

Warszawa, 12.06.2025

Prof. dr hab. inż. Tomasz Wejrzanowski
Politechnika Warszawska
Wydział Inżynierii Materiałowej

RECENZJA

rozprawy doktorskiej, pt. „Modyfikacja połączenia osnowa - wzmocnienie w kompozytach Ni-SiC w celu poprawy ich właściwości tribo-mechanicznych”, której Autorem jest mgr inż. Piotr Jencyk. Recenzję opracowano na zlecenie Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN w Warszawie.

1. Ogólna charakterystyka pracy

Przedłożona rozprawa doktorska autorstwa mgr. inż. Piotra Jencyka dotyczy aktualnego i istotnego problemu w dziedzinie inżynierii materiałowej, a mianowicie poprawy właściwości tribo-mechanicznych kompozytów metal-ceramika poprzez modyfikację połączenia osnowa-wzmocnienie.

Tematyka ta ma szerokie znaczenie zarówno z punktu widzenia badań podstawowych, jak i zastosowań w praktyce przemysłowej. Kompozyty wzmacniane cząstkami ceramicznymi, takie jak Ni-SiC, są powszechnie stosowane w nowoczesnych technologiach ze względu na swoją wysoką odporność na zużycie, dobre przewodnictwo cieplne i stabilność w trudnych warunkach eksploatacyjnych. Szczególne znaczenie ma to w sektorach, w których materiały są narażone na intensywne zużycie mechaniczne i termiczne, takich jak przemysł motoryzacyjny, lotniczy, energetyczny czy elektroniczny. W motoryzacji i przemyśle lotniczym materiały tego typu mogą być wykorzystywane w elementach silników, przekładni czy układów hamulcowych, gdzie liczy się zarówno trwałość, jak i odporność na ekstremalne warunki pracy. W energetyce, kompozyty Ni-SiC mogą być stosowane w elementach turbin czy systemach transportu ciepła, gdzie istotne są zarówno właściwości mechaniczne, jak i odporność korozyjna. W elektronice i mikromechanice, dzięki dużej stabilności i możliwości miniaturyzacji, mogą znaleźć zastosowanie w elementach precyzyjnych i mikrokomponentach narażonych na tarcie. Jakość połączenia osnowa-wzmocnienie ma w każdym z tych przypadków bezpośredni wpływ na trwałość, funkcjonalność i niezawodność komponentów,

co czyni badania nad możliwością jego modyfikacji niezwykle istotnymi zarówno z punktu widzenia nauki, jak i praktyki inżynierskiej.

Z punktu widzenia inżynierii materiałowej, praca wpisuje się w jeden z kluczowych obszarów badawczych, jakim jest kontrola i projektowanie mikrostruktury materiału w celu uzyskania pożądaných właściwości użytkowych. Praca koncentruje się na analizie wpływu dodatkowej cienkiej warstwy ochronnej, osadzonej chemicznie na powierzchni cząstek SiC na strukturę i właściwości kompozytowych powłok Ni-SiC wytwarzanych metodą współelektroosadzania. Tego typu rozwiązania stwarzają potencjał do poprawy właściwości eksploatacyjnych, zwiększenia powtarzalności procesów produkcyjnych, co jest niezwykle ważne z punktu widzenia technologii przemysłowych.

Warto również podkreślić znaczenie pracy dla rozwoju metodologii badawczej. Autor łączy w pracy metody eksperymentalne oraz modelowanie numeryczne, przedstawiając kompleksową analizę zarówno mikrostrukturalną, jak i mechaniczną. Integracja technik takich jak mikroskopia elektronowa, pomiary tribologiczne, testy mikromechaniczne i symulacje numeryczne stwarza solidne podstawy do oceny jakości i niezawodności nowoczesnych materiałów kompozytowych. Tego rodzaju podejście jest zgodne z najnowszymi trendami w inżynierii materiałowej, które kładą nacisk na interdyscyplinarność i łączenie różnych skal opisu właściwości i zjawisk.

Biorąc pod uwagę powyższe fakty, stwierdzam, że Doktorant podjął interesujący i istotny temat badawczy, a zaproponowana metodyka, uwzględniająca prace eksperymentalne i symulacje komputerowe, stanowi wartościowe i nowatorskie podejście do optymalizacji materiałów powłok kompozytowych o wysokiej odporności na ścieranie.

