizie literatury, określony jest cel i zakres badań, a następnie sformułowana jest teza pracy, omówiona metodyka badań, wyniki i ich dyskusja zakończona wnioskami.

1.2. Ocena tematu pracy

Przy obecnym, szybkim rozwoju wszystkich branż przemysłu istnieje potrzeba ograniczania zużycia narzędzi i maszyn. Osiągnąć to można przez zmiany konstrukcyjne, zastosowanie nowych materiałów czy też lepszych środków smarnych. Innym rozwiązaniem, jest modyfikowanie powierzchni znanego materiału przez tworzenie warstw wierzchnich lub osadzanie powłok. Zabiegi takie mogą być bardzo efektywne i pozwalać na wydłużenie czasu eksploatacji wyrobów i podnosić ich trwałość i niezawodność.

Badacze i przemysł są zainteresowani zarówno technologiami tradycyjnymi, jak obróbka cieplno-chemiczna, ale znane są również osiągnięcia światowe i krajowe w zakresie opracowywania nowych metod i technik osadzania warstw węglkowych, azotkowych, borkowych, w szczególności z fazy gazowej z udziałem reakcji chemicznych - CVD oraz fizycznych - PVD, laserowych oraz ich różnych modyfikacji.

Jedną z klasycznych warstw są węglkowe warstwy dyfuzyjne, które można wytwarzać przez wygrzewanie wyrobów stalowych w aktywnych środowiskach stałych, ciekłych lub gazowych. Efektem nasycania dyfuzyjnego warstwy wierzchniej elementów wykonanych ze stali metalami węglkotwórczymi - chromem, wanadem i tytanem - są warstwy powierzchniowe silnie związane z podłożem, charakteryzujące się dużą twardością i odpornością na zużycie w warunkach tarcia i korozji. Gdy warunki eksploatacyjne wyrobu wymagają utwardzenia podłoża, wykonuje się dodatkowo tradycyjne procesy hartowania

i odpuszczania lub obróbkę laserową. Możliwe jest także wytwarzanie wieloskładnikowych węglkowych warstw dyfuzyjnych przez zmianę udziału pierwiastków węglkotwórczych, chromu, tytanu i wanadu, co pozwala wytworzyć warstwy o bardzo zróżnicowanej budowie oraz właściwościach. Warstwy te są stosowane przede wszystkim na narzędziach i częściach maszyn pracujących w warunkach tarcia, a w szczególności na narzędziach do obróbki skrawaniem i plastycznej, narzędziach pomiarowych, urządzeniach do prasowania proszków, częściach maszyn włókienniczych.

W ostatnich latach nastąpił rozwój metod wytwarzania powłok tribologicznych osadzanych technikami CVD i PVD, będących azotkami lub węglkami metali takich jak Cr, Ti, złożonych powłok np. TiCN, TiAlN oraz powłok diamentopodobnych DLC, a także wielowarstwowych hybrydowych i nanokompozytowych.

W nowoczesne trendy w zakresie wytwarzania warstw o nowych właściwościach wpisują się hybrydowe warstwy węglkowe i azotkowe wytwarzane za pomocą metod dyfuzyjnych i PVD. Do takich prac zalicza się praca mgr inż. Arkadiusza Więzkowskiego, związana z powłokami CrC+CrN, do której Autor został zainspirowany badaniami na temat innych warstw i powłok węglków i azotków chromu, tytanu i innych pierwiastków.

1.3. Cel pracy oraz teza

Doktorant podjął tematykę połączenia technologii chromowania dyfuzyjnego, klasycznej obróbki cieplnej i metody PVD, co jest trudnym zadaniem, gdyż obejmuje wiele nowych problemów, szczególnie związanych z wytwarzaniem i badaniem nowych faz, które mogą powstać w wyniku modyfikacji faz węglkowych i azotkowych oraz nieznanymi dotychczas właściwościami eksploatacyjnymi obrabianego wyrobu. Wytwarzanie warstw hybrydowych w procesie posobnym wiąże się z trudnościami technologicznymi, jak dobór parametrów procesów (temperatura, czas i in.), a także z przyczepnością nowo tworzonych warstw i powłok.

Teza i cel i zakres pracy zostały sprecyzowane na podstawie przeglądu literatury, z którego wynikało, że brak pełnej wiedzy dotyczącej obróbki powierzchniowej w przypadku narażenia narzędzi narażonych jednocześnie na zużycie tribologiczne, korozję i podwyższoną temperaturę.

Celem pracy było wytworzenie węglkowych i azotkowych warstw hybrydowych na stali narzędziowej X210Cr12, poprzez otrzymanie warstwy dyfuzyjnej węgla chromu przed procesem osadzenia azotku chromu metodą Arc PVD, zbadanie budowy warstw typu

CrC+CrN, dla zwiększenia ich odporności na tarcie i korozję. Wyniki tych badań mogą rozwiązać wiele problemów związanych z eksploatacją narzędzi stosowanych w przemyśle gumowym.

