

Prof. dr hab. inż. Witold Gulbiński  
Politechnika Koszalińska  
Wydział Mechaniczny  
Katedra Fizyki Technicznej i Nanotechnologii  
ul. Śniadeckich 2  
75-453 Koszalin  
witold.gulbinski@tu.koszalin.pl

Koszalin, 28.12.2023r.

Adres prywatny:  
ul. Turowskiego 46  
75-376 Koszalin

### Recenzja

#### **osiągnięć naukowych dr. inż. Marcina Staszuka, ubiegającego się o stopień doktora habilitowanego w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa**

Niniejsza recenzja sporządzona została w związku z powołaniem mnie przez Radę Doskonałości Naukowej, pismem z dnia 29.09.2023 r. nr DRKN.Z2.400.87.2023, na recenzenta w postępowaniu habilitacyjnym dr inż. Marcina Staszuka, w dziedzinie: nauki inżynieryjno-techniczne, w dyscyplinie: inżynieria materiałowa, na podstawie dokumentacji habilitacyjnej przekazanej mi przez Przewodniczącą Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej, prof. dr hab. inż. Marię Sozańską, pismem z dnia 27.10.2023r.

Recenzja została opracowana na podstawie dokumentacji zawartej we wniosku dr inż. Marcina Staszuka o przeprowadzenie postępowania w sprawie nadania stopnia doktora habilitowanego z dnia 11.05.2023, a w szczególności w oparciu o analizę autoreferatu przedstawiającego opis dorobku i osiągnięć naukowych, kopii powiązanych tematycznie publikacji oraz innych dołączonych dokumentów.

#### **Sylwetka naukowa i zawodowa habilitanta**

Dr inż. Marcin Staszuk ukończył w roku 2004 studia w Politechnice Śląskiej w Gliwicach, na Wydziale Mechanicznym Technologicznym, na kierunku Mechanika i Budowa Maszyn, uzyskując stopień magistra inżyniera w wyniku obrony pracy magisterskiej pt. „Symulacja procesu pomiaru twardości powłok TiN oraz TiC uzyskanych w procesie PVD za pomocą metody elementów skończonych”

Stopień doktora nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa uzyskał w roku 2010, uchwałą Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej, w wyniku obrony z wyróżnieniem rozprawy doktorskiej „Struktura i własności gradientowych powłok PVD i CVD na sialonach i węglkach spiekanych”

Od dnia 1.11.2009 roku do dnia dzisiejszego zatrudniony jest w Instytucie, a później Katedrze Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych na Wydziale Mechanicznym Technologicznym, Politechniki Śląskiej w Gliwicach, na stanowiskach kolejno asystenta i adiunkta naukowo-dydaktycznego.



### Ocena osiągnięć wnioskodawcy

Zgodnie z wymogami ustawowymi, poniżej przedstawiona została ocena osiągnięć habilitanta, w zakresie opisanym w art. 219 ust. 1 pkt 2 Ustawy.

Należy w tym miejscu podkreślić, że ciężar udowodnienia spełnienia przesłanek warunkujących nadanie stopnia doktora habilitowanego spoczywa przede wszystkim na osobie, która o nadanie tego stopnia się ubiega.

Dr Marcin Staszuk, jako osiągnięcie naukowe stanowiące znaczny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa, przedstawił **cykl ośmiu artykułów** powiązanych tematycznie, zatytułowany „*Kształtowanie struktury i własności warstw powierzchniowych materiałów inżynierskich w hybrydowych procesach łączących technologie PVD i ALD*” Prace te opublikowane zostały w latach 2018-2023.

Sześć z tych prac ma charakter współautorski, gdzie dr Marcin Staszuk jest pierwszym autorem, a dwie z nich są pracami indywidualnymi wnioskodawcy. Ukazały się one w czasopiśmie o różnej randze naukowej, mierzonej współczynnikiem oddziaływania (Impact Factor) w przedziale od IF = 0,44 (Materials in Tehnologije) do IF = 6,14 (Surfaces and Interfaces). Sumaryczny Impact Factor przedstawionego cyklu publikacji to 27,088.

W pracach współautorskich, habilitant określił swój udział autorski na poziomie średnio 70%, co zostało potwierdzone dołączonymi do wniosku oświadczeniami współautorów.

Jako **cel naukowy** swoich prac habilitant wskazał: „*wyjaśnienie zjawisk fizykochemicznych zachodzących w wyniku osadzania powłok hybrydowych łączących technologie fizycznego osadzania z fazy gazowej PVD i atomowego osadzania warstw ALD na podłożach metalowych i ceramicznych oraz określenie ich wpływu na własności użytkowe*”.

