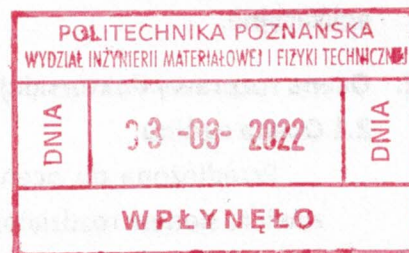


Wrocław, 28 lutego 2022 r.

dr hab. inż. Andrzej Sikora, prof. PWr
Katedra Nanometrologii
Wydział Elektroniki, Fotoniki i Mikrosystemów
Politechnika Wrocławska
ul. Janiszewskiego 11/17
50-372 Wrocław



Recenzja

Rozprawy doktorskiej mgra inż. Marka Weissa pt. „Wpływ adhezji, szybkości przesuwu oraz siły nacisku na tarcie suche nanopowłok niskotarciowych”

1. Wstęp

Niniejsza recenzja została wykonana na podstawie pisma DF-63/103/2021 Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa i Fizyka Techniczna Politechniki Poznańskiej.

Przedmiotem oceny jest rozprawa doktorska mgra inż. Marka Weissa pt. „Wpływ adhezji, szybkości przesuwu oraz siły nacisku na tarcie suche nanopowłok niskotarciowych”.

Ocena rozprawy została opracowana zgodnie z wymogami ustawy z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. 2003 nr 65 poz. 595) z późniejszymi zmianami oraz zgodnie z ogólnymi zasadami oceny prac doktorskich przez recenzentów.

Problem tarcia w nanoskali jest obecnie jednym z uważnie badanych zjawisk, mających bardzo duże znaczenie zarówno w diagnostyce nanostruktur i nanomateriałów ze szczególnym naciskiem na nanokompozyty, jak również w praktyce konstrukcji urządzeń klasy MEMS/ MEOMS, gdzie w wytworzonych strukturach mikromechanicznych efekty tarcia w skali submikronowej mogą znacząco wpływać na jakość i niezawodność pracy tychże układów. Rosnący bardzo dynamicznie rynek produktów tej klasy wynikający z upowszechnienia monolitycznych układów czujników oraz aktuatorów, działa katalitycznie na badania w w/w materii. Dostępność technik pomiarowych pozwalających na badanie zjawisk w nanoskali, a szczególności mikroskopia sił atomowych (AFM), umożliwia realizację eksperymentów w zakresie sił i wymiarów, pozwalających obserwować te same zjawiska, które determinują pracę struktur MEMS/MEOMS.

Rozprawę mgr inż. Marka Weissa należy zakwalifikować do grupy badań podstawowych, jednak jej dalekosiężne rezultaty mogą mieć istotne znaczenie aplikacyjne.

2. Ocena rozprawy doktorskiej

2.1 Ocena ogólna

Przedłożona do oceny praca napisana jest w języku polskim, liczy 243 strony i zawiera siedem rozdziałów, listę oznaczeń oraz tabelę parametrów mikrobelek i ostrzy AFM, spisy rysunków, tabel i literatury. Ponadto, w wersji cyfrowej autor udostępnił dodatkowe materiały zawierające rozszerzenie zaprezentowanych w rozprawie wyników pomiarowych.

Rozdział pierwszy zawiera wstęp wprowadzający czytelnika w zagadnienia zjawisk adhezji i tarcia w nanoskali, których dotyczy rozprawa. W tymże rozdziale mgr inż. Marek Weiss stawia następujące tezy badawcze:

- adhezja sucha wpływa w sposób bezpośredni na procesy tarcia przy zachowaniu stosunkowo niewielkich sił nacisku, oddziałując jednocześnie na przebieg zależności sił tarcia od szybkości przesuwu,
- proces odtwarzania wiązań występuje zarówno w przypadku adhezji suchej, jak i tarcia oraz powoduje powstanie plateau dla dostatecznie małych szybkości separacji lub przesuwu.

