

dr hab. inż. Cezary Senderowski, prof. UWM
Wydział Nauk Technicznych
Uniwersytet Warmińsko- Mazurski
ul. Oczapowskiego 11
10-719 Olsztyn

**Recenzja rozprawy doktorskiej
Pana mgr. inż. Andrii ZINCHUKA**

pt. „Wytwarzanie i komparatywna analiza cech powłok ze stopów AlSi do zastosowań w układach filtrowentylacyjnych”

wykonano na zlecenie kierownika Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Materiałowa Politechniki Częstochowskiej, Pana dr hab. inż. Rafała Prusaka, prof. PCz – pismo nr R-WIPiTM.BOD.510.4.2020, I.dz. 15/2022 – z dn. 30.03.2022 r.

1. Informacje ogólne

Recenzowana praca realizowana była pod opieką naukową *dr hab. inż. Barbary KUCHARSKIEJ, prof. PCz* – z wykorzystaniem relatywnie taniej technologii metalizacji zanurzeniowej (metodą ogniową) i fizycznego osadzania z fazy gazowej **PVD** dla wytworzenia **powłok** typu **Al-Si (AlSi7 i AlSi11)** na stali nierdzewnej o strukturze ferrytycznej (**X2CrTi12 – 1.4512**), przy różnym stanie przygotowania warstwy wierzchniej (**WW**) materiału podłoża (*polerowanie i piaskowanie dla powłok zanurzeniowych oraz polerowanie dla powłok PVD*) – dla zastosowań na elementy układów filtrowentylacyjnych i wydechowych, z jednoczesną analizą rentowności zastosowania powłok aluminiowych w porównaniu do cynkowych – przy uwzględnieniu zużycia energii i recyklingu w kosztach wytwarzania Al i Zn w Polsce.

Analiza naukowa rozprawy stanowi wpływ warunków wielowariantowego wytwarzania powłok siluminowych o składzie podeutektycznym (AlSi7) i eutektycznym (AlSi11) – [%mas.], gdzie scharakteryzowano wpływ czasu zanurzenia (30s i 60s) w metodzie ogniowej i wydatku argonu w komorze roboczej (20, 25 i 30 cm³/min) podczas magnetronowego rozpylania w procesie PVD – na właściwości technologiczne i użytkowe wytworzonych powłok.

Badania prowadzono z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych, m.in. (SEM/EDS/EBS, XRD, AFM, scratch test) – dostępnych w Katedrze Inż. Materiałowej oraz Katedrze Metalurgii i Technologii Metali Politechniki Częstochowskiej, jak i w innych renomowanych ośrodkach naukowo-badawczych (Politechnice Łódzkiej, Rzeszowskiej,

Wrocławskiej, Uniwersytecie Śląskim oraz Instytucie Lotnictwa – Sieć Badawcza Łukasiewicz), gdzie realizowano pracę doktorską.

Rozprawa zawiera **219 str.** maszynopisu **A4** z podziałem na część literaturową, gdzie przedstawiając wstępnie *problematykę emisji gazów do atmosfery (rozdz. 1)*, scharakteryzowano *elementy układów filtrowentylacyjnych i wydechowych oraz stosowanych na nie materiałów (rozdz. 2-4)*, określając *emisję zanieczyszczeń i znaczenie recyklingu w produkcji Al i Zn – z uwzględnieniem powłok ochronnych (rozdz. 5 i 6)*, charakteryzując następnie *technologie wytwarzania powłok Al na stalowym podłożu, ze szczególnym uwzględnieniem technologii zanurzeniowej metodą ogniową i technologii PVD (rozdz. 7)*. Analizę literaturową uzupełniono opisem *wyników badań strukturalnych i właściwości użytkowych powłok typu Fe-Al i Al-Si (rozdz. 8)* oraz wnioskami z przeprowadzonych wstępnie badań własnych mających na celu określenie *wpływu parametrów technologicznych na właściwości mikrostruktury zanurzeniowych powłok Al-Si (rozdz. 9)*, w aspekcie ich *zastosowania w przemyśle motoryzacyjnym i filtrowentylacyjnym*.

W części badawczej poprzedzonej określeniem *celu i zakresu pracy (rozdz. 10)*, scharakteryzowano *materiał badawczy przedstawiając sposób przygotowania WW materiału podłoża oraz warunki procesu wytwarzania powłok metodą zanurzeniową i PVD*, gdzie określono też *metodyki prowadzonych badań własnych (rozdz. 11)*, których wyniki wraz z analizą opisano w **rozdz. 12-20** – z wyciągnięciem konstruktywnych *wniosków i propozycji dalszych kierunków badań*.

W rezultacie praca obejmuje **20** rozdziałów (z *Wprowadzeniem, Wnioskami i Literaturą*), gdzie zawarto **53** podrozdziały z udziałem **182** rysunków oraz **28** tabel prezentujących dane literaturowe i wyniki analiz badań własnych wraz ze spisem **156** dobrze dobranych i aktualnych pozycji literaturowych (*bez udziału publikacji Doktoranta popularyzujących Jego dorobek naukowy w czasopiśmie naukowych po krytycznej opinii recenzentów*).

Praca napisana jest poprawnym językiem technicznym z wykorzystaniem właściwej terminologii oraz cechuje się przejrzystym układem zagadnień analizowanych typowo dla rozpraw doktorskich. Zawarte są one w przeglądzie literatury, jednak *bez jednoznacznego jej podsumowania*, które wieńczyłoby uzasadnienie przyjętej koncepcji badań eksperymentalnych według opracowanego algorytmu badań własnych z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych dla sprawdzenia postawionej tezy przy realizacji założonego celu pracy.

Rozprawa poprzedzona jest *Wprowadzeniem* stanowiącym uzasadnienie podjętej tematyki badawczej w zakresie studiów literaturowych i badań właściwości technologicznych i użytkowych powłok ochronnych typu Al-Si, wytworzonych metodą zanurzeniową i PVD w aspekcie potencjalnego wykorzystania ich w przemyśle filtrowentylacyjnym i w branży samochodowej – ze szczególnym uwzględnieniem użytych w pracy rozwiązań materiałowo-technologicznych, tj.: wykorzystania w formie blachy, nierdzewnej stali ferrytycznej (**X2CrTi12 – 1.4512**) jako materiału podłoża, przy różnym sposobie przygotowania WW (polerowanie i/lub piaskowanie), przed procesem wytwarzania powłok siluminowych o *składzie podeutektycznym (AlSi7) i eutektycznym (AlSi11)* – metodą zanurzeniową przez (**30s** i **60s**) w temperaturze $690 \pm 5^\circ\text{C}$ oraz poprzez magnetronowe rozpylanie w procesie PVD przy różnym wydatku argonu w komorze roboczej (**20, 25 i 30 cm³/min**).

