

Częstochowa, 2024-02-06

dr hab. Katarzyna Błoch, prof. Politechniki Częstochowskiej  
Politechnika Częstochowska  
Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów  
Katedra Fizyki

### Recenzja

**rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Paradeckiej-Hrapkowicz  
pt. "Charakterystyka struktury i własności powłok przeciwzużyciowych  
wytworzonych na podłożu ze stali austenitycznej".**

(podstawa opracowania: pismo RD(IMa)-512.21.2023 Przewodniczącej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa z dnia 19 grudnia 2023 r.)

#### Wybór tematu pracy na tle stanu badań

Rozwój materiałów inżynierskich jest ściśle związany z rozwojem inżynierii materiałowej. Od czasu gdy człowiek wykorzystuje metal i różnego rodzaju stopy ewolucja warstwy wierzchniej zwanej również warstwą powierzchniową (w połączeniu z powłoką) jest nieodzownym elementem postępu cywilizacyjnego. Warstwa powierzchniowa może być rozumiana na kilka sposobów ale finalnie chodzi o zewnętrzną powierzchnię materiału posiadającą pewną grubość określającą jej właściwości w głąb materiału. W ujęciu historycznym jako pierwsze warstwy wierzchnie można traktować efekt powierzchniowego hartowania, który wpływał na poprawę właściwości użytkowych. Efekty hartowania były już znane tysiąc lat przed naszą erą ale wtedy nikt nie umiał w sposób zaplanowany i powtarzalny hartować stali. Nie znano wpływu zależności składu chemicznego oraz struktury na właściwości hartowanego materiału. Dopiero w 1772 roku Reaumur stwierdził, że właściwości stali zależą od jej budowy wewnętrznej. Hipoteza ta była jak najbardziej trafna, co zostało potwierdzone w badaniach metalograficznych przez Anosowa. Dodatkowo na podstawie tych badań Anosow stwierdził, że właściwości stali zależą od składu chemicznego. To stwierdzenie stało się kluczem prowadzącym do trwającego po dzień dzisiejszy rozwoju przemysłu stalowego. To właśnie zmiany składu chemicznego jakie można wykonać na

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia .....12.02.2024  
RDJMa/ RM/ 21/ 51/ 2024  
nr ..... zał. ....

1

powierzchni materiału prowadzą do uzyskania nowoczesnych materiałów o zwiększonych właściwościach użytkowych. Przedstawiony rys historyczny miał na celu uświadomienie czytelnikowi, że problem uszlachetnienia powierzchni metalu stanowi fundament rozwoju stali użytkowych.

W recenzowanej pracy Doktorantka uszlachetniała powierzchnię materiału poprzez wykonanie dwuwarstwowej powłoki na stali austenitycznej, co miało wpłynąć na poprawę tribologii materiału. Obecnie rozwój materiałów jest tak szybki, że tradycyjne materiały użytkowe muszą wykazywać coraz to wyższe parametry wytrzymałościowe. Oznacza to, że istnieje potrzeba projektowania, wytwarzania i badań coraz to nowszych materiałów wykazujących coraz lepsze właściwości. W ujęciu zastosowanego podłoża, jakim jest stal austenityczna można stwierdzić, że mamy do czynienia z podejściem klasycznym. Miękka stal stanowi rdzeń dla powłok tworzących warstwę powierzchniową poprawiającą odporność na ścieranie oraz zwiększone właściwości mechaniczne. Takie podejście do tematu pracy jest jak najbardziej trafne, a przedstawione w pracy wyniki badań można uznać za nowoczesne.

Podsumowując tą część recenzji stwierdzam, że podjęta w pracy tematyka jest aktualna i stanowi jeden z głównych nurtów badań światowych dotyczących uszlachetniania warstwy powierzchniowej stali.

### **Spis literaturowy przedmiotu**

Przedłożona do zrecenzowania rozprawa doktorska składa się z 7 rozdziałów i zawiera 158 stron. W pracy umieszczonych jest 77 rysunków/zdjęć i 22 tabele. W pracy zacytowano 268 pozycji literaturowych. Wszystkie pozycje literaturowe są zgodne z zamieszczonym w pracy tekstem i odnoszą się do podjętej tematyki.