2. Ocena rozprawy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska ma postać monografii. Została napisana w języku polskim i liczy 128 stron. Struktura pracy jest typowa dla tego rodzaju opracowań naukowych, jeżeli chodzi o podział na część stanowiącą przegląd literatury oraz część opisującą badania własne Doktoranta.

W pierwszej części pracy Autor przedstawił krótki przegląd aktualnego stanu wiedzy dotyczącego współelektroosadzanych kompozytów metal-ceramika, ze szczególnym uwzględnieniem warstw Ni-SiC, skupiając się na ich właściwościach tribo-mechanicznych, roli powierzchni międzyfazowych oraz technikach pomiaru wytrzymałości połączenia osnowa-wzmocnienie. Następnie zidentyfikował główne problemy badawcze, wynikające z ograniczeń

istniejących metod wytwarzania i charakterystyki materiałów, a także przedstawił wcześniejsze prace swojej grupy badawczej w tym zakresie, uzasadniając potrzebę dalszych badań nad wpływem warstw ochronnych na jakość połączenia i właściwości mechaniczne kompozytów. Na bazie przeglądu literaturowego i analizy prac grupy badawczej Doktorant zdefiniował zagadnienia naukowe oraz cel badawczy, który brzmi następująco: „Głównym celem badawczym jest sprawdzenie możliwości poprawy właściwości tribo-mechanicznych kompozytów współelektroosadzanych nikiel-węgiel krzemu poprzez zastosowanie chemicznie osadzonej powłoki metalicznej tworzącej warstwę ochronną.”

Autor postawił trzy główne hipotezy badawcze:

- Chemicznie osadzona warstwa ochronna na cząstkach wzmocnienia zwiększy odporność na zużycie kompozytu współelektroosadzonego Ni-SiC
- Chemicznie osadzona warstwa ochronna na cząstkach wzmocnienia zwiększy wytrzymałość połączenia osnowa-wzmocnienie
- Wytrzymałość połączenia może zostać wyznaczona ze złożonego stanu naprężeń poprzez zastosowanie eksperymentalnych danych ze zginania mikrobelki do modelu numerycznego

W mojej ocenie, pomimo nieco ogólnego charakteru zarówno celu pracy, jak i hipotez badawczych, nie budzą one większych wątpliwości.

Drugi rozdział pracy stanowi opis metod badawczych. W pracy zastosowano metody chemicznego osadzania niklu na cząstkach SiC oraz współelektroosadzania kompozytowych warstw Ni-SiC na podłożu miedzianym. Przeprowadzono badania strukturalne (SEM, EBSD, EDS, XRD), mechaniczne (nanoindentacja, mikrozginanie mikrobelki) oraz analizy numeryczne z wykorzystaniem metody elementów skończonych z elementami kohezyjnymi.

Metodyka badawcza została zaprojektowana i zrealizowana z dużą starannością. Na szczególną uwagę zasługuje autorskie podejście do oceny wytrzymałości połączenia osnowa-wzmocnienie poprzez testy mikrozginania mikrobelki, połączone z pomiarami AFM i modelowaniem numerycznym. Autor słusznie wskazuje, że dotychczasowe metody pomiarowe nie są wystarczające do oceny rzeczywistego zachowania połączenia w skali mikro, szczególnie w kompozytach współelektroosadzanych, gdzie geometrię i strukturę połączeń trudno kontrolować.

Kolejny rozdział stanowią wyniki prac eksperymentalnych i symulacji komputerowych przeprowadzonych przez Doktoranta.

Ta część pracy rozpoczyna się od opisu wyników procesu wytwarzania serii materiałów do badań różniących się wielkością cząstek proszku SiC (20 μm i 1 μm) oraz sposobem przygotowania proszku przed procesem współelektroosadzania (bez pokrycia i z pokryciem cienką warstwą Ni).

W kolejnej części Autor dokonał opisu jakościowego warstwy Ni na SiC (badania SEM) oraz ilościowej charakteryzacji proszku SiC z pokryciem cienką warstwą Ni (badania XRD). Następnie Doktorant opisał proces współosadzania oraz jego wyniki. W tej części scharakteryzował mikrostrukturę uzyskanych powłok.

Ogólne podejście do analizy składu chemicznego, struktury krystalicznej oraz mikrostruktury nie budzi wątpliwości. Niemniej jednak pojawiają się pewne nieścisłości, które wymagają wyjaśnienia. Pojawia się również szereg pytań z punktu widzenia dalszego wykorzystania praktycznego uzyskanych wyników. Moje uwagi i pytania do tego fragmentu pracy przedstawiłem w dalszej części recenzji.