W przedstawionych uwarunkowaniach materiałowo-technologicznych uwzględniono przeprowadzony wcześniej w badaniach wstępnych dobór parametrów procesu aluminiowania ogniowego metodą zanurzeniową w zakresie:

- sposobu przygotowania WW materiału podłoża poprzez (*obróbkę mechaniczną, chemiczną i mechaniczno-chemiczną*),
- czasu zanurzania stali w ciekłej kąpieli stopu AlSi7 (10, 20, 30 i 60s) mającego wpływ na grubość otrzymanywanych powłok,
- stężenia w kąpieli Al-Si udziału krzemu, odpowiednio (0,5; 3; 7; 11 i 20% mas.) – mającego wpływ na grubość formowania się warstwy z udziałem faz międzymetalicznych z układu Fe-Al w strefie dyfuzyjnego połączenia powłoki zanurzeniowej z WW stalowego podłoża.

Przyjęte, wielowariantowe założenia materiałowo-technologiczne procesu aluminiowania ogniowego metodą zanurzeniową i syntezy poprzez magnetrone rozpylanie powłok siluminowych w procesie PVD (w oparciu o przegląd literatury i badania wstępne Doktoranta), stanowiły podstawę opracowania celu i zakresu badań własnych z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych (SEM/EDS/EBS, XRD, AFM, scratch testu, naprężeń własnych oraz badań odporności na ścieranie, szoki termiczne i erozję w procesie piaskowania) dla sprawdzenia przyjętej tezy badawczej – mówiącej, że „budowa i cechy mikrostruktury powłok AlSi decydujące o ich właściwościach użytkowych, zależą zarówno od wzajemnego stężenia dodatków w powłoce, jak i od warunków wytworzenia zastosowaną metodą”, w ujęciu określonego celu głównego pracy, tj. „kompleksowej analizy wpływu warunków wytwarzania powłok Al-Si dwiema technologiami: ogniową (zanurzeniową) i fizycznego osadzania z fazy gazowej (PVD) na cechy mikrostruktury i wybrane właściwości powłok pod kątem zastosowania w przemyśle motoryzacyjnym i filtrowentylacyjnym”.

W aspekcie edycyjnym rozprawy posiada ona właściwy poziom edytorski – z dobrą przejrzystością prezentowanej grafiki i stabelaryzowanych wyników badań (zarówno w zakresie przeglądu literatury, jak i wyników badań własnych), niestety z dość dużą ilością słabo czytelnych wykresów (ze względu na mały rozmiar czcionki) i błędów ortograficznych (odmiany przez przypadki, gubienie liter oraz znaków interpunkcji) – co zaznaczono w opiniowanym egzemplarzu rozprawy; jednak ich udział, generalnie nie wpływa negatywnie na całościowy odbiór pracy o wysokim poziomie merytorycznym.

W składni zdań stosuje się prawidłowe zachowanie nawiasów i znaków tabulacji, jakkolwiek w nielicznych przypadkach zdania są z użyciem terminologii wymagającej dyskusji, na co zwrócono uwagę w dalszej części recenzji „Ocena merytoryczna rozprawy”.

W konkluzji „informacji ogólnych” **stwierdzam, że recenzowana praca doktorska Pana mgr. inż. Andrieja ZINCHUKA stanowi obszerne i wartościowe studium naukowe w zakresie technologii wytwarzania i właściwości użytkowych siluminowych powłok ochronnych (AlSi7 i AlSi11), formowanych na stali nierdzewnej X2CrTi12 (1.4512) metodą ogniową (zanurzeniową) oraz w procesie PVD – oparte na przeglądzie aktualnej literatury światowej oraz wielowariantowych wynikach badań technologiczno-materiałowych, realizowanych przy użyciu zaawansowanych metodyk badawczych, gdzie na podstawie analizy prezentowanych wyników badań własnych, wyciągnięto konstruktywne wnioski – ważne**

potencjalnie dla utylitarnej wykorzystania materiałowo-technologicznych efektów pracy w zastosowaniach przemysłowych – głównie w przemyśle filtrowentylacyjnym.

Recenzję opracowano z uwzględnieniem kryteriów określonych w: Ustawie z dn. 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2003 nr 65 poz. 595 wraz z późniejszymi zmianami; Dz.U. 2017 poz. 1789) oraz Ustawie z dnia 20 stycznia 2018 r. - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668 wraz z późniejszymi zmianami).

2. Ocena merytoryczna rozprawy

Omawiane w rozprawie zagadnienia stanowią obszar ważnej dla zastosowań przemysłowych problematyki wytwarzania **metodą ogniową (zanurzeniowo) i PVD** powłok siluminowych o składzie *podeutektycznym (AlSi7)* i *eutektycznym (AlSi11)* – również z udziałem faz międzymetalicznych z układu Fe-Al formowanych in situ bezpośrednio w strefie dyfuzyjnego połączenia powłoki z materiałem stalowego podłoża (w przypadku powłok *zanurzeniowych*). Wytworzone powłoki funkcjonalnie stanowią ochronę przed korozją wysokotemperaturową w temperaturze do 600°C, wykazując jednocześnie wysoką twardość, odporność na zużycie ściernie, erozję i szoki termiczne – w szerokim zakresie zastosowań w warunkach pracy elementów silników spalinowych oraz obciążonych elementów w przemyśle filtrowentylacyjnym, okrętowym i elektrycznym.

W przypadku tej pracy materiałem podłoża jest stal nierdzewna (**X2CrTi12 – 1.4512**) o strukturze ferrytycznej, gdzie główną uwagę rozważań skupiono na **sposobie przygotowania WW** przed wytwarzaniem powłok ochronnych – poprzez szlifowanie i polerowanie oraz dodatkowo piaskowanie korundem (w przypadku wytwarzania powłok *zanurzeniowych*) – *bez szczegółowej charakterystyki tej stali w kontekście jej potencjalnego zastosowania na tłumiki w układzie wydechowym samochodów i elementy systemów filtrowentylacyjnych.*

Powłoki siluminowe o składzie *podeutektycznym (AlSi7)* i *eutektycznym (AlSi11)* wytwarzano ogniowo (metodą *zanurzeniową*) oraz poprzez magnetrone rozpylanie w procesie PVD wg opracowanych wielowariantowo warunków wytwarzania z uwzględnieniem kryteriów materiałowo-technologicznych (skład materiału powłokowego, sposób przygotowania WW materiału podłoża, czas zanurzania w piecu indukcyjnym przy metalizacji ogniowej, wydatek argonu w procesie PVD), mających wpływ na właściwości użytkowe wytworzonych powłok (grubość, chropowatość powierzchni, przyczepność, stabilność strukturalna w wysokiej temperaturze, odporność na szoki termiczne i zużywanie ściernie oraz erozję) – z analizą składu chemicznego i fazowego, mikrotwardości, stanu naprężeń własnych, rozmiaru krystalitów oraz tekstury, gdzie określono też rolę zużycia energii i recyklingu w kosztach wytwarzania powłok aluminiowych i cynkowych.

