

Dr hab. inż. Norbert Radek, prof. PŚk
Politechnika Świętokrzyska
Centrum Laserowych Technologii Metali
Katedra Inżynierii Eksploatacji i Przemysłowych
Systemów Laserowych
Al. 1000-lecia P. P. 7
25-314 Kielce

Kielce, 05.03.2019 r.

RECENZJA rozprawy doktorskiej

mgr inż. Kazimierza Czapczyka pt. „Badania właściwości mechanicznych i tribologicznych nanokompozytowej powłoki Ni-P/Si₃N₄ osadzonej metodą redukcji chemicznej na stopie aluminium AW-7075 stosowanym na części maszyn”

Promotor pracy: **prof. dr hab. inż. Stanisław Legutko**

Promotor pomocniczy pracy: **dr. inż. Piotr Siwak**

1. Podstawa formalna

Podstawą formalną wykonania recenzji było pismo Dziekana Wydziału Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej dr hab. inż. Olafa Ciszaka, prof. nadzw. PP, z dnia 06.02.2019 r. o sygnaturze DM.63.181.2019.

2. Tematyka rozprawy

Obecnie od maszyn i urządzeń wymaga się, aby były niezawodne i posiadały jak największą trwałość eksploatacyjną. Największy wpływ na spełnienie w/w wymagań ma zastosowany materiał konstrukcyjny. Ze względu na dobre właściwości wytrzymałościowe, dobrą spawalność, mały ciężar właściwy i odporność na korozję w strategicznych gałęziach przemysłu (np. okrętowym, lotniczym, kosmicznym, motoryzacyjnym) szerokie zastosowanie znalazły stopy aluminium układu Al-Zn-Mg. Jednak w dłuższym okresie eksploatacji części maszyn wykonane ze stopów aluminium ulegają różnym rodzajom zużycia. Jednym ze sposobów zwiększenia ich trwałości eksploatacyjnej jest zastosowanie odpowiedniej powłoki przeciwzużyciowej, która powinna zwiększyć wytrzymałość zmęczeniową warstwy wierzchniej oraz odporność na zużycie ściernie.

Ponadto wytworzona warstwa powierzchniowa powinna cechować się dużą adhezją, wysoką twardością oraz zapewnić zmniejszenie współczynnika tarcia współpracujących powierzchni. Obecnie dynamiczny rozwój przeżywa nowa grupa materiałów inżynierskich, jaką są nanokompozytowe powłoki. Istnieje wiele technik wytwarzania nanokompozytowych powłok, do wiodących możemy zaliczyć: metody CVD i PVD, metody PACVD i PAPVD, metoda zol-żel, natryskiwanie cieplne, metody mechaniczne oraz osadzanie elektrolityczne (galwanicznie).

Tematyka pracy doktorskiej mgr inż. Kazimierza Czapczyka dotyczy wytwarzania nanokompozytowych powłok jedną z metod osadzania elektrolitycznego, w tym przypadku metodą redukcji chemicznej (bezprądowo). Autor zaproponował osadzanie nanokompozytowej powłoki Ni-P/Si₃N₄ metodą redukcji chemicznej na stopie aluminium AW-7075. W/w powłoki Doktorant chce zastosować na aluminiowych częściach maszyn stosowanych w przemyśle kolejowym (np. w zębatych pompach olejowych sprężarek lokomotyw lub przekładniach prądnic elektrycznych wagonów pasażerskich), co powinno skutkować zwiększeniem ich odporności na zużycie ścierne i zmęczeniowe.

Dlatego też, wybór tematyki pracy uważam za celowy i szczególnie cenny zarówno w aspekcie naukowym, technologicznym, a przede wszystkim aplikacyjnym. Recenzowana praca doktorska wpisuje się w aktualne trendy badań nanokompozytowych powłok na stopach aluminium i wnosi wymierne korzyści poznawcze i użytkowe.