Doktorantka jest współautorką w dwóch cytowanych pracach. W jednej pracy Pani mgr. inż. Agnieszka Paradecka-Hrapkowicz jest pierwszym i korespondencyjnym autorem, co świadczy o jej znaczącym wkładzie w przygotowanie tego rękopisu. Czasopismo „Coatings”, w którym została ta praca opublikowana zamieszczone jest w wykazie ministerialnym i posiada współczynnik wpływu Impact Factor na poziomie 3,4 oraz 100 punktów ministerialnych. Drugie czasopismo Solid State Phenomena od 2019 roku nie występuje w wykazie czasopism punktowanych. Autorka pracy cytuje jeszcze kilka prac innych pracowników z Politechniki Śląskiej, które dotyczą nanoszenia powłok. Ośrodek Gliwicki jest uznaną w jednostką naukową,

w której prowadzone są prace nad uszlachetnianiem powierzchni materiałów przy zastosowaniu różnych technik nanoszenia powłok.

Niestety czytając pracę zauważyłam, że literatura pomimo wspomnianego faktu, że jest prawidłowa jest źle przypisana. Najprawdopodobniej Doktorantka przy poprawkach nie pozmieniała kolejności cytowanych prac, co zburzyło cały system numerowania. Dlatego też konieczna jest poprawa całej pracy pod względem umieszczonej w niej bibliografii, zarówno w tekście jak i pod rysunkami, np. na stronie 10 Doktorantka opisuje model J. A. Thornton'a odwołując się do pozycji literaturowych 20, 36, 37. W mojej opinii powinna się odwołać do pozycji 38. Podobnie na stronie 11 Doktorantka na rysunku 3 przedstawia schemat procesu krystalizacji materiałów według modelu Thornton'a odwołując się do pozycji literaturowej 39 zamiast 38. Dodatkowo stwierdzam, że w niektórych miejscach zabrakło odnośników literaturowych, np. na stronie 10 linia 9 brak cytowania przy modelu strefowym struktury B. A. Movchan'a i A. V. Demchishin'a, co finalnie zmienia cały układ przypisów literaturowych.

### **Cele i tezy pracy**

W recenzowanej pracy Doktorantka na podstawie przeprowadzonych studiów literatury oraz wstępnych badań własnych spisała tezę oraz cel pracy. Teza pracy nie jest do końca zrozumiała. Doktorantka zakłada, że należy prawidłowo ukształtować strukturę ale nie można za bardzo wywnioskować czego strukturę, czy podłoża czy naniesionych powłok. Teza pracy stanowi dobry element do dyskusji i wymaga wyjaśnienia.

Celem pracy jest opracowanie metodologii wytwarzania dwuwarstwowych powłok, składających się z twardej warstwy azotkowej oraz cienkiej warstwy niskotarciowej. Powłoki te będą uzyskane z wykorzystaniem zmodyfikowanych technik fizycznego i chemicznego osadzania z fazy gazowej na podłożu ze stali austenitycznej. Celem jest zbadanie ich struktury, własności mechanicznych i trybologicznych. Cel pracy jest dobry i jasny dla czytelnika. W celu pracy występuje słowo trybologia, które w języku potocznym jest dopuszczalne, jednak według obowiązującej normy nie jest poprawne.

### **Ocena przeprowadzonych badań**

W pracy badano próbki w postaci cylindrów wykonanych ze stali austenitycznej pokrytych powłoką azotkową (twardą) oraz powłoką

niskotarciową (CrCN, MoS<sub>2</sub>, DLC:Ti, DLC:Si, TiC). Materiał do badań został wykonany zgodnie ze sztuką i należy się spodziewać jego dobrej spójności z podłożem. Autorka pracy wykonała szereg badań właściwości mechanicznych: pomiary twardości, przyczepności powłok, zużycia powłok. Doktorantka przeprowadziła badania struktury, składu fazowego oraz chemicznego z wykorzystaniem: skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), mikroskopu sił atomowych (AFM), spektroskopu ramanowskiego, transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM), dyfraktometru rentgenowskiego (XRD), spektroskopii fotoelektronów wzbudzanych promieniowaniem rentgenowskim (XPS). Stosowane metody badawcze są nowoczesne i dobrze dobrane w odniesieniu do postawionego celu pracy. Szczególnie interesujące i znaczące są badania wykonane przy użyciu transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Na podstawie przeprowadzonych badań i ich analizy Autorka pracy doktorskiej spisała podsumowanie i wnioski. Ostatni wniosek stanowi podsumowanie wszystkich przeprowadzonych badań i prac projektowych ale w mojej opinii jest za mało rozwinięty. Dlatego też proszę o precyzyjne przedstawienie najważniejszych osiągnięć stanowiących nowości wpływające na rozwój dyscypliny naukowej jaką jest inżynieria materiałowa.

