

Prof. dr hab. inż. Jan Sieniawski
Katedra Nauki o Materiałach
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
ul. Żwirki i Wigury 4, 35-959 Rzeszów

Rzeszów, 05 kwietnia 2025 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Oskara MORACZYŃSKIEGO
pt.: „Powłoki Al-Si – rola tlenu jako gazu reaktywnego w kształtowaniu cech powłok
w procesie PVD magnetronowego rozpylania”. Podstawa opracowania recenzji:
pismo Dziekana Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów
Politechniki Częstochowskiej z dnia 12.02.2025 r.

Ogólna charakterystyka rozprawy

Ostatnie kilka dziesiątków lat jest czasem intensywnego postępu w technologii inżynierii powierzchni – modyfikowania warstwy wierzchniej – przede wszystkim elementów par kinematycznych maszyn i urządzeń. W nowoczesnych procesach realizowane są zabiegi kształtowania mikrostruktury materiałów dyfuzyjnej warstwy wierzchniej lub materiałów naniesionej powłoki, także struktury geometrycznej powierzchni wytworzonych wyrobów. Uwzględniane są w tych procesach opracowane i przyjęte kryteria doboru zarówno wprowadzanych materiałów o określonych właściwościach fizycznych i chemicznych, jak również uwzględnia się stopień postępu wyróżniający nowe konstrukcje specjalistycznej aparatury do ich realizacji. Uzyskane nowatorskie osiągnięcia w tym zakresie stanowią podstawę do wytworzenia w modyfikowanym materiale warstwy wierzchniej lub uzyskania w materiale naniesionej powłoki na powierzchni elementów maszyn cech funkcjonalnych prognozowanych już na etapie ich projektowania. Zagadnienia inżynierii powierzchni łączą więc wiedzę o skondensowanym stanie materii z kinetyką procesu dyfuzji bądź zjawiskiem adhezji stanowiących podstawę większości procesów modyfikowania właściwości użytkowych materiałów warstwy wierzchniej lub materiałów powłok naniesionych na powierzchnię wyrobów. Stąd aby nie pozostać tylko biernymi obserwatorami, szczególnie intensywnego rozwoju obecnie zarówno wysokozaawansowanych technologii materiałowych, jak również nowych materiałów w tym funkcjonalnych, koniecznością jest dalsze pogłębianie wiedzy oraz dążenie do wprowadzania nowych lub modyfikowanych procesów materiałowych do przemysłu, a uzyskanych poprzez realizację prac naukowo-badawczych.

W procesach osadzania fizycznego z fazy gazowej (PVD) wytwarzane są powłoki, często z materiałów funkcjonalnych, spełniających określone charakterystyki ich właściwości fizycznych, chemicznych, także mechanicznych dla wielu zastosowań przede wszystkim w nowoczesnej elektronice, optyce, mechatronice i również w budowie maszyn. Mimo wielu zalet, procesy osadzania fizycznego z fazy gazowej cechują się małą wydajnością – mała jest prędkość wzrostu grubości wytwarzanej powłoki. Stąd wprowadzono wiele modyfikacji procesu PVD, m.in. w sposobie przygotowania technologicznego podłoża, zwiększenia dopuszczanej gęstości mocy strumienia plazmy oraz stosowania wysokoenergetycznych źródeł ciepła zarówno w procesie reaktywnego napyłania jonowego, jak również w procesie reaktywnego rozpylania. Procesy reaktywnego osadzania fizycznego powłok z fazy gazowej umożliwiają oprócz podwyższenia jego wydajności również konstruowanie powłok o prognozowanych ich właściwościach użytkowych. Stąd zagadnienia badawcze w tym obszarze znajdują się w centrum zainteresowania wielu ośrodków naukowo-badawczych. Dotyczą przede wszystkim zagadnień fizyki metali i chemii materiałów, również konstrukcji aparatury i ustalenia warunków technologicznych do realizacji procesu PVD. Stwierdzam jednocześnie, że uwzględnienie tej tematyki w opiniowanej rozprawie doktorskiej jest więc w pełni uzasadnione i jest aktualne w inżynierii materiałowej.