Opis struktury materiału uzupełniony jest o pomiar odporności na zużycie, jako jednego z parametrów opisujących właściwości powłoki – rozdział 3.2.3.

Rozdział ten jest niezbyt obszerny, ale w mojej ocenie niezwykle ważny, ponieważ pozwala na ocenę uzyskanych powłok pod kątem ich skuteczności i co za tym idzie praktycznego zastosowania.

Kolejna, obszerna część pracy skupia się na opisie mikroskopowym zarówno struktury materiału, jak i właściwości. Należy zaznaczyć, że ta część pracy, wymagała zastosowania zaawansowanych analiz i narzędzi, przez co prawdopodobnie była najbardziej pracochłonna.

Za pomocą metody EBSD dokonano analizy zmian wielkości ziarna w osnowie w funkcji odległości od powierzchni cząstek wzmocnienia SiC. Uzyskane wyniki tej analizy i wnioski z niej płynące są bardzo ciekawe i nieoczywiste.

Dalsza część analizy koncentruje się na próbie oceny sił adhezji wzmocnienia i osnowy z uwzględnieniem występowania warstwy pośreniej Ni lub bez niej. Wytrzymałość układu osnowa-wzmocnienie oceniana była w skali mikroskopowej poprzez próbę zginania mikrobelk wykonanych w materiale za pomocą skupionej wiązki jonów (FIB). W ocenę wytrzymałości mikroukładów złącza wzmocnienie-osnowa włączono również modelowanie numeryczne z wykorzystaniem metody elementów skończonych. Jako reprezentację granicy międzyfazowej wzmocnienie-osnowa zastosowano elementy kohezyjne.

Głównym wnioskiem z tych badań jest stwierdzenie, że obecność warstwy pośredniej wytworzonej chemicznie na SiC przed procesem współosadzania wpływa niekorzystnie na wytrzymałość granicy międzyfazowej wzmocnienie-osnowa.

Dyskusja przeprowadzona przez Autora cechuje się wysokim poziomem merytorycznym. Wskazuje On jasno ograniczenia swojej metodyki oraz potencjalne źródła błędów i niepewności. W podsumowaniu pracy pojawia się refleksja na temat kierunków dalszych badań, w tym:

- potrzeby dalszej optymalizacji składu i grubości warstw ochronnych,
- możliwości zastosowania innych technik depozycji (np. PVD),
- integracji metod eksperymentalnych z symulacjami atomistycznymi (np. DFT),
- analizy wpływu rzeczywistego kształtu cząstek (nieregularnych) na lokalne pola naprężeń.

Rozprawa posiada wyraźnie dominującą wartość poznawczą, lecz jej implikacje mają znaczenie praktyczne, szczególnie w obszarze projektowania trwałych powłok przeciwzużyciowych. Zaproponowana metoda modyfikacji połączenia osnowa-wzmocnienie oraz procedura badawcza mogą być wykorzystane do analiz innych systemów kompozytowych, także poza systemem Ni-SiC. Zastosowanie podejścia opartego na ocenie mikro-mechanicznej i modelowaniu numerycznym stanowi wartościowe podejście w ocenie jakości połączeń międzyfazowych w materiałach kompozytowych.

Oczywiście, jak każda praca także i ta zawiera drobne błędy edytorskie oraz elementy dyskusyjne.

Do najważniejszych uwag merytorycznych, na które warto byłoby zwrócić uwagę i do których należałoby się odnieść, należą:

- 1) W mojej ocenie jednym z głównych mankamentów pracy jest zbyt mały nacisk na badania właściwości użytkowych, np. odporności na zużycie. W wytworzonych materiałach może istnieć wiele zmiennych po stronie mikrostruktury, np. niejednorodność rozmieszczenia cząstek SiC, które mogą wpływać na właściwości makroskopowe. Jak Doktorant wyjaśni brak zależności pomiędzy udziałem wzmocnienia i odpornością na zużycie (Rysunek 34)? Z czego wynika optymalna zawartość (ok 2%at) wzmocnienia pod kątem osiągnięcia maksymalnej odporności na zużycie?

