

dr hab. inż. Henryk CZARNECKI
ul. Ferdynanda Magellana 6 m. 17
51-505 Wrocław

Wrocław 11. 08. 2021

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Mateusza NIEDŹWIEDZIA

**pt.: „ZWILŻALNOŚĆ WARSTW Al_2O_3 KSZTAŁTOWANYCH DO ZASTOSOWAŃ
TRIBOLOGICZNYCH”**

Promotor dr hab. Władysław Skoneczny, prof.UŚ; promotor pomocniczy dr Marek Bara (uchwała Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego z dnia 22. 06. 2021 roku).

Przyjmując, że rozprawa doktorska ma stanowić samodzielne rozwiązanie zagadnienia naukowego, opracowano niniejszą recenzję z uwzględnieniem następujących kryteriów jej oceny:

- wybór tematu, celu i zakresu pracy,
- wartości naukowej i oryginalności pracy,
- metodyki i analizy wyników,
- formy opracowania.

1. Wybór tematu, celu i zakresu pracy

Panująca w technice tendencja minimalizacji zużycia materiałów i energii w praktyce prowadzi do miniaturyzacji urządzeń przy jednoczesnym zwiększaniu mocy przenoszonych przez kinematyczne węzły. Aby to było możliwe równocześnie prowadzone są intensywne prace przy wdrażaniu nowych materiałów i technologii wykonania elementów maszyn i urządzeń.

Podwyższenie trwałości eksploatacyjnej maszyn można osiągnąć bez zmiany konstrukcji, poprzez zastosowanie bardziej odpornych na zużycie materiałów lub podwyższenie odporności tylko zewnętrznych warstw współpracujących elementów. Drugi

sposób jest ściśle związany z konstytuowaniem warstwy wierzchniej w procesie obróbki. Warstwa ta zwana technologiczną warstwą wierzchnią powstaje w wyniku obróbki powierzchniowej, w czasie której nadaje się jej określone właściwości decydujące o odporności na zużycie w procesie eksploatacji. Wybór technologii kształtowania warstwy wierzchniej jest decydujący dla uzyskania określonych jej właściwości. Stąd obserwujemy zastępowanie tradycyjnych procesów obróbki ścierniej operacjami elektrochemicznymi i ciepłno-chemicznymi, nakładaniem powłok przy użyciu plazmy lub implantacji jonowej. Wpływ materiału i właściwości warstwy wierzchniej oraz obciążeń występujących w miejscu styku mają wielokrotnie decydujące znaczenie i wymagają przeprowadzenia szeregu eksperymentów.

Zaproponowana w pracy technologia kształtowania warstw tlenkowych na stopach aluminium tworzących nowe jakościowo nanostruktury cechujące się dobrymi właściwościami fizyko-chemicznymi i mechanicznymi pozwala na wnioskowanie o możliwości zastosowania tak ulepszonych powierzchni elementów konstrukcyjnych w węzłach narażonych na zużycie w tym zużycie tribologiczne. Badani tarcia i zużycia wymagają specjalistycznej aparatury lub stanowisk symulujących konkretne węzły tarcia są długotrwałe i tym samym kosztochłonne. Stąd obserwuje się próby poszukiwania charakterystyk warstwy wierzchniej i wyznaczenie parametru określającego jej odporność eksploatacyjną. W recenzowanej pracy autor proponuje badanie wpływ zwilżalności na procesy tribologiczne.

Biorąc pod uwagę powyższe uważam, że temat pracy jest istotny dla rozwoju wiedzy z zakresu wytwarzania warstw tlenkowych i ich aplikacji. Cel postawiony oraz sposób jego realizacji jak i zakres przyjętych opracowań oceniam w pełni pozytywnie zarówno w aspekcie naukowym jak i użytecznym.

2. Wartość naukowa i oryginalność pracy

Niezależnie od wielu poglądów na definicję pojęcia „naukowej pracy” można przyjąć, że praca może być uznana za naukową o ile w wyniku jej realizacji uzyskano nowe informacje poszerzające wiedzę w określonej dziedzinie, a wiedza ta zawiera w sobie elementy aktualnej lub perspektywicznej przydatności określonych nowych informacji w ich przemysłowym wdrożeniu.