W tak zakreślonym w tytule cyklu publikacji obszarze badań, służących osiągnięciu postawionego celu, habilitant prowadził prace, które pogrupowane zostały przez niego w trzech podobszarach:

- Hybrydowe powłoki ALD/PVD na ceramicznych materiałach narzędziowych zapewniające wysoką przyczepność do podłoża.
- Tlenkowe (bimodalne oraz wieloskładnikowe) hybrydowe powłoki PVD/ALD zapewniające wysokie własności elektrochemiczne.
- Azotkowo-tlenkowe powłoki PVD/ALD zapewniające wysokie własności elektrochemiczne i trybologiczne

Autor stawia tezę, że sekwencyjne wykorzystanie technologii PVD (Physical Vapor Deposition) oraz ALD (Atomic Layer Deposition) w wytwarzaniu warstw cienkich na powierzchni materiałów inżynierskich (narzędzi, elementów maszyn) powinno prowadzić do efektu synergii polegającego na istotnym i niemożliwym do osiągnięcia każdą z tych metod osobno, podwyższeniu ich wybranych właściwości użytkowych, takich jak adhezja powłok, odporność na zużycie przez tarcie czy też odporność na korozję.

Kolejność tych procesów (PVD/ALD) jest uzależniona od oczekiwanych właściwości końcowych po obróbce, wynikających z wymagań przyszłego obszaru zastosowań.

W ocenie recenzenta, sformułowanie celu naukowego podejmowanych badań jest nieprecyzyjne i nie niesie niezbędnej informacji o tym, jakie to zjawiska fizykochemiczne, zachodzące w wyniku osadzania powłok, w tym hybrydowych, będą przedmiotem badań.

W pierwszych dwóch pracach cyklu:

A1 - M. Staszuk, D. Pakuła, T. Tański, Investigation studies involving wear resistant ALD/PVD hybrid coatings on sintered tool substrate, Materials in Tehnologije / Materials and Technology 50(5) (2016) 755-759.

A2 - M. Staszuk, D. Pakuła, G. Chladek, M. Pawlyta, M. Panciclejko, P. Czaja, Investigation of the structure and properties of PVD coatings and ALD + PVD hybrid coatings deposited on sialon tool ceramics, Vacuum 154 (2018) 272-284,



habilitant rozwija koncepcję sekwencyjnego wykorzystania technologii ALD i PVD celem zapewnienia wysokiej adhezji przeciwzużyciowych powłok typu TiAlN do narzędziowej ceramiki sialonowej. Istotą koncepcji jest wykorzystanie powłoki tlenku cynku (ZnO) nanoszonej na te narzędzia w procesie ALD poprzedzającym właściwy proces PVD podczas którego osadzana jest zewnętrzna powłoka TiAlN. Przewodząca powłoka ZnO, nanoszona jako pierwsza na izolacyjne elektrycznie podłoże sialonowe powinna, zdaniem autorów, umożliwić jego ujemną polaryzację (bias voltage) podczas procesu PVD, a tym samym skuteczne odprowadzenie ładunku. Asysta jonowa w procesie zarodkowania i wzrostu powłok PVD ma bowiem istotne znaczenie dla procesów kształtowania się interfejsu podłoże-powłoka, a w konsekwencji dla adhezji powłok.

Wyniki badań przedstawione w obu pracach w pewnym zakresie potwierdzają tezę o pozytywnym wpływie obróbki hybrydowej, obejmującej procesy kolejno ALD i PVD, na adhezję powłok przeciwzużyciowych typu TiAlN do sialonowych podłoży ceramicznych.

Istotne zastrzeżenia recenzenta budzi natomiast jakość tych prac, a tym samym jakość dowodu, który miałby służyć potwierdzeniu sformułowanej tezy.

W pracy A1 autorzy nie zawarli informacji o warunkach nanoszenia powłok ZnO oraz TiAlN w procesach odpowiednio ALD i CAE-PVD. Brak jest danych o temperaturze podłoża, ciśnieniu i składzie atmosfery procesowej, składzie prekursora ZnO oraz katody TiAl. Wymienione parametry procesu mają kluczowy wpływ na przebieg procesu wzrostu warstw, a ostatecznie na strukturę i właściwości, w tym adhezję depozytu. Brak jest również podstawowych informacji identyfikujących przedmiot badań, tj. danych o strukturze, składzie chemicznym i fazowym, o grubości badanych powłok oraz o kluczowym, wg autorów, parametrze procesu PVD czyli napięciu polaryzacji podłoża (bias voltage) oraz charakterze tej polaryzacji (stałoprądowa, impulsowa). Przewodnictwo elektryczne warstwy ZnO, odpowiedzialnej wg autorów za odprowadzenie ładunku w procesie PVD, nie jest znane.

Wymienione braki czynią niemożliwym zweryfikowanie prezentowanych wyników przez inne zespoły badawcze.

Inne istotne niedociągnięcia to brak informacji o wadze statystycznej (liczba próbek) i niepewności pomiaru adhezji w testach zarysowania (scratch test) oraz brak na rysunkach 2 i 3 skali obciążenia w teście rysy. Praca zawiera natomiast nadmiarowe, z punktu widzenia stawianej tezy, obrazy SEM i AFM powierzchni próbki (Rys. 4a, b.) zamieszczone celem zilustrowania obecności mikro-kropel na powierzchni powłoki PVD, co jest powszechnie znaną cechą warstw nanoszonych techniką reaktywnego odparowania w łuku próżniowym (CAE-PVD). Liczne są błędy językowe oraz literówki (ZrO zamiast ZnO). Sformułowane wnioski mają charakter powierzchowny i ograniczają się do stwierdzenia potwierdzającego postawioną tezę.