2. OCENA MERYTORYCZNA ROZPRAWY

W XXI wieku znaczący jest rozwój obróbek zwanych hybrydowymi polegających na łączeniu technologii obróbki cieplno-chemicznej np. azotowania, chromowania, z metodą CVD lub PVD względnie galwanicznych z chromowaniem, tytanowaniem, borowaniem, nawęglaniem i obróbką laserową w celu modyfikacji ich właściwości lub poprawy przyczepności tych warstw do podłoża. Technologie hybrydowe powodują niekiedy skrócenie czasu procesu obróbki często z jednoczesnym wzrostem właściwości użytkowych, co ma wymiar praktyczny i ekonomiczny.

Technologie tego typu są obecnie szeroko badane i rozpowszechniane, gdyż umożliwiają otrzymywanie znacznie lepszych właściwości od warstw wyłącznie chromowanych, azotowanych czy borowanych, stosowanych do wytworzenia węglików, azotków, borków.

Temat podjęty przez Doktoranta mieści się we współczesnych zainteresowaniach krajowych i zagranicznych w tym zakresie.

Za najważniejsze osiągnięcia pracy uważam:

- Badania strukturalne warstw z zastosowaniem najnowszych technik badawczych, pozwalających na ujawnienie stref warstw uzyskanych metodą hybrydową. Porównanie budowy strefowej otrzymanych warstw, ich grubości, składu fazowego, stężenia pierwiastków w warstwach oraz mikrotwardości, dzięki którym widoczne są możliwości technologiczne zaproponowanej w pracy obróbki hybrydowej.
- Zbadanie, że lepszą odporność na zużycie przez tarcie mają warstwy hybrydowe typu CrC+CrN, w odróżnieniu od warstw pojedynczych CrC, o czym decyduje ich budowa strefowa oraz dobra adhezja międzystrefowa oraz powłoki z podłożem.
- Wykazanie, że powłoki hybrydowe, zawierające na powierzchni azotki chromu mają większą odporność korozyjną w atmosferze mgły solnej w porównaniu z warstwami węglukowymi typu CrC oraz stali bez powłoki.

3. UWAGI

1. Stal stopowa X210Cr12 została właściwie dobrana do badań, gdyż zawiera tylko chrom jako dodatek stopowy i dlatego nie ma oddziaływania innych składników utrudniających interpretację wyników.

2. Do wytwarzania dyfuzyjnych warstw chromowanych została wybrana metoda proszkowa, która jest prostsza i tańsza od chromowania próżniowego, a jej efekty są zadowalające, podobne do uzyskanych innymi metodami. Współtwórcą tej metody jest promotor rozprawy.

3. W celu wytworzenia warstwy hybrydowej została wybrana nowoczesna metoda Arc PVD, służąca do otrzymania powłoki azotku CrN na powierzchni warstwy węgliku chromu. Uzyskana warstwa hybrydowa ma bardzo dobrą adhezję zarówno między powłokami jak i podłożem. Ważną rolę odgrywa przygotowanie powierzchni przed procesami obróbki powierzchniowej. Pewną wadą otrzymanych powłok hybrydowych jest ich mała grubość (ok. 15 μm), która odgrywa istotną rolę w czasie eksploatacji.

4. Ważną rolę pełni niedoceniona przez Autora obróbka cieplna narzędzi w kontekście ich kształtu i wielkości, a więc temperatura, czas i środowisko, którą przeprowadza się po wytworzeniu powierzchniowej warstwy chromowanej dyfuzyjnie w celu nadania twardości i wytrzymałości podłoża stali, a przed obróbką PVD. Współcześnie mogą to być metody obróbki konwencjonalnej w piecach atmosferycznych, solnych lub próżniowych względnie laserowe.

5. Z badań dotyczących struktur otrzymanych w rezultacie obróbki dyfuzyjnej przedstawionych na stronie 64 wynika, że po chromowaniu tworzą się węgliki chromu $(\text{Cr,Fe})_7\text{C}_3$ oraz ślady azotku typu $(\text{Cr,Fe})_2\text{N}$. Autor nie wyjaśnił dlaczego powstaje faza azotkowa, tym bardziej, że nie przedstawił wyników badań rentgenowskich.

6. Z analizy wyników badań rentgenowskich oraz mikroanalizy wynika skład fazowy warstwy hybrydowej zawierającej fazę węglkową $(\text{Cr,Fe})_7\text{C}_3$ i azotkową CrN. Na stronie 66 Doktorant zamieścił obraz skaningowy powierzchni próbki (rys. 41) po obróbce hybrydowej CrC+CrN, o bardzo drobnej strukturze z obecnością fazy kropelkowej, przy czym Doktorant nie wyjaśnił morfologii tej fazy.

7. Do badań właściwości tribologicznych powłok zastosowano dwie niezależne metody badawcze; trzy wałeczki stożek oraz kula-tarcza, które pozwalają na przebadanie dwóch różnych układów trących zarówno dla próbki jak i przeciwpróbki oraz warunków tarcia suchego i ze

smarowaniem. Określone zostało zużycie liniowe lub głębokość wytarcia próbek, które nie przekraczają grubości wytworzonych powłok dochodzących do 15 μm .