W recenzowanej pracy określona została na stronie 46 jej teza. Autor zaproponował wyjaśnienie wpływu parametrów anodowania oraz obróbki ciepłno-chemicznej na

zwilżalność warstw Al_2O_3 , która z kolei wpływa na właściwości tribologiczne tych warstw. Wyznaczono 5 celów a następnie omówiono szczegółowo jej zakres składający się z 11 punktów.

Do realizacji badań procesu anodowania jak i modyfikacji warstwy poprzez obróbkę cieplno-chemiczną zastosowano dwa plany badawcze tj. Hartley a oparty na hipersześcianie dla trzech zmiennych wejściowych o trzech zmiennych wartościach i plan całkowitego eksperymentu dla dwóch zmiennych wejściowych o trzech zmiennych wartościach. Podobnie postąpiono przy badaniu zwilżalności powierzchni i właściwości tribologicznych.

W zakres pracy doktorskiej weszły zagadnienia związane z wytworzeniem warstw tlenkowych Al_2O_3 na stopie aluminium EN AW-5251 (PA 2) w trzech rodzajach trójskładnikowych elektrolitów dla zmiennych warunków anodowania twardego tj. czasu trwania procesu i temperatury elektrolitu.

Po zrealizowaniu procesu anodowania jak również po dodatkowej obróbce cieplno-chemicznej dokonano pomiaru grubości uzyskanej warstwy tlenkowej a następnie dla wybranych próbek przeprowadzono test zarysowania. Uzyskane obrazy poprzeczne warstwy tlenkowej i powierzchni stopu aluminium pozwoliły na ocenę rodzaju zużycia takiej warstwy dla tej metody badawczej. Następnie dokonano oceny morfologii powierzchni przedstawiając obrazy rozmieszczenia nanoporów i obliczenia porowatości. Wyniki przedstawiono w tabelach jak również na histogramach. W celu określenia zwilżalności analizowanych powierzchni zmierzono kąty przy użyciu czterech cieczy. Otrzymane wyniki posłużyły do obliczenia swobodnej energii powierzchniowej (SEP) i ich zestawienia w tabelach i zobrazowania na trójwymiarowych wykresach. Do obserwacji nanostruktury warstwy Al_2O_3 wybrano warstwy charakteryzujące się odmiennymi właściwościami zwilżalności oraz swobodnej energii powierzchniowej. Komputerowa analiza mikrofotografii przekrojów warstw pozwoliła na wykazanie różnic w ich budowie w zależności od parametrów procesu anodowania. Wyniki zobrazowano w postaci zdjęć i tabel. Przeprowadzone badania dyfrakcji rentgenowskiej pozwoliły na określenie wpływu obróbki cieplno-chemicznej na skład fazowy warstwy tlenkowej w porównaniu do próbek nie poddanych temu procesowi. Następnie w dysertacji dokonano badania na zużycie z wykorzystaniem testera T-17 w ruchu posuwisto zwrotnym dla pary próbka anodowana i przeciwpróbka z tworzywa kompozytowego T7W mającego zastosowania w produkcji pierścieni prowadzących w siłownikach pneumatycznych. Określono współczynnik tarcia i zużycie wagowe przeciwpróbki. Uzyskane wyniki zobrazowano w tabelach i wykresach trójwymiarowych. Dla wszystkich próbek dokonano pomiaru charakterystycznych parametrów struktury geometrycznej powierzchni i

jej nośności przed procesem tarcia jak i po zakończeniu testu zużycia. Po przeprowadzeniu całego kompleksu badań dokonano podsumowania (dyskusji) otrzymanych wyników i opracowano wnioski.

Badania jak również przedstawione ich interpretacje pozwalają stwierdzić, że **praca zawiera w sobie wartość zarówno naukową jak i zdolności aplikacyjne**.

3. Metoda i analiza wyników

Ocena recenzowanej pracy doktorskiej upoważnia mnie do stwierdzenia, że Autor wykazał znajomość w zakresie teorii i technologii wytwarzania warstw tlenkowych co przedstawił w dość obszernej analizie literatury i umiejętnie wykorzystał ją przy opracowaniu tezy pracy jak i jej zakresu. Zastosowany nowoczesny aparat badawczy do realizacji postawionych celów opisany w punkcie 6 gwarantuje przeprowadzenie założonych eksperymentów. Realizowane badania wg. zdefiniowanych planów prowadzenia eksperymentów pozwoliły uzyskać optymalizację ich ilości a jednocześnie uzyskanie całego spektrum analiz wpływu parametrów procesu anodowania na właściwości uzyskanej warstwy tlenkowej Al_2O_3 . **Świadczy to o tym że doktorant wykazał się zdolnościami organizacji i prowadzenia badań.**