Praca A1 nie stanowi w opinii recenzenta wystarczającego dowodu na słuszność stawianej tezy i nie wnosi zatem istotnego wkładu w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

Zagadnienie poprawy adhezji przeciwzużyciowych powłok PVD nanoszonych na narzędziową ceramikę sialonową poprzez wykorzystanie obróbki hybrydowej ALD+PVD, jest również przedmiotem pracy A2.

Również w tej pracy brak jest podstawowych informacji o materiale podłoża (narzędzia wieloostrzowe z bliżej niezidentyfikowanej ceramiki sialonowej) oraz warunkach i przebiegu (rodzaj i liczba podwarstw) procesu nanoszenia powłok PVD, wytworzonych wg autorów przez firmę zewnętrzną w oparciu o wcześniej zoptymalizowany zestaw parametrów. Co znaczy w tym konkretnym przypadku „zoptymalizowany” i według jakich kryteriów?

Autorzy nie uzasadniają powodów dla których badaniom poddano powłoki TiAlN oraz AlTiN. Skład chemiczny i fazowy powłok PVD, determinujący ich właściwości, nie jest znany.

Proporcje zawartości tytanu i glinu mają bowiem kluczowe znaczenie dla składu fazowego i właściwości powłok, takich jak twardość, moduł Young'a, stan naprężeń, a w konsekwencji



adhezja do materiału podłoża. Brak tych danych czyni przedstawione wyniki badań niekompletnymi i trudnymi do weryfikacji.

Habilitant stawia tezę o znaczeniu polaryzacji podłoża w procesie PVD dla wysokiej adhezji powłoki do nieprzewodzących podłoży ceramicznych. Polaryzacja ta ma stać się możliwa w wyniku poprzedzającej proces PVD operacji naniesienia techniką ALD przewodzącej powłoki ZnO.

Tymczasem, również w pracy A2 brak jest danych o warunkach polaryzacji podłoża (napięcie) w procesie PVD. Nie są znane podstawowe parametry procesu: napięcie polaryzacji i jej rodzaj (DC/AC) oraz gęstość prądu jonowego na podłożu.

Interesującym byłoby bowiem zestawienie tych danych z podanym w pracy A2 elektrycznym przewodnictwem właściwym, naniesionej techniką ALD półprzewodnikowej powłoki ZnO, równym 0,095S/m. Jest ono, zależnie od temperatury pomiaru, około  $10^7$  razy niższe od przewodnictwa właściwego tytanu, który często stosowany jest jako materiał podwarstwy adhezyjnej. W świetle tych danych, skuteczność odprowadzenia ładunku z wykorzystaniem powłoki ZnO staje pod znakiem zapytania.

Tym samym, pewien wzrost adhezji raportowany w pracach A1 i A2 może być wynikiem innych mechanizmów niż wskazane przez habilitanta.

Oczywiście przewodnictwo tlenku cynku może zostać podwyższone o kilka rzędów w wyniku domieszkowania, na przykład glinem. Wymaga to jednak dodatkowych zabiegów na etapie syntezy/osadzania warstwy.

Jakość dowodu na słuszność stawianej przez habilitanta tezy, przedstawionego w pracy A2 obniżają także inne wyniki zawarte w analizowanej pracy.

W Tabeli 1 przedstawiono informacje o średniej grubości, mikrotrwomości obciążeniu krytycznym w teście rysy oraz objętości śladu zużycia dla próbek pokrytych powłokami oznaczonymi jako (TiAl)N, (AlTi)N oraz (TiAl)N hybrid.

Istotne zastrzeżenia budzi duży rozrzut średniej grubości powłok (3-5 $\mu$ m) dla tych trzech rodzajów próbek poddanych porównaniu. Wiadomo bowiem, że grubość azotkowej powłoki PVD ma krytyczne znaczenie dla jej adhezji. Zależnie od struktury i stanu naprężeń, przekroczenie pewnej krytycznej grubości skutkuje łatwą delaminacją powłoki.

W tym świetle nie dziwi najwyższa wartość siły krytycznej (110N) w teście zarysowania (scratch test) zarejestrowana dla najcieńszych powłok (AlTi)N - (3 $\mu$ m), naniesionych bez podwarstwy ZnO oraz wyższa wartość siły krytycznej (65N) dla powłok hybrydowych (TiAl)N hybrid - 4 $\mu$ m, niż dla powłok (TiAl)N o średniej grubości aż 5 $\mu$ m.

Analogiczne rozumowanie tłumaczy najwyższe zużycie powłoki (TiAl)N - 5 $\mu$ m, gdzie dominującym mechanizmem zużycia jest, wskazana przez samych autorów, delaminacja.