- 2) Jak już wspomniałem, moim zdaniem praca na obecnym etapie ma wyraźny charakter badań podstawowych. W mojej opinii jednak nie zwalnia to Autora z próby oceny możliwości zastosowania uzyskanych wyników. Czy Doktorant zna potencjalne zastosowania powłok, które stanowią treść pracy doktorskiej?
- 3) W mojej ocenie zabrakło również uzasadnienia pod kątem doboru materiału do badań. Co było przesłanką do wyboru miedzi jako podłoża? Dlaczego powłoki niklowe i wzmocnienie SiC?
- 4) Czy na podstawie badań wytrzymałościowych i modeli w skali mikro, da się określić adhezję wzmocnienia do osnowy? Czy można ją opisać za pomocą parametru σ_{max} ?
- 5) Uzyskane powłoki cechują się dużą niejednorodnością, co z punktu widzenia zastosowań, w mojej ocenie jest dyskwalifikujące. Czy istnieje, w ramach stosowanej metody, uzyskanie powłok o jednorodnym rozmieszczeniu i udziale wzmocnienia?
- 6) W pracy, w części metodyki opisano pomiary twardości i mikro/nano twardości. Czy wykonano takie pomiary i czy na ich podstawie (w szczególności nanoindentacji w osnowie w funkcji odległości od granicy wzmocnienie-osnowa) nie byłoby możliwe określenie stopnia umocnienia osnowy?
- 7) Czy zastosowanie cząstek proszku SiC 20 μm jako wzmocnienia w powłoce o grubości 30 μm ma sens?

Uwagi szczegółowe:

- 8) Autor, szczególnie w pierwszej części pracy, zamiennie używa słów „dobra zwilżalność” i „hydrofilowość”. Czy wysoka zwilżalność i hydrofilowość oznacza to samo?
- 9) Na stronie 37 Autor pisze o grubości powłok 30 μm , a na stronie 51 grubość powłok wynosi 50 μm ?
- 10) Nie jest do końca jasne, co Autor rozumie pod pojęciem mikrostruktura, szczególnie biorąc pod uwagę zdanie – strona 31 – „... mikrostruktura jest charakteryzowana poprzez skład chemiczny, parametry cząstek wzmocnienia i wielkość ziaren osnowy i ich teksturę.”
- 11) W mojej ocenie, do opisu zawartości SiC powinno stosować się parametr – udział objętościowy SiC. Czy Autor jest w stanie podać, jaki był udział objętościowy SiC w osnowie Ni? Czy %at odpowiada udziałowi objętościowemu?

Uwagi o charakterze językowym, gramatycznym i edytorskim:

- 1) Wielokrotnie: preferowana forma „za pomocą” a nie „przy pomocy”, jeżeli odnosimy się do metody lub urządzenia.
- 2) Str 15, linia 15: kropka na początku linii.
- 3) Str 16, linia 31: zamiast „Do” powinno być „Po”
- 4) Wielokrotnie: brak odstępu przed cytowaniem – zamiast aaa[X] powinno być aaa [X].
- 5) Str 17, linia 37: zamiast „pomiar” powinno być „pomiaru”
- 6) Wielokrotnie: „ilość” a powinno być „liczność”
- 7) Str. 27, linia 21: SLS – brak rozwinięcia skrótu.
- 8) Str. 32, linia 3: jest „domeny”, powinno być „ziarna”
- 9) Str. 36, linia 7: cząstki, cząstek w tym samym zdaniu
- 10) Str. 65: „Błąd!, Nie można odnaleźć źródła odwołania ...”
- 11) Str. 69, linia 1: jest „wytrawnego” powinno być „wytrawionego”
- 12) Str. 100, linia 15: jest „składu pierwiastkowego” powinno być „składu chemicznego”

Chciałbym zaznaczyć, że przedstawione przeze mnie uwagi w żadnym stopniu nie umniejszają mojej wysokiej oceny pracy.

3. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

Rozprawa mgr inż. Piotra Jencyka stanowi dojrzałą, oryginalną i wartościową pracę naukową. Zawiera nowe elementy poznawcze, rozwija istniejące metody badawcze oraz wskazuje kierunki dalszych analiz. Zastosowane podejście badawcze, pomimo uwag krytycznych, cechuje się dużą innowacyjnością, a uzyskane wyniki są wiarygodne i dobrze udokumentowane.

Na podstawie powyższych stwierdzeń wyrażam opinię, że rozprawa doktorska mgr. inż. Piotra Jencyka pt. „Modyfikacja połączenia osnowa - wzmocnienie w kompozytach Ni-SiC w celu poprawy ich właściwości tribo-mechanicznych”, spełnia wszystkie wymagania ustawowe i wnoszę o dopuszczenie jej Autora do publicznej obrony przed Radą Naukową Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN w Warszawie.



Tomasz Wejranowski