Ocena rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr. inż. Oskara Moraczyńskiego pt. *„Powłoki Al-Si – rola tlenu jako gazu reaktywnego w kształtowaniu cech powłok w procesie PVD magnetronowego rozpylania”* jest opracowaniem dotyczącym zagadnień metaloznawstwa i metod badań stanowiących podstawę charakteryzacji materiału powłok wytwarzanych ze stopów dwuskładnikowego układu Al-Si w procesie reaktywnego osadzania fizycznego z fazy gazowej z użyciem tlenu jako gazu reaktywnego. Ustalenia składu chemicznego i fazowego materiału powłoki, jego struktury i mikrostruktury oraz właściwości cieplnych i mechanicznych. W treści rozprawy (stron 166) wyodrębniono 7 rozdziałów oraz podano wykaz literatury (172 pozycje), rysunków (148), tabel (33) i załączników (2).

Po wprowadzeniu i zapoznaniu z tematyką rozprawy w jej części monograficznej (Rozdz. 1 *Część literaturowa*) przedstawiono główne zagadnienia stanowiące podstawę inżynierii powierzchni. Uwagę szczególną zwrócono na procesy osadzania powłok na powierzchni wyrobów i wykazano ich właściwości charakterystyczne. Umożliwiają poprawną współpracę elementów par kinematycznych w podzespołach i zespołach maszyn lub urządzeń. Uznaję, że na dobrym poziomie scharakteryzowano fizyczne osadzanie powłok z fazy gazowej. Omówiono także nowoczesne procesy PVD i właściwości wytworzonych powłok aluminiowych oraz ze stopów dwuskładnikowego układu Al-Si.

Zaprezentowany przegląd literatury stanowi tło rozważań teoretycznych zagadnień naukowych rozprawy i jest jednocześnie podstawą do ustalenia zakresu planowanych badań. Jest także początkiem do przedstawienia własnych przesłanek dla rozwiązania sformułowanych problemów naukowo-badawczych. Pozwala także na wykazanie stopnia odniesienia stanowiącego uzasadnienie dla ustalonych: założeń, celu i zakresu planowanych badań (Rozdz. 2. *Cel i założenia pracy* oraz Rozdz. 3. *Zakres pracy*).

Stwierdzam, że sformułowany cel i zakres pracy jest uzasadniony w świetle dotychczasowych danych literaturowych, także stanu doświadczenia i poziomu technologii z tego zakresu wprowadzonych do praktyki przemysłowej. Zauważam jednak nadzwyczaj ogólne uzasadnienie doboru do badań przyjętych stopów układu dwuskładnikowego Al-Si. Nie podano wyników analizy ich składu chemicznego po przetopieniu i odlaniu w kokilach oraz składu stali X2CrTi12, jako materiału podłoża. Jednocześnie przyjęte założenie – hipoteza badawcza wskazuje, że proces reaktywnego osadzania fizycznego z fazy gazowej w obecności tlenu, jako gazu reaktywnego stopów układu Al-Si, umożliwi tworzenie się tlenku aluminium o dużej dyspersji i w efekcie zwiększy właściwości użytkowe powłoki. Uszczegółowienia wymaga więc uwzględnienie roli tlenu, jako gazu reaktywnego i jako zanieczyszczenia odlewu. Jest niezbędne ponieważ przedstawiane wyniki badań zostały przygotowane starannie i z wyjątkowo dużą dokładnością pomiaru.