Tym samym, w opinii recenzenta, przedstawione w Tabeli 1 porównanie traci walor dowodu potwierdzającego tezę, której udowodnienia podejmują się autorzy pracy.

Należy ponadto zwrócić uwagę, że tytuł Tabeli 1 wskazuje na inną jej zawartość (grain size, cutting ability) niż ma to miejsce w samej tabeli, co nie podwyższa oceny za staranność przygotowania publikacji.

Zastrzeżenia recenzenta budzi również podsumowanie pracy A2, a dokładniej jego zakończenie. Autorzy sugerują, że zidentyfikowali na badanych techniką TEM przekrojach próbki z warstwą (AlTi)N (bez podwarstwy ZnO) obecność bliżej nieokreślonych stref przejściowych w bezpośrednim sąsiedztwie tzw. podwarstwy (sublayer) zidentyfikowanej jako TiN. Autorzy twierdzą, że najwyższa adhezja, obserwowana dla tych próbek jest konsekwencją obecności tych stref.

W tym miejscu recenzent zwraca uwagę, że autorzy mając, z założenia, pełną wiedzę o parametrach i przebiegu procesów ALD i PVD w których powstały badane powłoki, powinni doskonale wiedzieć jakie warstwy i podwarstwy oraz w jakiej sekwencji, składają się na



powłoki będące przedmiotem dalszych badań. Te informacje powinny zostać zawarte na początku pracy, w opisie eksperymentu, co niestety nie ma miejsca.

Ponadto, w kontekście głównej tezy pracy A2, o korzyściach wynikających z sekwencyjnego wykorzystania technologii ALD i PVD celem uzyskania wysokiej adhezji powłok PVD do podłoża ceramicznych, włączenie do tych badań powłok (AlTi)N nanoszonych bezpośrednio (a właściwie z podwarstwą TiN) na ceramikę sialonową, nie ma logicznego uzasadnienia oraz nie pozostaje w jakimkolwiek związku z tezą, której słuszności starają się dowieść autorzy publikacji.

Kolejne trzy prace ocenianego cyklu publikacji (A3-A5) dotyczą drugiego z podobszarów zainteresowań habilitanta, noszącego tytuł:

- Tlenkowe (bimodalne oraz wieloskładnikowe) hybrydowe powłoki PVD/ALD zapewniające wysokie własności elektrochemiczne.

Co do zasady, koncepcja wykorzystania sekwencyjnie dwóch technik nanoszenia tlenku tytanu nie budzi istotnych zastrzeżeń, a teza o możliwości podwyższenia szczelności powłoki PVD dzięki pokryciu jej nanokrystaliczną lub amorficzną powłoką ALD o dużej szczelności jest interesująca z punktu widzenia ochrony stalowego podłoża przed korozją.

Warto zaznaczyć, że koncepcja bazuje na publikowanych wcześniej i cytowanych w omawianym artykule, pracach innych autorów, którzy wskazywali na podwyższoną odporność korozyjną powłok złożonych, stanowiących kombinacje warstw azotków (CrN, TiN, TiAlN) i tlenków ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) metali nanoszonych z wykorzystaniem techniki ALD.

Pierwsza z tej grupy prac - A3, poświęcona jest badaniom wybranych właściwości tribologicznych oraz odporności na korozję próbek z stali 316L (1.4404) pokrytych powłokami tlenku tytanu ( $\text{TiO}_2$ ) nanoszonymi sekwencyjnie z wykorzystaniem technik PVD i ALD.

Jak deklarują autorzy omawianej pracy A3, ich celem było zweryfikowanie koncepcji polegającej na wykorzystaniu, w celu podwyższenia odporności na korozję, kombinacji powłok tego samego materiału, tj. tlenku tytanu, nanoszonych kolejno dwiema technikami: PVD i ALD. W pracy A3, w opisach procesów nanoszenia, brakuje ważnych informacji o składzie atmosfery i szybkości nanoszenia w procesie PVD. Dane o liczbie cykli w procesie ALD lub czasie nanoszenia w procesie PVD nie mogą bowiem zastąpić informacji o grubości nanoszonych powłok.

Informację o grubości hybrydowej powłoki PVD/ALD odnajdujemy dopiero na stronach 14 i 16 - Rys. 16a artykułu. Niestety brak jest informacji, o której kombinacji grubości powłok PVD/ALD, oznaczonej w pracy jako: Hybride 1, Hybride 2 i Hybride 3 i odniesionej do opisu na Rys. 2., jest tu mowa.

Jak podają autorzy, całkowita grubość tej powłoki (Rys. 16a.) to zaledwie 140nm z czego 28nm stanowi podwarstwa tytanu, 93nm warstwa  $\text{TiO}_2$  naniesiona techniką PVD oraz 15nm to powierzchniowa powłoka  $\text{TiO}_2$  naniesiona techniką ALD.