3. Charakterystyka i ocena rozprawy

Recenzowana rozprawa mgr inż. Kazimierza Czapczyka zawiera 134 strony (łącznie ze streszczeniami w j. polskim i j. angielskim), 112 rysunków oraz 23 tabele. Bibliografia zawiera 107 pozycji, w tym 2 publikacje z udziałem Autora, które zostały poprawnie dobrane do proponowanej tematyki rozprawy. Około 88 % cytowanych pozycji literaturowych jest opublikowana po 2000 roku, co stanowi bardzo dobry wskaźnik udziału publikacji „nowych” do ogólnej liczby pozycji przedstawionej w bibliografii. Znaczna część cytowanej literatury pochodzi z renomowanych czasopism o zasięgu międzynarodowym np. Surface and Coating Technology, Applied Surface Science, Tribology International, Wear, Tehnički Vjesnik – Technical Gazette, Scripta Materialia. Cytowana specjalistyczna literatura z zakresu inżynierii powierzchni, inżynierii materiałowej, tribologii gwarantuje, że w pracy opisano aktualny stan wiedzy z kraju i zagranicy.

Przedstawiona rozprawa składa się z umieszczonego na początku wykazu oznaczeń i akronimów oraz dziewięciu rozdziałów zasadniczych, następnie wykazu literatury oraz

zawartego na końcu streszczenia w języku polskim i angielskim. Praca napisana jest w układzie klasycznym, z podziałem na część analizy literaturowej zagadnienia oraz część badań eksperymentalnych. Część związana z analizą literaturową stanowi około 42 % tekstu, pozostała część tekstu to przedstawione wyniki badań własnych Doktoranta.

Tytuł rozprawy „Badania właściwości mechanicznych i tribologicznych nanokompozytowej powłoki Ni-P/Si₃N₄ osadzonej metodą redukcji chemicznej na stopie aluminium AW-7075 stosowanym na części maszyn” został sformułowany poprawnie i koresponduje z treścią przedstawioną w pracy.

Rozdział 1 pt. *Wstęp* uzasadnia celowość podjęcia tematu pracy oraz wskazuje potencjalne zastosowania kompozytowej powłoki wytworzonej metodą redukcji chemicznej na stopie aluminium AW-7075.

W rozdziale 2 pt. *Wprowadzenie w problem* Doktorant przybliży zastosowanie stopów aluminium w różnych gałęziach przemysłu. Opisuje możliwość obróbki powierzchniowej w/w stopów poprzez osadzanie różnych powłok, w celu poprawy ich właściwości użytkowych np. odporności na zużycie ściernie. W tej części pracy Autor porusza również kwestie właściwości fizyko-chemicznych warstw powierzchniowych w aspekcie ich eksploatacji. Ponadto w tym rozdziale Autor przedstawia plan pracy z jej podziałem na część teoretyczną i doświadczalną.

W mojej opinii rozdziały 1 i 2 powinny być połączone w jeden rozdział.

W rozdziale 3 pt. *Charakterystyka konstrukcyjnych stopów aluminium do przeróbki plastycznej serii 7xxx* Autor dokonuje ogólnej charakterystyki stopów układu Al-Zn-Mg. Doktorant w tym rozdziale podkreśla, że stopy te ze względu na swoje właściwości (głównie mały ciężar właściwy i odporność na korozję w odniesieniu do stali) znalazły zastosowanie m. in. w przemyśle okrętowym, lotniczym, motoryzacyjnym i kosmicznym. Autor opisuje również wpływ głównych składników stopowych i dodatków na właściwości mechaniczne stopów układu Al-Zn-Mg. Ponadto w tej części pracy przedstawiono obróbkę cieplną stopów aluminium, składającą się z przesycenia, chłodzenia i starzenia, co powoduje tzw. stan umocnienia wydzieleniowego i w efekcie poprawę właściwości wytrzymałościowych i odporności na korozję.