W rozdziale 4. *Materiał badawczy i metodyka badań* scharakteryzowano stosowane w badaniach własnych materiały podłoża i target – odpowiednio stal X2CrTi12 i stopy AlSi7 i AlSi11. Omówiono przyjętą szeroką metodykę badań wytworzonych powłok. Stosowano wiele metod badawczych, m.in. analizę składu fazowego i chemicznego, badania mikroskopowe metodami mikroskopii świetlnej i elektronowej, wyznaczono parametry struktury krystalicznej materiałów wytworzonej powłoki metodami mikroskopii elektronowej i dyfrakcji rentgenowskiej, scharakteryzowano strukturę geometryczną powierzchni za pomocą mikroskopu sił atomowych. Określono właściwości tribologiczne i mechaniczne powłoki, również ustalono jej odporność na zmęczenie cieplne. Uznaję, że przyjęte do realizacji zadania badawcze cechuje duża złożoność, szczególnie w przygotowaniu materiału do badań oraz w wykazaniu cech reaktywnego procesu osadzania fizycznego powłoki z fazy gazowej, również w charakteryzowaniu jej właściwości fizycznych i mechanicznych w podwyższonej temperaturze. Stwierdzam w ocenie tej części rozprawy poprawne i prawidłowe zarówno zdefiniowanie celu naukowego rozprawy, jak również przyjęcie stosowanych metod badawczych dla określenia właściwości tych wytworzonych powłok. Opis metodyki badań jest zwięzły i nie budzi zastrzeżeń – podano obowiązujące normy.

Rezultaty badań własnych przedstawiono w rozdziale 5. *Wyniki badań*. Kolejność wskazywania uzyskanych rezultatów badań doświadczalnych dla ustalonych warunków realizacji reaktywnego procesu fizycznego osadzania z fazy gazowej cechuje duża konsekwencja. Interesujące w mojej ocenie są wyniki badań uzyskane metodami

mikroskopii elektronowej i dyfrakcji rentgenowskiej. Doktorant stosuje nowoczesne metody charakteryzacji struktury krystalicznej materiału powłoki oraz analizy jego składu chemicznego i fazowego, także morfologii poszczególnych składników mikrostruktury materiału powłoki.

Zaplanowane zadania badawcze zostały wykonane w wyjątkowo szerokim zakresie. Umożliwiły więc uwzględnienie dużego zbioru uzyskanych wyników w syntetycznie prowadzonej i na dobrym poziomie ich analizie (Rozdz. 6. *Analiza wyników badań*). Dostrzegam jednak usterki w tekście rozprawy związane przede wszystkim z wprowadzoną niekiedy terminologią i niepełną charakterystyką występujących zjawisk i właściwości, m.in. nie podano w pełni oceny stopnia dokładności w wyznaczaniu zawartości pierwiastków w materiale powłoki – dotyczy bowiem „trudnych” do analizy pierwiastków m.in. Al i Si oraz osadzonej powłoki o szczególnie małej grubości (kilku μm). Zawartość pierwiastka należy określić w % mas. lub % at. lub % mol. (... waga to przyrząd do porównania dwóch mas z których jedna jest znana ...).

Przyjęty program badań i uzyskane wyniki uznaję za wystarczające do analizy przyjętych do rozwiązania w rozprawie problemów naukowych. Doktorant w Rozdz. 7. *Stwierdzenia i wnioski* prowadzi syntetyczną ocenę uzyskanych rezultatów kolejnych zadań badawczych realizowanych w ramach rozprawy oraz przedstawia sformułowane wnioski końcowe. Uznaję, że analiza jest prowadzona na dobrym poziomie. Potwierdza głęboką ogólną i również specjalistyczną wiedzę mgr. inż. Oskara Moraczyńskiego zarówno w zakresie charakterystyki materiału naniesionych cienkich powłok, jak również w ustalaniu kryteriów i doborze warunków dla prawidłowej realizacji reaktywnego procesu fizycznego osadzania powłoki z fazy gazowej.