### Uwagi dotyczące edycji pracy

Układ pracy jest typowy jak dla pracy doktorskiej, składa się ona z części literaturowej oraz części obejmującej badania własne. Autorka sformułowała tezę pracy oraz jej cel. W pracy występują nieliczne błędy literowe. Autorka pracy stosuje bardzo długie wielokrotnie złożone zdania, co utrudnia zrozumienie czytanego tekstu. Często występuje brak odpowiednich spójników, a przecinki są wstawiane w nieodpowiednich miejscach, co zmienia sens zdania i logiczny przekaz tekstu. Opracowanie graficzne pracy jest na dobrym poziomie. Większość rysunków jest czytelna i ma odpowiednie opisy. Jedynie rysunki wykonane za pomocą mikroskopii transmisyjnej mają zbyt małe opisy skali, co utrudnia ich odczyt. W opisach rysunków 41, 42 występuje ten sam błąd literowy, mianowicie zamiast widmo napisane jest widomo. Tabele zawarte w tekście są przejrzyste i nie wymagają dyskusji. Autorka dość skrupulatnie i dokładnie przedstawia wszystkie zapisy jednostek, symboli, formuł chemicznych i wzorów (występują jedynie nieliczne błędy w zapisie). Na stronie 102 w opisie Tabeli 16 jest stwierdzenie: „Zbiorcze zestawienie wyników badań struktury powłok w transmisyjnym mikroskopie elektronowym”. W mojej opinii należało by użyć opisu tabeli, o treści: „Zbiorcze zestawienie

wyników badań struktury powłok uzyskanych przy użyciu transmisyjnego mikroskopu elektronowego/transmisyjnej mikroskopii elektronowej”.

### Uwagi do dyskusji

1. Co znaczy sformułowanie „prawidłowe ukształtowanie struktury”, które znajduje się w tezie pracy?
2. Czy w naukowym języku występuje obecnie sformułowanie trybologia? Proszę podać normę i prawidłowe nazewnictwo.
3. Czy w przypadku badań z wykorzystaniem spektroskopii fotoelektronów wzbudzonych promieniowaniem rentgenowskim (XPS) nie należałoby wykonać analizy profilu wglębnego powłok (w wyniku wykonania krateru przy użyciu działła jonowego)? Chodzi mi głównie o zanieczyszczenia na powierzchni, które mogą stanowić poważny problem weryfikacji dokładnego składu chemicznego.
4. Nie rozumiem dlaczego dla jednej próbki stosowano inną powłokę adhezyjną (warstwa II) niż dla pozostałych. Mam na myśli powłokę AlCrN/DLC:Ti, dla której jako II warstwę adhezyjną zastosowano TiN, a nie CrN tak jak dla wszystkich pozostałych badanych w pracy powłok.

### Podsumowanie i wniosek końcowy

Na podstawie analizy pracy doktorskiej Pani mgr. inż. Agnieszki Paradeckiej-Hrapkowicz pt. "Charakterystyka struktury i własności powłok przeciwzużyciowych wytworzonych na podłożu ze stali austenitycznej" stwierdzam, że:

- na podstawie założonej tezy cel pracy został zrealizowany,
- tematyka pracy jest aktualna i stale rozwijana w najlepszych ośrodkach naukowych i przemysłowych,
- praca ma podłoże naukowe i technologiczne, co stanowi jej duży atut,
- w recenzowanej rozprawie doktorskiej występują elementy nowości naukowej,
- Pani mgr. inż. Agnieszki Paradeckiej-Hrapkowicz posiada odpowiednią wiedzę teoretyczną oraz praktyczną z zakresu podejmowanej w dysertacji tematyce,
- Doktorantka wykazała się samodzielnością naukową.



Praca doktorska autorstwa Pani mgr. inż. Agnieszki Paradeckiej-Hrapkowicz pt. "Charakterystyka struktury i własności powłok przeciwzużyciowych wytworzonych na podłożu ze stali austenityczne" jest spójna i stanowi opracowanie naukowe. Ze względu na to, że zawiera aspekt technologiczny jest bez wątpienia dobrze osadzona w dyscyplinie naukowej jaką jest Inżynieria Materiałowa. Opracowanie takie może być przydatne dla inżynierów pracujących nad opracowaniem materiałów do specjalnego zastosowania, co jest jej wartością dodaną. Wszelkie uwagi dotyczące przedmiotowej pracy nie umniejszają jej wartości naukowej i nie mają wpływu na pozytywną ocenę końcową.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana praca **spełnia warunki określone Ustawą "o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki"**, które są zgodne z art.13, w związku z art. 179 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 Dz.U. z 2018 poz.1669. Dlatego też wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej w Gliwicach o **dopuszczenie** Pani mgr inż. Agnieszki Paradeckiej-Hrapkowicz do publicznej obrony jej pracy doktorskiej.

Z poważaniem