Przeprowadzono eksperyment polegający na określeniu wpływu czynników biorących udział w tworzeniu warstwy tlenkowej na stopie aluminium gatunek EN AW-5251 (zmieniano elektrolit i jego temperaturę oraz czas trwania procesu). Analiza struktury warstwy uzyskanej i jej opis wymagała umiejętności posłużenia się nowoczesną aparaturą pomiarową i obróbką uzyskanych zdjęć. Na tej podstawie i wcześniejszych wynikach oraz doświadczeniach uzyskanych w zespole naukowym kierowanym przez Pana Profesora Skonecznego doktorant przeprowadził analizy wpływu parametrów procesu anodowania a następnie anodowania i obróbki cieplno-chemicznej na budowę oraz właściwości otrzymanej warstwy Al_2O_3 . W tym celu wykorzystano aparaturę do badania grubości warstwy tlenkowej, do badania mikrotwardości oraz prowadzenia testu zarysowań, jak również mikroskop skaningowy do nadania morfologii powierzchni. Wykorzystano również badania rentgenograficzne w celu analizy składu otrzymanych warstw. Następnie doktorant określił zwilżalność otrzymanych powierzchni za pomocą pomiaru kąta zwilżania i określił swobodą energii powierzchniową (SEP) jako cechę (parametr) warstwy wierzchniej wpływającą na proces tarcia i odporność na zużycie tribologiczne. Ostatnią częścią pracy jest analiza procesu zużywania tak

przygotowanych warstw tlenkowych systemie tribologicznym, gdzie jedną z par jest warstwa tlenkowa, a drugą próbka kompozytu używanego na pierścieniu prowadzące cylindrów pneumatycznych. Do badań zastosowano tester T-17 który pozwala odzwierciedlać ruch takiej pary w układzie cylinder – tłok. Dokonano pomiaru współczynnika tarcia i wagowego zużycia przeciwpróbki. Pomiary struktury geometrycznej powierzchni przed zużyciem i po procesie tarcia pozwoliły przybliżyć wnioskowanie o wpływie tej topografii na procesy tribologiczne.

Przedstawiona metodyka i uzyskane wyniki mogą być pomocne przy doborze skojarzenia w trakcie projektowania takiego węzła tribologicznego, jak również mogą służyć do dalszych analiz. **Jest to niewątpliwe osiągnięcie doktoranta.**

W opracowaniu moim zdaniem nie ustrzeżono się od drobnych niedociągnięć, czy też prób uogólnień, które zasadniczo nie wpływają na jej wartość merytoryczną a są nimi:

- Zauważa się brak w opracowanej dysertacji wykazu ważniejszych oznaczeń
- Moim zdaniem doktorant w opisie rysunków interpretujących wyniki badań podaje numery próbek a nie parametry procesu co by ułatwiło ich czytelność. Tak to trzeba porównywać z tabelą planowania tego eksperymentu. Sam autor przy niektórych opisach rysunków odsyła do takiej tabeli np. rys.36.
- Podobnie jest przy opisie przeprowadzonego danego badania, podawane są numery próbek co moim zdaniem utrudnia czytającemu takie analizy i ich interpretacje (np.str. 60-62).
- W tablicach przedstawiających wyniki pomiarów badanych wskaźników doktorant przedstawia kolumnę „Odchylenie” i miano (tab.10, 11, itd.). Nasuwa się pytanie czy to jest odchylenie standardowe, czy też przeciętne inaczej zwane średnim. Brak tego w opisie.
- Wykresy przestrzenne interpretujące wyniki są wykonane dla parametrów wykraczających poza zakres badany np.: rys.46 – gęstość prądu nie 2-4 a 1,8-4,2. Podobnie przy temperaturze elektrolitu w badaniach 292, 298, 303 a na wykresie aż do 304. W opisie interpretacji wyników autor dysertacji czasami wnioskuje poza obszar badany co jest błędem. Ta uwaga odnosi się do wszystkich tego typu wykresów. Dlaczego tak postąpiono.
- Przy opisie badań tribologicznych (str. 58 lub przy opisie wyników testu zużycia str.98) moim zdaniem należało podać wymiary próbki jak i przeciwpróbki co jaśniej by charakteryzowało te badania.