W rozdziale 4 pt. *Zastosowanie powłok przeciwzużyciowych wytwarzanych metodą redukcji chemicznej* Autor opisuje system areologiczny bezpowłokowy (rdzeń + warstwa wierzchnia) oraz system areologiczny powłokowy (rdzeń + warstwa wierzchnia + powłoka) oraz ich właściwości technologiczne i użytkowe. Ponadto, ta część pracy zawiera istotne

informacje na temat charakterystyki powłok galwanicznych do których zalicza się również powłoki chemiczne (bezprądowe). Autor opisuje podział powłok galwanicznych, metody nakadania oraz ich właściwości (ze szczególnym uwzględnieniem przyczepności powłoki do materiału podłoża). Znaczną część rozdziału Doktorant poświęca powłokom kompozytowym opartym na stopach niklu, wytwarzanymi metodą redukcji chemicznej. Wartościowym zakończeniem tego rozdziału jest dokonanie przez Autora charakterystyki kompozytowej powłoki Ni-P/Si₃N₄ oraz koncepcja jej zastosowania na stopach aluminium.

Rozdział 5 pt. *Zużycie w eksploatacji maszyn* przedstawia rodzaje zużycia tribologicznego, działania zapobiegające nadmiernemu zużyciu części maszyn podczas eksploatacji ze szczególnym uwzględnieniem zastosowania środków smarnych. Ponadto w tej części pracy Doktorant opisuje chemiczne warstwy powierzchniowe Ni-P z fazą dyspersyjną w postaci cząstek związków chemicznych (PTFE, MoS₂) tzw. kompozytowe powłoki samosmarujące, które spełniają funkcje przeciwwużyciowe np. zwiększają odporność na zużycie ściernie, zmniejszają współczynnik tarcia.

W rozdziale 6 pt. *Teza, cele i zakres pracy* Autor stawia tezę pracy oraz dwa cele pracy: poznawczy i użyteczny. Sformułowana przez Autora teza pracy dotyczy poprawy właściwości przeciwwużyciowych części maszyn ze stopu AW-7075 poprzez naniesienie kompozytowych powłok Ni-P/Si₃N₄ metodą redukcji chemicznej w porównaniu do analogicznych części maszyn bez osadzanych powłok Ni-P/Si₃N₄. Doktorant, aby udowodnić tezę pracy oraz zrealizować cele pracy zaplanował plan badań, który przedstawił w postaci schematu blokowego badań.

W rozdziale 7 pt. *Przedmiot i metodyka badań* Autor prezentuje materiały wybrane do wykonania próbek, sposób przygotowania materiału podłoża, wybór materiałów powłokowych oraz parametry wytwarzania powłok Ni-P z dyspersyjną fazą ceramiczną oraz bez nanocząstek ceramicznych. Doktorant w tej części rozprawy doktorskiej podaje informacje na temat technik badawczych i metod zastosowanych do oceny struktury powierzchniowej i wybranych właściwości powłok. Właściwości wytworzonych warstw powierzchniowych poddaje szczegółowej analizie, z użyciem: mikroskopii optycznej, skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM), transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), analizie składu chemicznego (EDS), pomiarom struktury geometrycznej powierzchni (SGP), twardości, mikrotwardości, przyczepności oraz badaniom tribologicznym.

Rozdział 8 pt. *Wyniki badań i ich analiza* przedstawia wyniki badań doświadczalnych powłok Ni-P i Ni-P/Si₃N₄ wytworzonych metodą redukcji chemicznej (bezprądową) wraz z

ich analizą uzyskanych rezultatów. Rozdział ten jest bardzo obszerny i stanowi ok. 41 % całości pracy. Dla każdej z próbek, zarówno z powłokami nikiel-fosfor oraz nikiel-fosfor wzmocnianych nanocząstkami Si_3N_4 wykonano zestaw badań składających się: z powierzchniowej obserwacji mikrostruktury, analizy składu chemicznego, pomiarów struktury geometrycznej powierzchni, badań właściwości mechanicznych (twardości, mikrotwardości, modułu Younga, przyczepności) oraz badań oporów tarcia. Należy podkreślić, że Doktorant właściwie wykorzystuje zastosowane w pracy techniki badawcze, które posłużyły do oceny wytworzonych warstw powierzchniowych.