W dalszej części pracy autor opisuje badania wykonane w celu udowodnienia tych tez.

Rozdział drugi rozprawy zawiera opisy zjawisk fizycznych które autor badał, czyli zjawisko kontaktu dwóch ciał stałych, adhezja i tarcie, oraz omówienie wybranych modeli, które są aktualnie, w zależności od potrzeby, wykorzystywane do opisu tychże zjawisk. I tak omówione zostały modele kontaktu: Model Hertza, Model Johnsona-Kendalla-Roberts, Model Derjaguina-Müllera-Toporova, Teoria Maugis oraz przybliżenie Carpicka-Ogletree-Salmerona. W dalszej części autor zaprezentował modele zrywania wiązania adhezyjnego: Bella-Evansa, Dudko-Hummera-Szabo oraz Friddle'a-Noya-De Yoreo i wreszcie opisał też modele tarcia suchego: Model Bowdena-Tabora, Model Prandtla-Tomlinsona i Model Frenkela-Kontorovej. W dalszej części rozdziału, autor scharakteryzował warstwy które zostały wykorzystane w badaniach w/w zjawisk.

W rozdziale trzecim mgr Marek Weiss opisał mikroskopię sił atomowych, jako kluczowe narzędzie służące do przeprowadzenia badań. W rozdziale tym zawarł podstawowe informacje na temat działania standardowego systemu pomiarowego oraz w szczególności instrumentu którym się posługiwał, trybów pomiarowych wykorzystanych w realizacji eksperymentów: spektroskopię sił (FS) oraz mikroskopię sił poprzecznych (LFM) zwaną też mikroskopią sił tarcia, jak również metodologię przeprowadzania pomiarów, ze szczególnym uwzględnieniem procesu kalibracji układu do pomiaru siły normalnej (do wyznaczania adhezji) jak siły poprzecznej (do pomiaru tarcia).

Rozdział czwarty zawiera przegląd technik pomiarowych wykorzystanych pomocniczo w pracach badawczych. Dzięki nim autor mógł weryfikować właściwości sond pomiarowych, które grały kluczową rolę w eksperymentach, jak również powierzchnie próbek. W grupie tej można wskazać: skaningową mikroskopię elektronową, skaningową mikroskopię tunelową, mikroskopię optyczną, ramanowską, pomiar kąta zwilżalności powierzchni, elipsometrię spektroskopową, spektroskopię mas jonów wtórnych oraz mikrotribometrię.

W rozdziale piątym autor zawarł opisy procedur przygotowania oraz charakteryzowania materiałów wykorzystanych w eksperymentach. Omówiono tu zarówno metodę przygotowania ostrzy skanujących, jak również próbek. Należy tu wymienić: nanowarstwy fluorosilanów na powierzchni krzemu (100), samoorganizujące się monowarstwy organiczne tioli na powierzchni złota (111) i jednowarstwowe płatki GO na powierzchni krzemu (111). Ponadto, zawarto opis nanoszenia warstw tioli na ostrze skanujące. W tym samym rozdziale mgr inż. Marek Weiss opisuje wyniki badań wytworzonych warstw w kontekście oceny ich przydatności do realizacji eksperymentów opisanych w dalszej części rozprawy.

Rozdział szósty jest najbardziej obszerny i zawiera wyniki pomiarów siły adhezji oraz siły tarcia. Autor sterując zarówno siłą nacisku ostrza na powierzchnię (tryb LFM), szybkością przesuwania ostrza po powierzchni (tryb LFM), szybkości separacji ostrza od powierzchni (tryb FS), zarejestrował zbiory wyników, które poddał krytycznej ocenie w odniesieniu do wybranych modeli tarcia i zrywania wiązania adhezyjnego, w kontekście wykazania prawdziwości postawionych tez badawczych.

Rozdział siódmy zawiera przedstawione w sposób zwarty podsumowanie i wnioski.