Podsumowanie oceny rozprawy i wniosek końcowy

Doktorant mgr. inż. Oskar Moraczyński wykonał wszystkie szeroko planowane badania dla uzyskania wyznaczonego celu rozprawy pt. *„Powłoki Al-Si – rola tlenu jako gazu reaktywnego w kształtowaniu cech powłok w procesie PVD magnetronowego rozpylania”*. Uwzględnienie tak szerokiego zakresu badań własnych wymagało zarówno umiejętności praktycznego zastosowania metod badawczych, jak również przeprowadzenia kompleksowej analizy uzyskanych wyników. Uzyskał wiele wyników o dużym znaczeniu poznawczym i użytkowym w zakresie reaktywnego fizycznego osadzania powłok z fazy gazowej. Dotyczą ustalenia stopnia oddziaływania tlenu – gazu reaktywnego w procesie wytwarzania powłok ze stopów dwuskładnikowego układu Al-Si. Szczególnie istotne są osiągnięcia w podwyższeniu ich jakości i poprawie wydajności procesu, także w uzyskaniu prognozowanych dobrych ich właściwościach użytkowych. Przede wszystkim opracowane warunki procesu PVD – magnetronowego rozpylania z użyciem tlenu jako gazu reaktywnego – doprowadziły do wytworzenia powłok ze stopów AlSi7 i AlSi11 o większej twardości i większej odporności na zużycie

w warunkach tarcia, także o większej odporności na utlenianie w podwyższonej temperaturze.

W mojej ocenie przeprowadzona dyskusja wyników jest na dobrym poziomie. Doktorant stopniowo wyodrębnia podczas analizy główne osiągnięcia realizowanych badań. Potwierdza jednocześnie swoją dobrą znajomość zagadnień związanych z tematyką rozprawy. Wykazał się umiejętnością w formułowaniu problemów badawczych oraz poprawnym stosowaniem określonej metodyki badań dla ich rozwiązania. Udowodnił, że jest możliwość opracowania warunków reaktywnego osadzania powłoki w procesie PVD ze stopów dwuskładnikowego układu Al-Si o prognozowanych właściwościach, także podwyższenia szybkości wzrostu powłoki – zwiększenia wydajności procesu.

Osiągnięcia naukowe i o charakterze technologicznym przedstawione w rozprawie mają czynnik nowości o określonym znaczeniu dla rozwoju tej technologii. Sformułowane wnioski, zarówno w kolejnych zadaniach badawczych w obszarze charakterystyki składu chemicznego i fazowego konstytuowanych powłok, jak również zawarte w analizie i podsumowaniu uzyskanych wyników badań wykonanych w ramach rozprawy nie wychodzą poza zakres badań. Uznaję, że mgr inż. Oskar Moraczyński dokonuje w prowadzonej analizie prawidłowej ich oceny.

Stwierdzam, że rozprawę doktorską przygotowano starannie. Usterki występujące w jej treści nie są liczne. W większości dotyczą terminologii i słownictwa technicznego i nie wpływają na obniżenie poziomu pracy. Jednocześnie zwracam się do Doktoranta o wyraźne wykazanie podczas referowania jej głównych tez zastosowanych kryteriów doboru materiału do badań oraz przyjętych założeń i hipotezy badawczej stanowiących podstawę ich realizacji.

W podsumowaniu mojej opinii stwierdzam, że przedstawiona rozprawa doktorska mgr. inż. Oskara Moraczyńskiego pt. *„Powłoki Al-Si – rola tlenu jako gazu reaktywnego w kształtowaniu cech powłok w procesie PVD magnetronowego rozpylania”* ma dobry poziom naukowy. Stanowi opracowanie zagadnień określonych w celu rozprawy i ma cechy nowości w zakresie osadzania powłok w reaktywnych procesach PVD. Przede wszystkim jednak w charakteryzacji ich składu fazowego, struktury geometrycznej powierzchni, stopnia adhezji, właściwości tribologicznych oraz cieplnych również struktury i mikrostruktury materiału wytworzonych powłok. Uzyskane rezultaty potwierdzone zostały w wyróżniająco szeroko rozbudowanych zadaniach badawczych, także wnikliwej analizie ich wyników. Stąd uznaję rozprawę za stojącą na dobrym poziomie w scharakteryzowanym obszarze wiedzy i technologii. W mojej ocenie wszystkie wymagania stawiane rozprawie doktorskiej przez Ustawę z dnia 20 lipca 2019 r. są spełnione. Stąd wniosek o dopuszczenie mgr. inż. Oskara Moraczyńskiego do jej publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Częstochowskiej.