Wyniki badań Autor bardzo starannie analizuje i interpretuje, co świadczy o Jego dużej wiedzy teoretycznej i praktycznej z zakresu inżynierii powierzchni, inżynierii materiałowej oraz tribologii. Dodatkowo wyniki badań są dokumentowane w postaci dobrej jakości fotografii (np. morfologii powierzchni), wykresów (np. profilu chropowatości) oraz tabel (np. szczegółowego opisu przebiegu testu na zarysowanie).

Zrealizowane przez Doktoranta badania stanowią cenne uzupełnienie aktualnego stanu wiedzy i są ważnym osiągnięciem naukowym zawartym w niniejszej rozprawie.

W rozdziale 9 pt. *Wnioski końcowe* sformułowano wnioski podsumowujące uzyskane wyniki badań oraz zaproponowano kierunki dalszych badań. Wnioski zostały podzielone na 3 grupy tj. wnioski dotyczące tezy pracy, wnioski poznawcze oraz wnioski użytkowe. Autor stwierdził, że cel badań został osiągnięty, a postawiona teza została udowodniona.

Za oryginalny wkład Autora w rozwój dyscypliny *budowa i eksploatacja maszyn* zaliczam:

- wybór materiału podstawowego oraz materiałów powłokowych,
- szeroki zakres badań eksperymentalnych powłok Ni-P i nanokompozytowych powłok Ni-P/ Si_3N_4 wytworzonych metodą redukcji chemicznej,
- wnikliwą analizę uzyskanych wyników badań,
- możliwość zastosowania wytworzonych warstw powierzchniowych w przemyśle maszynowym.

Do pewnych mankamentów występujących w pracy zaliczam:

- brak analiz mikrostruktur otrzymanych powłok w przekroju poprzecznym próbki,
- brak badań strukturalnych powłok Ni-P i Ni-P/ Si_3N_4 metodą dyfrakcji rentgenowskiej,
- brak badań odporności korozyjnej wytworzonych warstw powierzchniowych,

- zbyt skromna informacja na temat międzywarstwy cynkowej i jej funkcji w wytworzonych systemach areologicznych.

Rozprawa doktorska mgr inż. Kazimierza Czapczyka ma charakter doświadczalno-aplikacyjny. Uzyskane wyniki badań mogą zostać wdrożone do przemysłu maszynowego. Opracowanie redakcyjne rozprawy jest na bardzo dobrym poziomie edycyjnym.

Rozprawę doktorską mgr inż. Kazimierza Czapczyka oceniam bardzo dobrze i stwierdzam, że przedstawione wyniki badań poszerzają wiedzę w zakresie wytwarzania powłok metodą redukcji chemicznej. Ponadto chciałbym podkreślić, że niniejsza rozprawa doktorska stanowi oryginalny wkład w dyscyplinie *budowa i eksploatacja maszyn*, a szczególnie w rozwój wiedzy w zakresie inżynierii powierzchni, inżynierii materiałowej oraz tribologii.

4. Uwagi krytyczne i błędy edytorskie

Rozprawa doktorska mgr inż. Kazimierza Czapczyka zawiera pewne nieścisłości oraz błędy redakcyjne. Poniżej szczegółowa lista uwag.

1. rys. 2.2 jest mało kontrastowy.
2. rys. 2.3a i 2.3b - brak markerów podziałki.
3. str. 12 - gęstość jest podana w jednostce $[g/cm^3]$, dlaczego Autor stosuje jednostkę spoza układu SI ?
4. str. 18 - dlaczego zostało zastosowane nazewnictwo anglojęzyczne "ball-on-flat" ?
5. rys. 3.4 jest mało kontrastowy.
6. str. 35 - we wzorze 4.1 energia adhezji oznaczona jest WA , a powinna być W_A . Ponadto praca adhezji podana jest w jednostce $[N/mm]$, a powinna być w $[N/mm^2]$.
7. str. 37 - praca na jednostkę powierzchni konieczna do propagacji pęknięcia podana jest w jednostce $[N/mm]$, a powinna być w $[N/mm^2]$.
8. rys. 4.9 jest mało kontrastowy.
9. str. 53 - dlaczego zostało zastosowane nazewnictwo anglojęzyczne "Block-on-ring" ?
10. rys. 5.5 jest mało kontrastowy.
11. str. 55 - błędna numeracja rys. 5.4, powinno być rys. 5.6. Ponadto brak odwołania do rys. 5.6 w tekście.
12. str. 56 - błędna numeracja rys. 5.5, powinno być rys. 5.7. Również błędne odwołanie do rysunku zastosowano w tekście, jest rys. 5.5, powinno być rys. 5.7.