W rozległej sekcji artykułu, poświęconej badaniom korozji metodami: potencjodynamiczną oraz spektroskopii impedancyjnej, autorzy wskazują na generalnie pozytywny wpływ rosnącej (nie wiemy w jakim zakresie) grubości powłok dwuwarstwowych (PVD+ALD) na odporność na korozję próbek badanych w roztworze Ringer'a, wskazując na systematyczny spadek wartości gęstości prądu korozyjnego, wzrost potencjału korozyjnego oraz oporu polaryzacyjnego.

Równocześnie praca zawiera bardzo liczne informacje, stwierdzenia oraz interpretacje, które budzą istotne zastrzeżenia merytoryczne recenzenta, szczególnie w odniesieniu do metodyki badań i interpretacji wyników badań morfologii powierzchni (Rys. 4, Tabela 6, Rys. 11, Tabela 10), składu chemicznego powłok (Rys. 12, 13, 14, 15, 17, 18) oraz właściwości tribologicznych. Zanim przejdę do wskazania słabych stron pracy A3, chcę zwrócić uwagę na znany fakt, że stechiometria tlenowa (deficyt tlenu) ma kluczowe znaczenie dla właściwości cienkich warstw



tlenków tytanu, począwszy od właściwości optycznych, przez elektryczne aż do mechanicznych i tribologicznych.

Aglomeracja luk tlenowych w sieci krystalicznej tych tlenków prowadzi do powstawania faz Magneli'ego typu  $Ti_nO_{2n-1}$  [1-3], które ze względu na obecność w nich płaszczyzn łatwego poślizgu, wykazują interesujące właściwości tribologiczne.

Ten aspekt został całkowicie pominięty przez autorów pracy A3, w której brak jest danych o szczegółach reaktywnego procesu PVD i środkach podjętych celem zapewnienia np. stechiometrii tlenku  $TiO_2$ . Autorzy nie przedstawili wyników badań stechiometrii tlenowej wytwarzanych warstw, ograniczając się do zaprezentowania surowych widm EDS (Rys. 12, 13, 15c, 17b), które mają charakter jedynie jakościowy i nie niosą informacji o składzie chemicznym badanych warstw.

Oto pozostałe szczegółowe uwagi odnoszące się do treści pracy A3, w kolejności ich występowania w tekście:

1. Twierdzenie o wysokiej adhezji powłoki  $TiO_2$  naniesionej techniką PVD do podłoża (w domyśle stalowego) nie zostało poparte żadnymi wynikami pomiarów.
2. Skale na zdjęciach SEM i AFM (Rys. 4) są nieczytelne.
3. Ponieważ nic nie wiadomo o jakości przygotowania podłoża stalowych ( $R_a$ ), z dużą rezerwą należy traktować informacje zawarte w Tabelach 6 i 10, wskazujące na  $R_a$  dla warstw  $TiO_2$  wytworzonych techniką ALD lub PVD+ALD, na poziomie pojedynczych nanometrów. Jak była długość odcinka pomiarowego przy wyznaczaniu  $R_a$  ?
4. W wielu miejscach pracy brak informacji o grubości badanych jedno- i dwuwarstwowych powłok  $TiO_2$ , co istotnie utrudnia interpretację prezentowanych wyników.
5. Ślady obróbki mechanicznej widoczne na obrazach SEM i AFM – Rys. 11, stawiają pod znakiem zapytania rzetelność wyników pomiarów parametru  $R_a$  – Tabela 10.
6. Surowe widmo EDS nie niesie ze sobą informacji o składzie chemicznym próbki. Jest ono pomocne operatorowi na etapie doboru parametrów analizy i wstępnej identyfikacji pierwiastków obecnych w próbce. Relacje natężeń pików w tym widmie nie mają nic wspólnego z rzeczywistymi proporcjami pierwiastków w próbce. Dlatego też nadużywanie tych widm przez autorów publikacji jest wysoce niewłaściwe i powszechnie nieakceptowane przez recenzentów renomowanych periodyków naukowych.
7. Surowe widma EDS zamieszczone na Rys. 12 i 13, nie niosą ze sobą żadnej użytecznej informacji. Jeżeli całkowita grubość badanych powłok, jak pokazano np. na Rys. 16A nie przekracza 150nm, widmo EDS jest z oczywistych powodów zdominowane przez sygnał pochodzący od materiału podłoża.
8. Jaką ważną informację, z punktu widzenia interpretacji wyników, niesie ze sobą surowe widmo EDS na Rys. 15c?
9. Jakie jest praktyczne uzasadnienie dla prowadzenia testów tribologicznych na próbkach stalowych pokrytych powłoką tlenkową  $TiO_2$  o grubości zaledwie 150nm? Wynik takiego testu jest oczywisty, a przez to pozbawiony cech poznawczych.
10. Brak informacji o wilgotności powietrza w warunkach testu tribologicznego „ball-on disc” istotnie ogranicza możliwości interpretacji wyników.
11. Nie jest uzasadnione wykorzystanie zaawansowanej techniki EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) (Rys. 17a.) do jakościowego potwierdzenia oczywistej obecności tytanu i tlenu w powłoce tlenku tytanu.