W następstwie przeprowadzonej analizy literatury, (w rozdz. 2-4) Doktorant scharakteryzował budowę i zasadę działania układu wydechowego samochodu oraz układów filtrowentylacyjnych w infrastrukturze przemysłowej (z uwzględnieniem stosowania ich w metalizacji ogniowej w procesie technologicznym zanurzeniowego wytwarzania powłok

cynkowych) – z ogólną charakterystyką stosowanych materiałów – również z udziałem metalicznych powłok ochronnych Al i Zn, gdzie wyszczególniono czynniki ich doboru na elementy układów w przemyśle filtrowentylacyjnym i układu wydechowego w przemyśle motoryzacyjnym.

W kontekście problematyki redukcji emisji gazów do atmosfery w przemyśle motoryzacyjnym i filtrowentylacyjnym (rozdz. 1) scharakteryzowano też koszty energii i rolę recyklingu przy wytwarzaniu Al i Zn w Polsce oraz emisję gazów odpadowych w procesach cynkowania i aluminiowania ogniowego przy wytwarzaniu powłok ochronnych (rozdz. 5), gdzie opisano proces technologiczny wytwarzania powłok metodą zanurzeniową (ogniową) oraz metodą PVD (fizycznego osadzania z fazy gazowej poprzez rozpylanie magnetronowe), jako alternatywą dla wytwarzania powłok aluminiowych o bardzo dobrych właściwościach strukturalnych, przy znacznie mniejszym zanieczyszczeniu środowiska.

Przy analizie klasyfikacji powłok ochronnych (rozdz. 6) określono elementarne właściwości powłok aluminiowych przy różnych technologiach ich wytwarzania na stalowym podłożu (rozdz. 7), ze szczególnym uwzględnieniem charakterystyki aluminiowania blach metodą zanurzeniową (ogniową) oraz wytwarzania powłok metodą PVD – artykułując jednocześnie wady i zalety opisywanych technologii w aspekcie osiągnięcia celu głównego pracy doktorskiej, tj. „kompleksowej analizy wpływu warunków wytwarzania powłok Al-Si dwiema technologiami: ogniową (zanurzeniową) i fizycznego osadzania z fazy gazowej (PVD) na cechy mikrostruktury i wybrane właściwości powłok pod kątem zastosowania w przemyśle motoryzacyjnym i filtrowentylacyjnym.”

W uzupełnieniu rozpatrywanych zagadnień materiałowo-technologicznych i użytkowych powłok aluminiowych, **istotne znaczenie w przeglądzie literatury** stanowi analiza struktury i właściwości aluminium i stopów Al – w szczególności Al-Si w aspekcie ich zastosowania w formie powłok ochronnych wytwarzanych wielowariantowo na stalowym podłożu z użyciem metalizacji ogniowej (metodą zanurzeniową) oraz w procesie PVD – rozdz. 8.

W świetle diskutowanych w tym zakresie wyników badań literaturowych bardzo ważne znaczenie w uwarunkowaniach metalizacji ogniowej (metodą zanurzeniową), stanowi analiza formowania się in situ niekorzystnych – kruchych, wysokoaluminiowych faz międzymetalicznych z układu Fe-Al w strefie połączenia powłoki Al-Si z warstwą wierzchnią stalowego podłoża – wraz z analizą wpływu Si na grubość strefy dyfuzyjnej i udział w niej dodatkowo trójskładnikowych faz międzymetalicznych typu Fe-Al-Si o równie niekorzystnych właściwościach użytkowych (wysokiej twardości i podatności do kruchej pęknięcia, wpływających też na pogorszenie odporności powłok zanurzeniowych na korozję).

W uzupełnieniu analizy przeglądu literatury, **za szczególnie istotne uważam przedstawione przez Doktoranta wyniki wstępnych badań własnych** wytwarzania powłok Al-Si metodą ogniową na stali C45, gdzie określając wpływ parametrów technologicznych na formowanie się struktury powłok zanurzeniowych Al-Si uwzględniono:

- stan przygotowania WW materiału podłoża poprzez obróbkę mechaniczną, chemiczną i mechaniczno-chemiczną;
- czas zanurzenia stali C45 w ciekłej kąpieli stopu AlSi7 (10, 20, 30 i 60s);
- stężenie Si w stopie Al-Si (0,5; 3; 7; 11 i 20% mas.).

Bazując na własnych doświadczeniach naukowych w zakresie przedstawionych powyżej uwarunkowań technologicznych i właściwości strukturalnych na podstawie uzyskanych wyników badań (SEM/EDS, XRD) oraz struktury geometrycznej powierzchni (parametr chropowatości R_a), wykazano wpływ przygotowania WW materiału podłoża i parametrów procesu metalizacji ogniowej powłok Al-Si (czas zanurzenia i udział Si) – na ich grubość, chropowatość powierzchni, skład chemiczny i fazowy oraz udział zidentyfikowanych faz międzymetalicznych w strefie dyfuzyjnego połączenia powłoki ze stalowym podłożem.

W efekcie rozpatrywanych w części literaturowej przez Doktoranta zagadnień i uzyskanych wstępnych wyników badań własnych – w kolejnym etapie w części badawczej rozprawy, określono cel i zakres pracy oraz plan badań zasadniczych dla potwierdzenia postawionej tezy badawczej (rozdz. 10).

Przy szerokim spektrum zaplanowanych **badania własnych** dokonano opisu **stosowanych materiałów** oraz **warunków realizacji procesu wytwarzania powłok metodą ogniową (zanurzeniowo) i PVD**, jak i stosowanych **metodyk badawczych**, charakteryzując kolejno (rozdz. 11):

- sposób przygotowania WW materiału podłoża – nierdzewnej stali ferrytycznej (**X2CrTi12 – 1.4512**) jednocześnie z analizą struktury geometrycznej powierzchni w badaniach chropowatości – parametr R_a (dla próbek po szlifowaniu i polerowaniu oraz po piaskowaniu korundem) – dla powłok „zanurzeniowych” oraz w badaniach AFM z użyciem mikroskopu sił atomowych (dla próbek po szlifowaniu i polerowaniu) – dla powłok syntetyzowanych w procesie PVD;

- procesy technologiczne wytwarzania powłok siluminowych Al-Si o składzie podeutektycznym (AlSi7) i eutektycznym (AlSi11), przy zoptymalizowanych parametrach nanoszenia metodą ogniową (zanurzeniowo) – ustalonych w badaniach wstępnych, jako uzupełnienie przeglądu literatury (z weryfikacją czasu zanurzenia przy określonym udziale Si w stopie Al-Si dla danego stanu przygotowania WW materiału podłoża) oraz z charakterystyką procesu PVD przy zmiennym wydatku argonu – na podstawie badań wstępnych realizowanych na Politechnice Łódzkiej oraz wcześniejszych wyników badań promotora niniejszej rozprawy doktorskiej – cytowanych w przeglądzie literatury.