Rozprawę zamykają: tabela parametrów mikrobelek i ostrzy AFM, spis rysunków, spis tabel oraz bibliografia.

Spis literatury przywołanej w rozprawie zawiera 309 pozycji, z czego 230 zostało opublikowanych od 2000 roku, a ponad 80 na przestrzeni ostatniej dekady. Świadczy to o aktualności badanego zjawiska i jego praktycznym obszarze zastosowań a także o znajomości Autora aktualnego stanu wiedzy opisanego w literaturze przedmiotu.

2.2 Oryginalne elementy rozprawy

Rozprawa zawiera oryginalne wyniki zarówno w zakresie metodologii badawczej (zastosowanie tzw. współczynnika P wiążącego szybkość przesuwu oraz siłę nacisku) i szerokiego spektrum wyników (obszerna grupa układów powierzchni, badanych według ujednoliconego protokołu pozwalającego na przeprowadzenie porównania i interpretacji danych) uzyskanych przy utrzymaniu reżimu bardzo niskiego poziomu błędu granicznego pomiaru siły normalnej i lateralnej. Oryginalne były również wnioski, które na podstawie analiz danych i skorelowaniu ich z istniejącymi modelami, zostały wyciągnięte.

Na podstawie przeprowadzonych eksperymentów wyjaśniono znaczenie oraz pokazano zakres obowiązywania różnych mechanizmów tarcia suchego, takich jak: tarcie adhezyjne (a w tym procesy odtwarzania wiązań adhezyjnych), drgania cierne („stickslip”), tarcie mieszane oraz ślizgowe.

Autor wykazał uniwersalność procesów tarcia suchego zachodzących niezależnie od fizycznej budowy nanopowłok, a zastosowaną interpretację wyników z powodzeniem zastosowano także dla nanowarstw opisywanych w pracy. Kolejnym, wartym podkreślenia osiągnięciem mgr inż. Marka Weissa było udane zastosowanie modelu Dudko-Hummera-Szabo dedykowanego adhezji do analizy tarcia poprzez zinterpretowanie tego procesu, jako termicznie aktywowanego kolektywnego ścinania oraz tworzenia nowych wiązań adhezyjnych wzdłuż kierunku poślizgu. Ponadto w rozprawie wykazano także bardzo dobrą zgodność osiągniętych parametrów energetycznych z wynikami otrzymanymi z wykorzystaniem uniwersalnego modelu Prandtla-Tomlinsona dedykowanego procesom tarcia suchego.

Co więcej, przy tak kompleksowym badaniu nanoukładów, po raz pierwszy zastosowano modele termicznej aktywacji wiązania adhezyjnego do analizy porównawczej uzyskanych wyników.

2.3 Uwagi szczegółowe i ocena poziomu edytorskiego

Tematyczny układ pracy jest logiczny i przejrzysty. Treści zawarte w pracy są prezentowane czytelnie i spójnie. Należy podkreślić dużą staranność, z jaką rozprawa przygotowana została od strony edytorskiej.

Zdarzające się potknięcia (błędy literowe, interpunkcyjne, fleksyjne i czy ortograficzne) mają charakter jednostkowy. Szczegółowe uwagi w tej materii zostały przekazane autorowi bezpośrednio.

Kilka przykładowych uchybień to:

- Stosowane kolokwializmy oraz lapsusy językowe („bliska odległość” – s. 4, „wyciągnięcia pewnych informacji numerycznych” – s. 43, „w zautomatyzowanych procesach litograficznych na skalę hurtową” – s. 44 czy też „liniowy wzrost zależności” – s. 133),
- Dla uzyskanych wyników obrazowania preparatów z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej nie podano rodzaju użytego detektora (SE/ BSE), gdzie dobór trybu obrazowania miał istotne znaczenie ze względu na możliwość rozróżnienia materiałów i wyznaczenia grubości warstw (rys. 5.9)
- W opisie ogólnym technik mikroskopii AFM, Autor opisując metody pobudzenia sondy skanującej do drgań w trybie dynamicznym, nie wspomniał o wykorzystaniu ciepła Joule’a w rezystorach wdyfundowanych w podstawę belki skanującej, jak również pobudzenia z wykorzystaniem ciepła

wydzielanego wskutek oświetlenia podstawy belki modulowanym promieniowaniem wiązki laserowej.