W kolejnej pracy A4, należącej do ocenianego cyklu publikacji, habilitant z zespołem kontynuuje badania nad wykorzystaniem bimodalnych powłok na bazie  $TiO_2$ , nanoszonych



kolejno technikami PVD i ALD, do podwyższenia odporności na korozję, bliżej niezidentyfikowanego stopu Al-Si-Cu.

Tutaj również brak jest danych o stanie/jakości powierzchni próbek stopu Al-Si-Cu przygotowanych na drodze polerowania. Rzutuje to na dalsze rozważania autorów i wyniki pomiarów techniką AFM chropowatości próbek pokrytych powłokami.

Autorzy sami przyznają, że przy grubości powłok nieco powyżej 100nm, nie maskują one nierówności powierzchni szlifowanego mechanicznie podłoża. Stawia to pod znakiem zapytania sens pomiarów, których wyniki przedstawiono na Rys. 1 oraz w Tabeli 1. Podobnie, mało czytelny obraz SEM na Rys. 2a oraz kolejne surowe widmo EDS – Rys. 2b., nie wnoszą do opisu przedmiotu badań.

Zastanawia również skrajnie różny charakter zaproponowanych obwodów zastępczych (Rys. 7 w pracy A3 oraz Rys. 9 w pracy A4) oraz wyników badań impedancyjnych.

W obu przypadkach mamy bowiem do czynienia z dwuwarstwową powłoką  $\text{TiO}_2(\text{ALD})/\text{TiO}_2(\text{PVD})$  o grubości całkowitej ok. 100-150nm, osadzoną na dobrze przewodzącym podłożu metalicznym (stal 316L lub stop Al-Si-Cu).

W obwodzie zastępczym w pracy A4 (Rys. 9) pojawia się składowa indukcyjna, której wartość osiąga 95kH, co należało skomentować.

Niestety, dyskusja wyników nie zawiera komentarza, czy też próby wyjaśnienia zjawisk zachodzących w obszarze kontaktu elektrolit-próbka oraz powodów dla których tak skrajnie różne obwody zastępcze zaproponowano dla z gruntu podobnych obiektów badań elektrochemicznych.

Recenzent zwraca uwagę, że interpretacja wyników badań elektrochemicznych metodą spektroskopii impedancyjnej jest powierzchowna, szczególnie w odniesieniu do zaproponowanych elektrycznych układów zastępczych, których kształt wymaga, za każdym razem, uzasadnienia i powiązania ze zjawiskami i procesami zachodzącymi w badanym układzie elektrochemicznym.

W obu pracach A3 i A4, spektra impedancyjne wygenerowane w oparciu o przyjęte, modelowe układy zastępcze, nie zostały przedstawione razem z wynikami pomiarów, co uniemożliwia dokonanie oceny jakości dopasowania.

W kontekście głównego celu badań w pracy A4, niezrozumiałe, są powody dla których na badanych próbkach przeprowadzono pomiary kąta zwilżania w kontakcie z wodą i jodkiem metylenu ( $\text{CH}_2\text{I}_2$ ), oraz zamieszczono Rys. 10, zawierający zdjęcia kropli wody i wykresy ilustrujące znane zjawisko zmiany kąta kontaktu z upływem czasu.

Autorzy nie przedstawili niezbędnego uzasadnienia potrzeby tych badań, które byłoby spójne z głównym celem badań, jakim jest uzyskanie poprawy odporności na korozję podłoży metalicznych poprzez nanoszenie „bimodalnych” powłok tlenkowych.

Nie nowego nie wnoszą również wyniki testów tribologicznych, które w oczywisty i znany z literatury przedmiotu sposób, prowadzą do przetarcia cienkiej powłoki tlenkowej i wzrostu współczynnika tarcia po niewielkiej liczbie cykli, zależnej oczywiście od grubości powłoki tlenkowej oraz użytej w teście ball-on-disc siły nacisku. Tutaj, podobnie jak w pracy A3, całkowicie pominięto aspekt wilgotności atmosfery pomiarowej, mający istotne znaczenie w procesach tarcia z udziałem tlenków metali.

Podsumowując analizę pracy A4 należy uznać, że hipoteza o korzyściach wynikających z wykorzystania „bimodalnych” powłok  $\text{TiO}_2(\text{ALD})/\text{TiO}_2(\text{PVD})$  celem ochrony przed korozją stopu typu Al-Si-Cu została w pewnym zakresie zweryfikowana. Równocześnie, jak pokazano wyżej, jakość naukowa raportu z przeprowadzonego doświadczalnie dowodu na słuszność tej hipotezy pozostawia wiele do życzenia.

Koncepcja tlenkowych (bimodalnych oraz wieloskładnikowych) hybrydowych powłok PVD/ALD nanoszonych celem zapewnienia ochrony przed korozją stopów lekkich typu Mg-Li-Al-RE rozwijana jest w pracy A5. Powłoki tlenku glinu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) oraz tlenku tytanu ( $\text{TiO}_2$ )



nanoszono technikami reaktywnego rozpylania magnetronowego (PVD) oraz ALD na próbkach stopów AE42 (Mg-4Al-2RE) oraz LAE442 (Mg-4Li-4Al-2RE).