W kolejnym etapie **w części badawczej pracy** (podrozdziały 11.4÷11.6) **scharakteryzowano zastosowane metodyki badawcze** użyte do analizy struktury geometrycznej powierzchni wytworzonych powłok oraz właściwości strukturalnych (z mikroanalizą składu chemicznego, składu fazowego, tekstury i rozmiaru krystalitów metodą Scherrera), jak też naprężeń własnych metodą $\sin^2 \psi$ – wykorzystując w tym celu:

- profilometr stykowy *HOMMEL TESTER T1000*,
- mikroskop sił atomowych *MULTIMODE 8*,
- SEM/EDS (*JOEL JSM-6610 LV* oraz *Phenon World*),
- XRD *Panalytical Empyrean* z oprogramowaniem *HightScore*.

Ponadto, **w zakresie oceny właściwości użytkowych** wytworzonych powłok **przeprowadzono badania**:

- mikrotwardości metodą Vickersa (powłoki zanurzeniowe) oraz Oliviera & Pharra (powłoki PVD),

- odporności na ścieranie (z użyciem kulotestera oraz tribotestera T-01 typu trzpień-tarcza),
- zużycia erozyjnego (określonego w pracy jako odporność na udary mechaniczne), z użyciem piaskarki SANBLAST RL7FV,
- odporności powłok na szoki termiczne (przy grzaniu oporowym do 480°C i 600°C oraz cyklicznym chłodzeniu w 250 powtórzeniach procesu),
- wytrzymałości adhezyjnej powłok metodą scratch-test przy różnym obciążeniu i długości rysy z użyciem diamentowego wgłębnika Rockwella, odpowiednio (od 1-5N na dł. 1mm dla powłok PVD i od 1-30N i 50N na dł. 4 mm dla powłok zanurzeniowych).

Dokonując oceny osiągnięć wynikających z badań własnych Doktoranta, stwierdzam, że zaprezentowane w rozdziałach 12-19 wyniki badań są na wysokim poziomie merytorycznym, jakkolwiek wymagają pewnej dyskusji podjętej w dalszej części recenzji – z ogólną konkluzją, że uzyskane właściwości strukturalne i użytkowe wytworzonych wielowariantowo powłok siluminowych (AlSi7 i AlSi11) metodą zanurzeniową i w procesie PVD – w zupełności potwierdzają przyjętą tezę badawczą.

Stosując opisane metodyki badawcze, w **rozdziale 12 i 13** przedstawiono wyniki właściwości struktury geometrycznej powierzchni powłok zanurzeniowych i PVD, gdzie na podstawie przeprowadzonych badań chropowatości (z użyciem profilometru i AFM) oraz badań mikroskopowych SEM określono wpływ stanu przygotowania WW materiału stalowego podłoża oraz parametrów wytwarzania ogniowego i w procesie PVD na chropowatość powierzchni powłok oraz jednorodność ich grubości – zależnie od czasu zanurzania (30s i 60s) w metodzie ogniowej i wydatku argonu w komorze roboczej (20, 25 i 30 cm³/min) w procesie PVD.

Następnie, wykorzystując SEM/EDS, w **rozdziale 14** przeprowadzono mikroanalizę składu chemicznego zarówno na powierzchni, jak i na przekroju poprzecznym zglądów metalograficznych wytworzonych powłok zanurzeniowych – z uwzględnieniem udziału faz międzymetalicznych (FM) w strefie dyfuzyjnego połączenia powłoki z materiałem stalowego podłoża, analizując przy tym: wpływ przygotowania WW materiału podłoża (szlifowanie-polerowanie, piaskowanie), rodzaj zastosowanej kąpieli stopu Al-Si (AlSi7 i AlSi11) oraz czas zanurzania (30s i 60s) – na jednorodność składu chemicznego na przekroju poprzecznym powłok oraz grubość strefy dyfuzyjnej z udziałem FM.

W zakresie powłok syntetyzowanych magnetroneo w **procesie PVD** – w badaniach SEM/EDS analizowano jednorodność składu chemicznego w strukturze powłoki z uwzględnieniem wydatku argonu w komorze roboczej – w odniesieniu do określonego składu chemicznego materiału wsadowego (targetu o różnym stężeniu Si w stopie Al-Si), oceniając też rozkład pierwiastków stopowych w strefie połączenia powłoki z WW materiału podłoża w badaniach liniowej mikroanalizy składu chemicznego wraz z kinetyką rozpylania krzemu w warunkach procesu PVD.

W uzupełnieniu badań strukturalnych z użyciem AFM, w **rozdziale 15** dokonano szczegółowej charakterystyki mikrostruktury powierzchni wytworzonych wielowariantowo powłok siluminowych (AlSi7 i AlSi11), przy czym dla powłok zanurzeniowych badania wykonano na przekroju poprzecznym zglądu metalograficznego, zwracając szczególną uwagę

na morfologię uformowanych **FM** w strefie dyfuzyjnego połączenia z WW stalowego podłoża – w zależności od stanu WW (*po piaskowaniu oraz po polerowaniu*), przy uwzględnieniu również składu kąpieli i czasu zanurzenia.

Na podstawie badań XRD / (GIXRD) w **rozdziale 16, dokonano bardzo szczegółowej analizy fazowej wytworzonych powłok Al-Si** przy zmiennym (w geometrii θ - θ) i stałym kącie promieniowania rentgenowskiego na określonej głębokości powłoki – różną dla powłok zanurzeniowych: ok. 27 μm (przy $\alpha=9^\circ$) i ok. 3 μm (przy $\alpha=1^\circ$) oraz ok. 5 μm (przy $\alpha=2^\circ$) dla powłok PVD – **potwierdzając** w ten sposób również **obecność faz międzymetalicznych** w strefie dyfuzyjnego połączenia ze stalą **1.4512** powłok zanurzeniowych **oraz tekstury** w zależności od stanu przygotowania WW materiału stalowego podłoża (*polerowane / piaskowane*) – **którą szczegółowo analizowano w rozdziale 17** na podstawie figur biegunowych po przeprowadzonych badaniach XRD.