- Na rysunku 3.8 (str. 53) zastosowano nadmierne uproszczenie w opisie krzywych spektroskopii sił, wprowadzając jedynie rozróżnienie „przed, oraz po procesie kalibracji”.
- Zastosowany podpis w rysunku 3.14 sprawia wrażenie, że prezentowana konstrukcja została zbudowana przez autora, tymczasem jest to rozwiązanie komercyjne.

Należy jednak podkreślić, że wymienione usterki nie umniejszają wartości merytorycznej pracy, ani też nie utrudniają odbioru zawartych w niej treści.

Podczas lektury pracy, czytelnik może czuć niedosyt informacji oraz polemizować z niektórymi wnioskami. Najważniejsze wymieniono poniżej:

- Opisana w punktach 3.6.1 i 3.6.2 metoda wyznaczania stałej sprężystości belki skanującej, która ma kluczowe znaczenie na przeprowadzone pomiary, nie zawiera szczegółowego opisu budżetu niepewności. Zaprezentowanie uwzględnionych składowych i ich wartości, pozwoliłoby czytelnikowi na lepsze zrozumienie zastosowanego podejścia.
- W punkcie 3.6.2, poświęconym wyznaczaniu współczynnika skręcenia belki skanującej nie poddano analizie czy też dyskusji potencjalnego skręcania również belki wzorcowej i wpływu tego efektu na niepewność wyznaczonej wartości.
- W punkcie 4.3 Autor opisał między innymi sposób pomiaru chropowatości powierzchni badanych próbek, wskazując że uzyskana finalnie wartość jest efektem wyliczenia średniej z pomiarów zrealizowanych w 25 punktach próbki, a niepewność wyznaczano na podstawie odchylenia standardowego. Czy w tej sytuacji obliczone odchylenie standardowe jest informacją o niepewności wyznaczania chropowatości powierzchni, czy też indykatorem jej niejednorodności przestrzennej?
- Na podstawie wyników przedstawionych na rysunku 5.41 c) Autor stwierdził uzyskanie pożądanej jakości pokrycia ostrza skanującego warstwą złota, wskazując że mapa prądowa jest jednorodna (znakomita większość mapy koresponduje z prądem o wartości 10 nA). Trudno jednak zarejestrować niejednorodności (zmiany wartości mierzonej), jeśli przyrząd pomiarowy pracuje na górnej granicy zakresu pomiarowego. Dużo bardziej wiarygodna w tym kontekście jest mapa 5.41 b).
- Na podstawie zademonstrowanych na rysunku 5.41 wyników Autor stwierdził, że zależność prądu od napięcia potwierdza dobrą przewodność elektryczną układu zawierającego sondę skanującą z napyloną warstwą złota. Trudno jednak dokonywać takiej oceny, bez znajomości wartości rezystancji ograniczającej wartość prądu, która z reguły jest włączana w takie układy pomiarowe. Gdyby założyć brak tego rezystora, opór obwodu wynosiłby

$10^8 \Omega$, co jest wartością bardzo dużą w porównaniu do wyników prezentowanych w literaturze przedmiotu. Warto byłoby zatem dokonać weryfikacji stanu faktycznego w tej materii.