- W tabeli 33 można było dodać kolumnę z wartościami kąta zwilżalności co by było nawiązanie do tematu dysertacji i łatwiejszej interpretacji wyników.
- Przy opisie wyników np. str. 103 autor używa sformułowania „niewielkiej różnicy redukcji zużycia”. Nasuwa się co autor ma na myśli mówiąc o redukcji i jak niewielka ona jest. Ile wynosi to niewielkie. Moim zdaniem można było próbować określić procentowe zmiany różnic w wynikach. Może to niewielkie mieści się w granicach błędu. Można też było skorzystać z statystycznego badania istotności różnic.
- W pracy autor przy badaniach zużyciowych używa sformułowania (str.105) i niewielkim nałożeniem filmu ślizgowego na powierzchnie warstwy. Jak to rozumieć nałożenie i co to jest ten film albo jak powstaje gdy mamy tarcie technicznie suche. Brak jest wyjaśnienia. Może to oczywiste ale trzeba opisać i udowodnić że takie zjawisko występuje dla tej pary tribologicznej.
- W nawiązaniu do poprzedniego punktu nasuwa się pytanie czy tworzywo z przeciwpróbki się przenosi na próbkę i czy zatem nie należało to udokumentować. Czy dokonując pomiaru struktury geometrycznej powierzchni po procesie tarcia powierzchnia próbki anodowanej była oczyszczona z tego nałożonego filmu ślizgowego czy też mierzono z warstwą tworzywa.
- W punkcie „Dyskusja wyników” doktorant podsumował wyniki badań ale moim zdaniem mało uwypuklił możliwość oceny właściwości tribologicznych powierzchni po anodowaniu oraz po anodowaniu i obróbce cieplno-chemicznej (teza pracy) poprzez pomiar kąta zwilżania powierzchni.
- Wnioski opisane w punkcie 8. wynikają z przeprowadzonych badań i odwołują się do opisu badań. Brak jest tego chyba najważniejszego o możliwości oceny przydatności tej warstwy dla procesów tribologicznych za pomocą zwilżalności.
- W spisie literatury doktorant w poz.78, 105, 107, 108 podaje autora lub współautora nazwisko Sulek natomiast na str. 23, rys.11 i 12 cytowanie poz.. nazwisko Sulek. Które jest prawdziwe.

Pragnę podkreślić, że uwagi powyższe nie podważają **pozytywnej oceny całości pracy, ogromnego wkładu własnego Autora, pracochłonności i solidności przeprowadzonych rozważań i opisów interpretacyjnych**, lecz moim zdaniem powinny zostać uwzględnione przy jej rozpowszechnianiu.

4. Forma opracowania pracy

Praca składa się z 8 rozdziałów, wykazu literatury (176 pozycji) oraz streszczenia (w języku polskimi i angielskim) i obejmuje 131 stron maszynopisu. Została opracowana w sposób syntetyczny i w miarę przejrzysty. Błędy redakcyjne, uzupełnienia i sugestie z których część przedstawiono w recenzji, naniesiono w tekście i przekazano Autorowi.

Wniosek końcowy

Na podstawie powyższej oceny stwierdzam, że rozprawa jest interesująca i zawiera szereg ciekawych i oryginalnych wyników. Na **podkreślenie zasługuje zakres prowadzonych badań, ilość wykonanych prób doświadczalnych oraz przedstawienie interpretacji wyników poparte statystyką.**

Biorąc pod uwagę :

- aktualną i ciekawą tematykę rozprawy,
- obszerne opracowania teoretyczne i interesujące wnioski,
- uzyskane wyniki opartą o interdyscyplinarną wiedzę Autora,

stwierdzam, że rozprawa mgr inż. Mateusza Kamila Niedźwiedzia pt. „Zwilżalność warstw Al_2O_3 kształtowanych do zastosowań tribologicznych" **odpowiada wymaganom stawianym w Prawie o szkolnictwie wyższym (dział 5 - Stopnie i tytuł w systemie szkolnictwa wyższego i nauki) i może być przyjęta jako rozprawa doktorska, a jej Autor dopuszczony do publicznej obrony.**

Czarnecki Henryk
[Signature]

Wpłynęło 16.08.2021r.