W dalszej części badań (rozdz. 18) dokonano analizy rozmiaru krystalitów, badanych z użyciem analizatora obrazu ImageJ2x na podstawie analizy bitmap po digitalizacji obrazu (*dla powłok zanurzeniowych*) oraz metodą Scherrera dla powłok PVD – określając wpływ danej technologii wytwarzania powłok na ich budowę strukturalną (*wielkość i morfologię ziaren*) – stanowiącą o właściwościach użytkowych powłok Al-Si prezentowanych w **rozdziale 19**.

Uzyskane w tym względzie (**w rozdz. 19.1**) wyniki badań naprężeń własnych metodą $\sin^2\psi$, stanowią ważną wartość poznawczą w zakresie charakteru naprężeń własnych w WW materiału stalowego podłoża w stanie po polerowaniu i po piaskowaniu oraz stanu naprężeń w powłokach Al-Si zależnie od technologii ich wytwarzania (zanurzeniowo i w procesie PVD).

W rezultacie przedstawionych wyników badań wykazano trudny do wyjaśnienia (*a nie dyskutowany w rozprawie*) wpływ piaskowania na rozciągający charakter naprężeń własnych w WW materiału podłoża – zachowany również po metalizacji zanurzeniowej powłok Al-Si (*niezależnie od składu chemicznego kąpieli i czasu zanurzenia*), wykazując jednocześnie korzystny wysoki stan naprężeń ściskających w WW materiału podłoża po polerowaniu – istotnie zredukowanych po metalizacji zanurzeniowej (*ale nadal ściskających, tak samo jak w przypadku powłok syntetyzowanych w procesie PVD*).

Uzyskane przez Doktoranta w kolejnym etapie badań wyniki twardości HV warstwy wierzchniej materiału podłoża, jak i powłok zanurzeniowych oraz PVD (**rozdz. 19.2**), ujawniły:

- wpływ zawartości Si na mikrotwardość struktury powłok Al-Si – zauważalnie wyższą dla powłok AlSi11 o składzie eutektycznym z większą zawartością Si (*niezależnie od czasu zanurzenia 30s i 60s oraz wydatku argonu w procesie PVD*),

- znaczenie sposobu przygotowania WW stalowego podłoża na jej umocnienie, przy problemowym do wyjaśnienia istotnie wyższym wroście mikrotwardości WW po polerowaniu (186,7 HV0,025) niż po piaskowaniu (76,73 HV0,025) – rys. 124A, str. 128, co wymaga uzasadnienia niepodjętego w dyskusji rozprawy, tak samo jak wyjaśnienie, dlaczego mikrotwardość WW tej samej stali X2CrTi12 po polerowaniu jest aż tak istotnie różna dla powłok zanurzeniowych (186,7 HV0,025 – rys. 123) i powłok PVD (327 HV0,0025 – rys. 127) i w tym kontekście, czy uprawnione jest porównywanie ze sobą otrzymanych wyników mikrotwardości powłok wytworzonych metodą zanurzeniową (rys. 123) i syntetyzowanych w

procesie PVD (rys. 127) oraz wyjaśnienia w jaki sposób „wyższy moduł Younga świadczy o lepszych właściwościach sprężystych materiału”? – str. 130, gdzie powszechnie wiadomym jest, że gdy wyższa jest wartość E to materiał jest mniej sprężysty, jako że moduł Younga charakteryzuje sztywność materiału.

W dalszej części oceny właściwości użytkowych wytworzonych wielowariantowo powłok siluminowych, wykonano badania ich odporności na ścieranie (**rozdz. 19.3**) – z użyciem kulotestera oraz tribotestera T-01 typu trzpień-tarcza, analizując wpływ zawartości krzemu (7 i 11 %*mas.*) oraz stan przygotowania podłoża (*polerowane, piaskowane*) na zużywanie ściernie powłok Al-Si, określając również szybkość ścierania powłok AlSi7 i AlSi11 – w zależności od metody wytwarzania (*zanurzeniowo i PVD*) oraz współczynnik tarcia w warunkach tarcia suchego (tribotester T-01).

Bardzo ważna w świetle przedstawionych wyników badań wytworzonych powłok Al-Si jest ocena ich wytrzymałości adhezyjnej w badaniach scratch-test (rozdz. 19.4), gdyż nie jest truizmem twierdzenie, że powłoka o jak najlepszych właściwościach użytkowych będzie bezużyteczna, jeżeli jej wytrzymałość adhezyjna z materiałem podłoża jest niewystarczająca.

Uzyskane wyniki badań wykazały wpływ czasu aluminiowania (30 i 60 s) i udziału krzemu (7 i 11 %*mas.*) na adhezję przy obciążeniu rysowania:

- 50 N i 30 N odpowiednio dla najgrubszych (60 s) i cieńszych (30 s) powłok zanurzeniowych – z wykonaniem rys na dł. 4 mm obejmujących całą grubość powłoki (*ale również i WW stalowego podłoża*),

- 5 N dla najcieńszych powłok PVD z rysą na dł. 1 mm nie przekraczającą grubości powłoki,

gdzie dla powłok PVD dobór siły normalnej oszacowano na podstawie próbnych rys z uwzględnieniem, cyt. „*grubości powłok oraz takiej samej szybkości jej wzrostu na długości rysy jaka była ustalona dla powłok zanurzeniowych*” (str. 148) – co wymaga wyjaśnienia, szczególnie w aspekcie przeprowadzonej dalej analizy porównawczej wytrzymałości adhezyjnej powłok zanurzeniowych i PVD przy wyciągniętych przez Doktoranta wnioskach, że cyt. „*żadna z powłok PVD nie utraciła adhezji z podłożem*” (str. 149) i cyt. „*przy założeniu obciążenia 5 N podczas badania powłok zanurzeniowych głębokości rys wyniosłyby 8-11 μm, czyli więcej niż w powłokach PVD*” (str. 188).

Dla wyrazistości prezentowanych wyników, w metodycznych uwarunkowaniach badań scratch-testu wyjaśnienia wymaga:

- czy obciążenie normalne wyznaczono empirycznie w oparciu o krzywą twardości względem głębokości wejścia diamentowego rylca w materiał powłoki, czy też na podstawie grubości i twardości powłoki i dlaczego przy obciążeniu powłok zanurzeniowych rysowany był również materiał stalowego podłoża, inaczej niż w przypadku powłok PVD?

- jaki był promień zaokrąglenia diamentowego rylca, co ma też istotny wpływ na wartość obciążenia normalnego, które rośnie wraz ze wzrostem promienia?