3. Podsumowanie

Przedmiotem badań zrealizowanych przez mgr inż. Marka Weissa były zjawiska tarcia w nanoskali przy obniżonej wilgotności i znaczenia w tym procesie adhezji suchej w procesie tarcia kinetycznego dla względnie małych sił nacisku, a także procesów odtwarzania wiązań adhezyjnych wpływających na przebieg zależności dynamicznych dotyczących adhezji oraz tarcia. Zaprezentowane wyniki dają wgląd w zjawiska wpisujące się w obszar nanotribologii, ujawniając że proces odtwarzania świeżo zerwanych wiązań adhezyjnych znacząco wpływa na przebieg zależności dynamicznych tarcia, szczególnie dla stosunkowo małych szybkości przesuwu, co nie jest przewidywane przez modele termicznej aktywacji Prandtla-Tomlinsona czy Dudko-Hummera-Szabo.

Efektym praktycznym przeprowadzonych przez mgr inż. Marka Weissa badań jest wykazanie, że zarówno nanopowłoki fluorosilanów i tioli o hydrofobowych grupach funkcyjnych, jak i hydrofilowe powierzchnie zredukowanego tlenku grafenu mają szansę zastosowania w roli nanopowłok ochronnych ograniczających wpływ adhezji i tarcia oraz ich pochodnej – postępującego zużycia elementów ruchomych w mikro- i nanoskali.

Należy w tym podkreślić, iż zarejestrowanie wyników pozwalających na uzyskanie odpowiedniego poziomu wiarygodności w procesie analizy i interpretacji danych wymagało od autora bardzo dużego nakładu pracy. Pomiary sił w nanoskali z definicji wymagają zarejestrowania setek lub nawet tysięcy charakterystyk, aby uzyskać pożądany poziom wiarygodności i miarodajności wyniku. Mając na względzie złożoność eksperymentów uwzględniających kilka zmiennych, zarówno zgromadzenie danych, jak i ich przetworzenie było poważnym wyzwaniem. Należy tu także podkreślić konieczność kalibracji sond pomiarowych i ciągłego weryfikowania kondycji układu pomiarowego, a w szczególności ostrzy skanujących, aby uniknąć wpływu artefaktów pomiarowych.

Oprócz opisanych w rozprawie wyników przeprowadzonych przez mgr inż. Marka Weissa, należy uwzględnić Jego dorobek naukowy. Jest to 12 publikacji z listy JCR, gdzie w znakomitej większości parametr IF jest większy od trzech. Prace te zostały zacytowane już ponad 60 razy. Równie bogaty jest dorobek w zakresie doniesień konferencyjnych, zawierający 44 pozycje. Na tej liście znajduje się 16 prezentacji ustnych, a 11 doniesień dotyczy tematyki rozprawy doktorskiej. Mgr inż. Marek Weiss odbył także dwa trzymiesięczne staże naukowe, w tym jeden za granicami kraju. Praktyczne umiejętności pomiaru tarcia w nanoskali mgr inż. Marek Weiss wykorzystywał również realizując pomiary w ramach projektu NCN nr 2020/37/B/ST8/02023: „Tarcie suche w nanoskali – zależność od prędkości poślizgu oraz siły nacisku”.

4. Wniosek końcowy

Stwierdzam, że praca doktorska mgr inż. Marka Weissa pt. „Wpływ adhezji, szybkości przesuwu oraz siły nacisku na tarcie suche nanopowłok niskotarciowych” stanowi oryginalne i wartościowe rozwiązanie postawionego problemu naukowego i spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim opisane w ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. 2003 nr. 65 poz. 595) z późniejszymi zmianami.

W oparciu o lekturę rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Marka Weissa stwierdzam, że posiada on bogatą i usystematyzowaną wiedzę ogólną z obszaru dyscypliny Inżynieria Materiałowa i Fizyka Techniczna oraz kompetencje do prowadzenia badań naukowych.

Biorąc pod uwagę wartość naukową jak również wynikające z niej walory praktyczne, pozytywnie oceniam rozprawę autorstwa mgr inż. Marka Weissa.

Mając na względzie powyższe, wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa i Fizyka Techniczna Politechniki Poznańskiej o przyjęcie rozprawy i dopuszczenie jej do publicznej obrony.

dr hab. inż. Andrzej Sikora