Zastosowanie dwóch metod badań tribologicznych uwiarygodnia w większym stopniu właściwości warstw.

8. Bardzo szczegółowo zostały przedstawione w tablicach 8-22 i na rysunkach 46-48 oraz omówione wyniki badań na zużycie przez tarcie dla metody trzy wałeczki-stożek.

W mniejszym stopniu zinterpretowano wyniki badań otrzymane metodą kula-tarcza (tablica 23, rys. 49-52), które odniesiono głównie do wskaźników zużycia ściernego. Nie zostały szerzej omówione profile wytarcia i wyglądy ścieżek wytarcia dla temperatury 25 i 100°C, przedstawione na rys. 49-52, które w sposób istotny mogą wyjaśnić różnice dla obu temperatur i rodzaju powłoki.

9. Zastosowanie do badań korozyjnych komory solnej z użyciem mgły 5% chlorku sodu ma wymiar szerszy i bardziej praktyczny od często używanej w badaniach metody z zastosowaniem potencjostatu. Brak szerszego opisu wyników tych badań (str. 86, 87). Gdyby przeprowadzono badania faz tworzących się w wyniku korozji, możliwe byłoby zdefiniowanie rodzaju i mechanizmu korozji warstw węglkowych i hybrydowych.

10. Wyniki badań mają poza walorem poznawczym charakter aplikacyjny w zastosowaniu na noże tarczowe do cięcia gumy, chociaż ten aspekt pracy został poruszony dość skrótowo w stanie zagadnienia na str.28-30. Można przypuszczać, że wyniki badań dla wybranej stali narzędziowej X210Cr12 można będzie rozszerzyć na inne stale narzędziowe oraz inne narzędzia.

11. Rozprawa jest zredagowana z dobrą znajomością poruszanych zagadnień, a jej język jest zrozumiały. Terminologia i symbolika oznaczeń stosowana w pracy jest zgodna z aktualnie stosowaną w literaturze tematu.

Autor nie ustrzegł się błędów w redakcji pracy.

- Str. 17, rys. 4 - opis budowy opony; str.38 - grubość warstw węglkowych wynosi 0,01 ÷ 0,02 mm a nie μm ; str. 65 - rys. 39 podpis pod rysunkiem dotyczy warstwy chromowanej dyfuzyjnie a nie hybrydowej; pod zdjęciem stali z warstwą hybrydową bez śladów korozji występuje błędny podpis - rys.53b.
- Niestarannie opracowana została bibliografia: np. cytowana pozycja [33] na str. 13 nie związana jest z przemysłem oponiarskim; na str. 66 - Autor błędnie cytuje literaturę [21] dotyczącą struktury kropelkowej wytworzonej w warstwie i ukazanej na rys. 41; brak w spisie literatury pozycji [109], cytowanej na str. 19, 20.

Wyżej wymienione usterki nie wpływają na całkowity obraz pracy i dokonań Autora. Praca pod względem merytorycznym jest na wysokim poziomie. Koncepcja pracy przyjęta na podstawie analizy potrzeb przemysłu oponiarskiego, wynikająca z własnych doświadczeń oraz przeglądu literatury, pozwoliła na sformułowanie tematu i celu pracy oraz tezy i zakresu badań. Do ich realizacji przyjęto trafną i szeroko zakrojoną metodykę badań, obejmującą wiele nowoczesnych technik i urządzeń, które pozwoliły na potwierdzenie założonej tezy i wykazanie, że cel pracy został osiągnięty, co zostało uwidocznione w wynikach i wnioskach. Źródła informacji własnych i literaturowych zostały właściwie wykorzystane, przy czym ważne jest, że prawie połowa stanowią pozycje zagraniczne i z ostatnich 10 lat.

4. WNIOSEK KOŃCOWY

W rozprawie mgr inż. Arkadiusz Więczkowski podjął trudny i złożony problem wytworzenia oraz zbadania struktury i właściwości powłok węglkowych CrC i hybrydowych CrC+CrN na stali narzędziowej. Analizowane w rozprawie przez Doktoranta zagadnienia i otrzymane wyniki dostarczają nowej interesującej wiedzy w dziedzinie obróbek hybrydowych.

Temat podjęty przez Doktoranta mieści się we współczesnych trendach krajowych i zagranicznych w zakresie zagadnień budowy i eksploatacji maszyn oraz aktualnej i nowoczesnej tematyki inżynierii powierzchni.

Podsumowując ocenę stwierdzam, że Autor wykazał się dobrą znajomością poruszanych zagadnień, wykazał umiejętności praktyczne oraz zrealizował postawioną tezę i cele pracy. Stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Arkadiusza Więczkowskiego pt: „*Zwiększenie trwałości wybranych narzędzi stosowanych w przemyśle gumowym*” spełnia wymagania wynikające z obowiązującej ustawy z dnia 14 marca 2003 roku „O stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” i w związku z tym wnoszę o dopuszczenie Doktoranta do publicznej obrony.

J. Perdek