- potwierdzenie, czy wzrost obciążenia normalnego rósł liniowo ze stałą prędkością ruchu poprzecznego rylca dla zachowania stałego przyspieszenia? co jest istotne przy ocenie porównawczej siły tarcia (z wartością maksymalną dla powłok PVD, przy hipotetycznym wzroście obciążania rylca powyżej 5N) – co przedstawiono w monografii na str. 149.

W kolejnym etapie Doktorant przeprowadził **badania odporności powłok na szoki termiczne (rozdz. 19.5)** w różnych warunkach nagrzewania oporowego do 480 C i 600 C (regulowanego zmianą natężenia prądu) i szybkiego chłodzenia w wodzie (250 powtórzeń) – z analizą:

- wpływu przygotowania podłoża (polerowanie, piaskowanie) i czasu wytwarzania powłok z różnym udziałem Si na kinetykę nagrzewania,

- oraz oceną metalograficzną na powierzchni powłok i w ich objętości – w badaniach strukturalnych na przekrojach poprzecznych zglądów metalograficznych z mikroanalizą SEM/EDS składu chemicznego (*niestety bez analizy fazowej XRD, która potwierdziłaby przemiany fazowe w wyniku wysokotemperaturowego wygrzewania, cyklicznie w temperaturze poniżej „temp. eutektyki” oraz powyżej temperatury początku topnienia stopów AlSi7 i AlSi11 – zgodnie z przedstawionym wykresem równowagi – rys. 150).*

W opinii recenzenta, przy analizie uzyskanych wyników badań kinetyki nagrzewania powłok Al-Si niezmiernie istotna byłaby ocena ich właściwości termo-fizycznych w badaniach dyfuzyjności cieplnej i ciepła właściwego oraz przewodności cieplnej w funkcji temperatury w zakresie (25÷480°C i dalej do 600°C) – przy uwzględnieniu zawartości Si (AlSi7 i AlSi11), co jednoznacznie potwierdziłoby słusznie zauważony przez Doktoranta wpływ stężenia Si w związku z kinetyką nagrzewania, jako jedyny z rozpatrywanych czynników materiałowo-technologicznych.

Badania takie uzupełnione dodatkowo o analizę fazową XRD z oceną ilościową zidentyfikowanych faz międzymetalicznych w strukturze powłok zanurzeniowych (*mających bez wątpienia istotny wpływ na kinetykę nagrzewania powłok*) – mogą być przedmiotem przyszłych badań w rozwoju naukowym Pana Andrija ZINCHUKA.

W końcowym etapie części badawczej przedstawiono wyniki odporności wytworzonych powłok siluminowych na zużywanie erozyjne w badaniach z użyciem piaskarki – nazwanych w pracy jako „*test odporności na udary mechaniczne – piaskowanie*” (rozdz. 19.6).

W następstwie przeprowadzonych badań metalograficznych, dokonano oceny stopnia i form zużywania się powłok ochronnych (zanurzeniowych i PVD) – z uwzględnieniem sposobu przygotowania materiału stalowego podłoża (polerowanie, piaskowanie) na ich trwałość w określonych warunkach zużywania erozyjnego.

W świetle dyskutowanych wyników – **bardzo kontrowersyjne (wymagające wyjaśnienia) są stwierdzenia** (str. 173-174):

- że „w powłoce zanurzeniowej AlSi7 piaskowanie powodowało przemieszanie się warstw Al-Si i międzymetalicznej oraz w najbardziej uszkodzonych obszarach faz międzymetalicznych również z materiałem podłoża”

- oraz że „w powłoce AlSi11 warstwa międzymetaliczna została częściowo zdefragmentowana a jej duże fragmenty zostały nieco wbite w podłoże”.

W analizie oceny uzyskanych wyników badań własnych (rozdz. 20) w podsumowaniu Doktorant przedstawił szereg istotnych uwarunkowań materiałowo-technologicznych w procesie wytwarzania powłok typu Al-Si metodą zanurzeniową i PVD mających wpływ na ich właściwości użytkowe, gdzie do najważniejszych zaliczam:

- optymalizację parametrów wytwarzania powłok Al-Si metodą ogniową w badaniach wstępnych, z ustaleniem czasu zanurzania materiału podłoża o odpowiednio przygotowanej WW (poprzez piaskowanie oraz polerowanie) – dla uzyskania jednorodnej struktury geometrycznej powłoki z możliwie minimalnym udziałem kruchych faz międzymetalicznych w strefie dyfuzyjnego połączenia powłoki z WW stalowego podłoża przy określonym składzie chemicznym powłok AlSi7 i AlSi11,

- brak wpływu zmiany wydatku argonu w komorze roboczej na strukturę powłok typu Al-Si o nanokrystalicznej budowie (niezależnie od ich składu chemicznego),

- wpływ polerowania WW materiału podłoża na teksturę krystalizacji powłok zanurzeniowych niezależnie od zawartości Si w strukturze powłoki,

- wpływ zwiększenia zawartości Si w strukturze powłok Al-Si na wzrost ich twardości przy korzystnym rozkładzie ściskających naprężeń własnych,

- korzystny wpływ zwiększonej zawartości Si w powłoce zanurzeniowej AlSi11 na zużywanie ściernie w badaniach kulotesterem (o ok. 30% mniejsze od powłoki AlSi7), przy jednocześnie niższym współczynniku tarcia suchego w badaniach tribotesterem T-01 pary trącej z udziałem powłoki SiAl11, ale wykazującej też niestety dużą podatność do kruchego pęknięcia w badaniach scratch-test,

- stabilność strefy dyfuzyjnej z udziałem faz międzymetalicznych powłok zanurzeniowych w warunkach badań odporności powłok Al-Si na szoki termiczne.

W efekcie przedstawionych wyników badań własnych, szczególnie wysoko oceniam umiejętność praktycznego wykorzystania nowoczesnych i bardzo wysoko zaawansowanych metodyk badawczych – zastosowanych przez Doktoranta dla potwierdzenia postawionej tezy badawczej.

Dokonując oceny kosztów procesu wytwarzania aluminium i cynku w Polsce wraz z rentownością zastosowania powłok aluminiowych (w porównaniu do cynkowych), Doktorant wykazał też zasadność ekonomiczną zastosowania tego rodzaju powłok w urządzeniach przemysłu filtrowentylacyjnego, co jest również bardzo ważne w aspekcie ochrony środowiska.

Jakkolwiek, opisywane w rozprawie uwarunkowania materiałowo-technologiczne oraz metodyki badawcze i uzyskane wyniki badań własnych, stanowią bez wątpienia istotnie ważną wartość poznawczą w aspekcie potencjalnego wykorzystania siluminowych powłok ochronnych o różnym składzie chemicznym (AlSi7 i AlSi11) – wytworzonych wielowariantowo metodą zanurzeniową oraz w procesie PVD, to ujawniają też jednak pewne nieścisłości wymagające dyskusji.