13. str. 57 - Autor użył zwrotu: Wnioski wynikające z analizy literatury pozwoliły... . Brak wyeksponowania wniosków z analizy literatury w pracy.
14. rys. 7.1 - brak markera podziałki.
15. str. 59 - zawartość fazy dyspersyjnej Si_3N_4 jest podana w jednostce $[\text{g}/\text{dm}^3]$, dlaczego Autor stosuje jednostkę spoza układu SI ? Dotyczy to całej pracy.
16. str. 60 - Pytanie: na jakiej podstawie Autor określił parametry procesu osadzania powłok i czy przeprowadzono optymalizację procesu. Ponadto proszę wyjaśnić, jak określono grubość uzyskanych powłok.
17. str. 65 - dlaczego zostało zastosowane nazewnictwo anglojęzyczne "ball-on-disc" ? Dotyczy to całej pracy.
18. str. 65 - Autor użył zwrotu: ... smaru suchego MoS_2 . Dotyczy to całej pracy. Proszę wyjaśnić, co to jest smar suchy ?
19. str. 65 i str. 66 - Autor pisze, że kulka ze stali łożyskowej 100Cr6 ma średnicę 4,85 mm (1/4"), jest to nieprawda kulka ma średnicę 6,3 mm.
20. str. 66 - Autor użył zwrotu: ... w warunkach technicznie suchych. Powinno być: ... w warunkach tarcia technicznie suchego.
21. str. 74 - rys. 8.17 jest mało kontrastowy.
22. str. 75 - Autor nie podaje, ile wynosiła liczba prób pomiarowych mierzonych parametrów chropowatości.
23. rys. 8.42 - brak opisu osi rzędnych.
24. rys. 8.43 - brak opisu osi rzędnych.
25. rys. 8.48, rys. 8.49, 8.52 - brak markerów podziałki.
26. str. 74 - wyraz jest napisany „w skutek”, pisze się „wskutek”.
27. str. 112 - proszę wyjaśnić zwrot: średnice wytarcia ?
28. str. 121 - analiza wykresu (rys. 8.82) przeprowadzona nieprecyzyjnie.
29. str. 129 - podano strony internetowe bez dat dostępu (strony internetowe aktualizuje się).
30. pozycje literaturowe nr 78 i nr 103 dublują się.

5. Wniosek końcowy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska jest pracą interesującą oraz napisaną w sposób zwięzły i przejrzysty. Ponadto ma charakter oryginalnej pracy naukowej łączącej w sobie zarówno elementy poznawcze jak i utylitarne. Została przedstawiona zgodnie z metodologią prowadzenia i prezentowania prac naukowych. Podjęta tematyka jest ważna i

aktualna, a wyniki badań eksperymentalnych są dobrze dokumentowane i poprawnie analizowane. Na podkreślenie zasługuje aplikacyjny charakter pracy, a uzyskane wyniki badań mogą zostać wdrożone nie tylko w przemyśle kolejowym, ale również w innych gałęziach przemysłu. Tematyka podjęta w pracy sytuuje ją w dyscyplinie *budowa i eksploatacja maszyny*.

Dlatego stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr inż. Kazimierza Czapczyka pt. „Badania właściwości mechanicznych i tribologicznych nanokompozytowej powłoki Ni-P/Si₃N₄ osadzanej metodą redukcji chemicznej na stopie aluminium AW-7075 stosowanym na części maszyn” spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim (art. 13 Ustawy z dnia 14 marca 2003 o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65 z dnia 14.03.2003 poz. 595 z późniejszymi zmianami)) i wnioskuję do Rady Wydziału Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

A handwritten signature in black ink, consisting of stylized, overlapping loops and lines, likely representing the initials of the signatory.