Układ pracy jest podobny jak w pracach A3 i A4. Tym razem jakość opisu szczegółów technologii jest akceptowalna.

Autorzy potwierdzają wzrost odporności na korozję obu badanych stopów w wyniku zastosowania cienkich powłok tlenku glinu i tytanu, wskazując na obniżenie gęstości prądu korozyjnego oraz wzrost oporu polaryzacji.

Również w tej pracy jakość obrazów SEM oraz AFM (Rys. 1) jest niska, a same obrazy niewiele wnoszą do opisu powłok. Praca jest przeładowana surowymi spektrami EDS – Rys. 2, 5, 10b, 12d, 19d oraz 20b, o z definicji marginalnym znaczeniu dla interpretacji wyników.

Należy tu jeszcze raz podkreślić, że surowe widmo EDS nie jest wynikiem analizy składu chemicznego. Niska jest również jakość obrazów HR-TEM (Rys. 3) co czyni je słabo czytelnymi i trudnymi do interpretacji.

Istotne zastrzeżenia recenzenta budzą: zasadność prowadzenia badań, typowo powierzchniową techniką XPS, wielowarstwowych układów typu: Ti+TiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+TiO<sub>2</sub> na podłożu LAE442 oraz dyskusja uzyskanych wyników.

W spektroskopii XPS, głębokość „odpowiedzi” niesionej przez fotoelektrony to zaledwie, zależnie od materiału, pojedyncze nanometry. Jest to więc technika przeznaczona do analiz typowo powierzchniowych. Jaki więc sens ma wykorzystanie tej techniki do badania układu warstwowego? Oczywiście stosuje się metody analizy wglęb (depth profiling) w połączeniu z trawieniem jonowym.

W omawianej pracy A5, jak należało oczekiwać, przeglądowe widmo XPS (Rys. 7) zawiera jedynie linie pochodzące od tlenu, węgla oraz śladowo tytanu. Obecność chloru jest wysoce dyskusyjna i słabo uzasadniona, co potwierdza bardzo silnie zaszumione widmo na Rys. 8c.

Czemu więc służy ta analiza? Potwierdza ona jedynie, że próbka nie została do tego badania właściwie przygotowana, o czym świadczy duża zawartość węgla, na różnych stopniach utlenienia, pochodzącego z zanieczyszczeń organicznych.

Badanie to ma więc charakter typowo nadmiarowy i sztucznie powiększają objętość publikacji. W kontekście ochrony przed korozją, o której czytamy w tytule pracy A5, zastrzeżenia recenzenta budzi również uzasadnienie badań kąta zwilżania oraz energii powierzchniowej. W opinii recenzenta, badania te mają charakter nadmiarowy, a więc nie są istotne dla argumentacji autorów o pozytywnej roli hybrydowych powłok tlenkowych dla ochrony przed korozją. Podobna uwaga dotyczy badań tribologicznych, których wyniki sztucznie powiększają objętość artykułu.

Prace A6-A8 cyklu publikacji dotyczą trzeciego podobszaru zainteresowań habilitanta, który obejmuje:

- Azotkowo-tlenkowe powłoki PVD/ALD zapewniające wysokie własności elektrochemiczne i trybologiczne.

Praca A6 poświęcona jest badaniom powłok typu CrN+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> na podłożach ze stali 316L. Jak czytamy w pracy, badaniom poddano próbki z powłoką o nazwie handlowej Balinit Croma+ (CrN+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), pokryte techniką ArcPVD w ramach usługi komercyjnej firmy Oerlikon Balzers. Wskazuje na to odnośnik literaturowy do strony internetowej z ofertą firmy. Jest to powłoka stosowana na matryce do tworzyw sztucznych wykonane zwykle ze stali H13 lub P20.

Na tej powłoce autor naniósł techniką ALD warstwę TiO<sub>2</sub> o grubości nieprzekraczającej 40nm po 1000 cykli ALD.

Praca A6 ma charakter wtórny wobec opublikowanych wcześniej prac innych autorów, cytowanych w pracy A6 pod numerami [20] oraz [26-28].

Autor poświęcił w niej wiele miejsca wynikom badań geometrii powierzchni oraz architekturze komercyjnej powłoki PVD: CrN+Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pozostaje to w pewnej sprzeczności z tytułem pracy,



który sugeruje, że w treści tego raportu z badań zapoznamy się z wynikami hybrydowej obróbki stali 316L technikami PVD i ALD.

Co ciekawe, na Rys. 4a na stronie 6 pracy A6, autor ujawnia architekturę komercyjnej powłoki Balinit Croma+ ( $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), czego nie czyni firma Oerlikon Balzers, nawet w swoich materiałach reklamowych. Ponadto autor sugeruje, że surowe spektra EDS, przedstawione na Rys. 7a-c, potwierdzają skład chemiczny warstw składowych tej powłoki z Rys. 4a, co jest merytorycznym błędem.