Dotyczy to między innymi:

- niezgodności cytowanej literatury [29] i [30] w opisie budowy układu wydechowego [29] z rys. 6 [30] – str. 14,
- błędnego powołania się na rysunki, które charakteryzują inne właściwości niż opisywane w treści pracy (dotyczy objaśnień **rys. 13** oraz **rys. 8A** i **8B**) – str. 21,
- dla powłok PVD-PAPVD o grubości 10 μm odchyłki od wymiaru nominalnego limitujące grubość powłoki wynoszą $10 \pm 25 \mu\text{m}$, co w przypadku odchyłki dolnej oznaczałoby **ujemną grubość powłoki (-15 μm)** – str. 25, tab.2,
- niespójnego sformułowania, że w procesie aluminiowania na gorąco kąpiel podgrzewanego indukcyjnie aluminium stanowi **stop**, w którym zanurzona jest aluminiowana blacha,
- mylnego sformułowania „**kąpieli międzymetalicznej**” przy formułowaniu poglądu, że „dodawanie krzemu do kąpieli międzymetalicznej powoduje powstawanie nowej fazy międzymetalicznej $\text{Al}_{7-9}\text{Fe}_2\text{Si}$ w powłokach zanurzeniowych” – str. 33, gdzie zasadniczo formowanie się fazy międzymetalicznej $\text{Al}_{7-9}\text{Fe}_2\text{Si}$ następuje in situ wskutek dyfuzji do WW materiału stalowego podłoża pierwiastków stopowych Al-Si w procesie zanurzenia „ogniowego” w kąpeli w wysokiej temperaturze,
- w metodyce XRD błędnego podania długości fali λ , gdzie dla lampy miedzianej $\text{CuK}\alpha 1$ wynosi 1,540598 Å, a nie jak podano 1,54433 Å (str. 58). Przy czym, jeżeli nie eliminowano składowej $\text{K}\alpha 2$ to powinno posługiwać się średnioważoną długością fali $\lambda = (2\lambda\text{K}\alpha 1 + \lambda\text{K}\alpha 2) / 3$,
- niepoprawnego przedstawienia indeksów Millera w nawiasach klamrowych zarezerwowanych dla zbioru płaszczyzn równoważnych, gdzie *indeksy Millera dla płaszczyzn równoległych opisuje się w nawiasach okrągłych* – str. 60, 61, 103, 104, 108, 109,
- braku równania Scherrera z podaniem stałej wartości K, jednocześnie przy świadomości, że metodą Scherrera wyznacza się wielkość krystalitów w kierunku krystalograficznym prostopadłym do danych płaszczyzn (hkl), a w pracy podaje się wartości uśrednione rozmiarów krystalitów (str. 118 i 119), które w tym przypadku należałoby wyznaczyć inną metodą, np. Williamsona-Halla.

Dyskusji wymaga też:

- różna wartość parametrów sieci krystalograficznej fazy $\alpha\text{-Al}(\text{Si})$ o regularnej komórce elementarnej – zgodnie z kartą PDF4, gdzie na rys. 94B – str. 101 zaznaczono aż 4 stałe sieciowe. W takim przypadku, mając refleksy od 4 płaszczyzn krystalograficznych należałoby wyznaczyć stałą sieciową a_0 posługując się np. metodą: ekstrapolacji lub najmniejszych kwadratów, tzw. metodą Cohena, uzasadniając też w dyskusji hipotetyczną przyczynę różnicy parametru a_0 ,
- co ozn. „**1-2% kompresja powłok**”? – str. 27,
- jak należy rozumieć stwierdzenie, że przy przygotowaniu powierzchni wskutek trawienia chemicznego usuwane są wszelkiego rodzaju **zniszczenia**? – str. 28,

- jak **moc magnetronu** przy syntezie powłok w procesie PVD może zależeć od rozmiarów targetu i od efektywności układu chłodzenia? – str. 35,
- w jaki sposób „mniejszy rozmiar krystalitów stanowi **lepsze upakowanie** w powłokach, co wyraża się ich większą twardością”? – str. 45,
- jaka była droga tarcia przy trzykrotnym ścieraniu próbek w badaniach odporności powłok na zużywanie ściernie z użyciem tribotestera T-01 i czy głębokość zużycia ściernego była mierzona po każdej próbie ścierania, czy rejestrowana czujnikiem przemieszczenia na bieżąco *in situ* w procesie ścierania? – str. 64,

Uzupełnienia wymaga także brak przy opisie metodyki badań AFM parametrów charakteryzujących sondę, m. in. takich jak (*stała sprężystości, długość belki, promień zaokrąglenia igły, krok pomiarowy oraz częstotliwość drgań dźwigni*). Stwierdzenie jedynie (str. 57), że „Zasada pomiaru techniką AFM polega na przesuwaniu sondy nad powierzchnią badanej próbki i rejestrowaniu zmian ugięcia dźwigienki z ostrzem sondy pomiarowej...” – w odniesieniu do zastosowanego trybu pomiarów „Tapping”, co można się dowiedzieć na str. 56 – jest zbyt ogólnikowe w świetle prezentowanych wyników badań w formie obrazów AFM przedstawiających struktury przestrzenne (rozdz. 15), gdzie brak jest też jakichkolwiek informacji o zastosowanym wypłaszczaniu obrazów AFM (czyli *odejmowaniu błędów grubych*).

W tym kontekście, istotnym byłoby przedstawienie przez Doktoranta w opisywanej metodyce badań, że w trybie „Tapping” belka sondy wykonuje ruch drgający z częstotliwością bliską częstotliwości drgań własnych, a więc uginana jest przez cały czas, gdzie mikroskop AFM rejestruje zmiany amplitudy drgań (*sygnał Height*) oraz przesunięcie fazowe częstotliwości drgań własnych (*sygnał Phase*) i przy prezentowanych strukturach przestrzennych na obrazach AFM analizowane są tzw. powierzchnie resztkowe, do zobrazowania których, od zarejestrowanych danych (np. wysokościowych) odjęta jest powierzchnia średnia, którą najczęściej jest płaszczyzna bądź powierzchnia drugiego stopnia.

Uwzględniając przedstawione powyżej uwarunkowania badań AFM, zasadne byłoby w prezentowanych wynikach badań własnych (*zamiast rys. 89 i 90-91 oraz rys. 92 i 93 w dwóch różnych widokach 2D i 3D*), zestawić obok siebie na jednym rysunku dwa sygnały pochodzące z tego samego obszaru, gdzie pierwszy z nich przedstawia tzw. kontrast fazowy (*rejestrowane jest przesunięcie fazowe częstotliwości drgań igły*), a drugi zmiany amplitudy – unikając również błędów w podpisach rysunków, stosując nazwę mikroskopii sił atomowych jako **AFM – ang. Atomic Force Microscopy** (*zamiast AMF – rys. 57, 58, 59, 89, 90-93 i na str. 49*), gdzie na rys. 60 i w jego opisie – posłużono się też parametrem chropowatości oznaczanym jako „R”, a w przypadku powierzchni w badaniach SGP (*struktury geometrycznej powierzchni*), parametry chropowatości oznacza się przez „S” – gdzie najczęściej wykorzystywanym w analizie uzyskiwanych wyników badań jest parametr S_q jako średnia kwadratowa odchylenia wysokości nierówności (*nazywany też chropowatością S_q*).

Mając zarejestrowane topograficzne mapy powierzchni zasadne byłoby też przeprowadzenie analizy nośności (*krzywa Abbotta*), charakteryzującej odporność powierzchni powłok Al-Si na zużywanie ściernie w zależności od metody ich wytwarzania (*zanurzeniowo i PVD*), szczególnie w kontekście zauważonej przez Doktoranta cechy powłok

PVD, gdzie przy analizie ich mikrostruktury w badaniach AFM stwierdzono (str. 98), że „*krystality w powłokach posiadają globularno-płytkowe kryształy, gdzie między krystalitami występują szczeliny*”.

Analizowana w ten sposób w badaniach AFM mikrostruktura powłok PVD jest niespójna i wymaga wyjaśnienia, w szczególności **co należy rozumieć przez pojęcie, ziarno, kryształ i krystalit oraz szczeliny między krystalitami** i jaka jest różnica między tymi elementami struktury? – również w kontekście **rozdziału 18 „Rozmiary krystalitów w powłokach”** – które badano zarówno:

- metodą Scherrera dla powłok PVD, gdzie „*rozmiar krystalitów*” odniesiony jest do „kolumnowych krystalitów” – str.118,

- jak i przy użyciu analizatora obrazu ImageJ2x, na podstawie analizy bitmap po digitalizacji obrazu dla powłok zanurzeniowych – str. 116 (gdzie „*rozmiar krystalitów*” w powłokach zanurzeniowych Al-Si odniesiony jest do „dendrytów eutektycznego Al oraz eutektycznego lub pierwotnego Si”), jednocześnie z irracjonalnym wskazaniem niezasadności badań wielkości krystalitów metodą Scherrera, gdzie należałoby uwzględnić, że podstawą rentgenowskiej analizy strukturalnej (w *tym oceny wielkości krystalitów*) jest koherentne rozpraszanie promieniowania RTG od określonej rodziny płaszczyzn sieciowych w kryształ, przy stale jednakowym przesunięciu fazowym fal odbitych od sąsiednich płaszczyzn, gdzie na podstawie szerokości połówkowej refleksu dyfrakcyjnego można określić grubość (*wielkość*) kryształu – z tendencją zwiększania jego rozmiaru wraz ze zmniejszeniem szerokości połówkowej refleksu dyfrakcyjnego.

W zakresie terminologii używanych pojęć, należy też zwrócić uwagę na:

- „*granica rozdziału warstwy międzymetalicznej ze stalą* – str. 41”, która w rzeczywistości stanowi **granicę połączenia dyfuzyjnego** powłoki z WW materiału stalowego podłoża z udziałem faz międzymetalicznych w strefie przejściowej z powłoką zasadniczą typu Al-Si,
- „*wielkość podaży argonu*” w komorze roboczej, czy „*sterownik podaży*” urządzenia PVD – w *rodz. 11*, gdzie zasadne byłoby „*podaż*” określić „*wydatkiem argonu*” o określonym natężeniu przepływu masowego strumienia w cm^3/min , przy gęstości określonej przez standardowe warunki temperatury i ciśnienia,
- „*pasta polerska diamentowa o rozmiarach drobin 3 μm i 1 μm* ” – str. 49, gdzie powszechnie zamiast „*drobin*” stosuje się terminologii „*cząstki*”,
- „*skład chemiczny ... w formie map koncentracji składników*”, gdzie efektem badań powierzchniowej mikroanalizy składu chemicznego SEM/EDS są raczej „*mapy rozkładu składników (pierwiastków) stopowych*”.

Pragnę jednak wyraźnie podkreślić, że przedstawione w recenzji uwagi do dyskusji są w dużej mierze wynikiem skali problemów podjętych przez Doktoranta i w żaden sposób nie zmieniają one mojej pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy doktorskiej.

3. Wnioski końcowe

Prezentując wyniki badań własnych Doktorant wykazał, że przy istotnie ważnych do rozwiązania problemach technologicznych wytwarzania powłok siluminowych o różnym składzie chemicznym – istnieje możliwość wytworzenia metodą ogniową i PVD powłok typu Al-Si o różnej zawartości Si ($AlSi7$ i $AlSi11$) – na stali **X2CrTi12** spełniającej wymagania dla zastosowań w przemyśle filtrowentylacyjnym, przy zachowaniu korzystnych właściwości technologicznych i użytkowych wytworzonych powłok.

W podsumowaniu oceny merytorycznej rozprawy doktorskiej Pana mgr. inż. Andrija ZINCHUKA można stwierdzić, że realizując założony cel pracy z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych, w zupełności dowiódł On postawionej tezy, a przeprowadzona analiza wyników badań stanowi oryginalne i wartościowe opracowanie z dużym potencjałem wiedzy materiałowo-technologicznej w zakresie wytwarzania siluminowych powłok ochronnych metodami zanurzeniową i PVD.

Pomimo z reguły zawsze nieuniknionych uwag o charakterze merytorycznym w pracach doktorskich, należy mieć na uwadze, że w opiniowanej monografii – mają one w większości charakter dyskusyjny i stanowią sugestie dla dalszego kształtowania warsztatu naukowo-badawczego Doktoranta, który w mojej opinii wykazał się dobrą umiejętnością planowania eksperymentu w oparciu o znajomość zaawansowanych metodyk badawczych, których wyniki poddane zostały obszernej dyskusji merytorycznej z poprawnym wyciągnięciem wniosków końcowych.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim, określone ustawą (*Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce / Dz. U. 2018 r. poz. 1689 wraz z późniejszymi zmianami w zakresie nadawania stopni naukowych*), wnioskuje tym samym o dopuszczenie Pana mgr. inż. Andrija ZINCHUKA do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Naukowej Inżynierii Materiałowej Politechniki Częstochowskiej.

dr hab. inż. Cezary Senderowski, prof. UWM