Dalej, stosując typowe procedury badań elektrochemicznych, autor wykazuje wzrost odporności na korozję próbek pokrytych komercyjną powłoką  $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$  w wyniku naniesienia powłoki  $\text{TiO}_2$  techniką ALD, wskazując na spadek gęstości prądu korozyjnego oraz wzrost oporu polaryzacji.

Zastanawiające są (Tabela 2) ujemne wartości tzw. efektywności ochrony przed korozją (corrosion protection efficiency) oznaczonej jako  $P_e[\%]$ . Oznaczają one pogorszenie odporności na korozję w porównaniu z podłożem w stanie niepokrytym powłoką  $\text{TiO}_2$  – szczególnie w przypadku najgrubszej powłoki tlenku tytanu.

Zastrzeżenia recenzenta budzi również celowość przeprowadzenia badań adhezji powłok metodą scratch-test oraz testów tribologicznych.

Jak należało oczekiwać, i jak potwierdzają to wyniki tych testów zawarte w pracy A6, obecność bardzo cienkiej warstwy  $\text{TiO}_2$  (ALD) na powierzchni komercyjnej powłoki  $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$ , nie ma znaczenia dla jej adhezji do podłoża stalowego, co przyznaje sam autor. Ponadto, niskie wartości siły krytycznej ( $L_{c1}$  i  $L_{c2}$ ) wskazują, że wybrany przez autora materiał podłoża (316L) ma niską twardość, a tym samym nośność (load bearing capacity), co jest typowe dla tego typu stali. Należy przypuszczać, że adhezja powłok Balinit Croma+ ( $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) przeznaczonych na formy do tworzyw sztucznych, wykonywane najczęściej ze stali H13 lub P20, jest znacznie wyższa.

Równie bezcelowe, zdaniem recenzenta, są przeprowadzone przez autora testy tribologiczne. Potwierdzają one jedynie oczywistą prawidłowość, że w przypadku długotrwałego (20 000 cykli) testu tarcia (ball-on-disc), o odpowiedzi układu decyduje powłoka  $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$  o grubości  $2,4\mu\text{m}$ , a nie 40-nanometrowa powłoka  $\text{TiO}_2$ , która ulega wytarciu w trakcie pierwszych kilkudziesięciu cykli testu, co wielokrotnie autor pokazał w poprzednich pracach.

W tej sytuacji co najmniej wątpliwy jest wniosek drugi na zakończenie pracy A6, który w wolnym tłumaczeniu brzmi: *„Zarówno powłoki PVD typu  $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$  jak i powłoki hybrydowe  $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$  charakteryzują się wysokimi właściwościami mechanicznymi, w tym dużą przyczepnością do podłoża i odpornością na ścieranie znacznie wyższą niż niepowlekanego podłoża.”*

Jest rzeczą oczywistą, że o właściwościach mechanicznych, a szczególnie przyczepności do podłoża obu wyżej wymienionych rodzajów powłok decydują właściwości i adhezja komercyjnej powłoki  $\text{CrN}+\text{Cr}_2\text{O}_3$ , dopracowanej przez firmę Oerlikon Balzers.

W świetle uwag sformułowanych w odniesieniu do pracy A6, recenzent nisko ocenia jej wartość naukową, a tym samym wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

Praca A7, jak zapowiada jej tytuł, poświęcona jest badaniom struktury i właściwości powłok  $\text{TiN}/\text{ZnO}$  nanoszonych technikami, odpowiednio Arc-PVD i ALD na podłoża ze stali austenitycznej 316L.

Jej struktura jest podobna jak poprzednich prac cyklu, a celem jest potwierdzenie tezy o korzystnym wpływie dwuwarstwowej powłoki  $\text{TiN}/\text{ZnO}$  na odporność korozyjną stali nierdzewnej.

W tym miejscu należy zwrócić uwagę, że wybór celu i przedmiotu badań, należący w przypadku omawianej pracy do habilitanta, powinien być oparty o ustabilizowaną i powszechnie akceptowaną wiedzę z zakresu inżynierii materiałowej, o znanych właściwościach materiałów oraz obszarach ich zastosowań. Wymogu tego, w opinii recenzenta,



nie spełnia praca A7. Habilitant planuje badania, które mają doprowadzić do udowodnienia, że właściwości antykorozyjne i tribologiczne, z natury odpornej na korozję stali 316L, można poprawić stosując typowo przeciwzużyciową, twardą powłokę TiN naniesioną techniką Arc-PVD, uzupełnioną o cienką warstwę ZnO.

Wyniki przeprowadzonych przez autorów badań, jak należało oczekiwać, tego nie potwierdzają. Wiadomo bowiem, że powłoki TiN nanoszone techniką Arc-PVD, cechuje występowanie tzw. mikro-kropel na ich powierzchni. Powoduje to naturalną nieciągłość tego typu powłok, co nie ma znaczenia dla zastosowań na narzędzia skrawające, lecz odgrywa istotną rolę w przypadku ochrony przed korozją. Prowadzi to nieuchronnie do penetracji powłoki przez medium korozyjne, nawet po częściowym jej uszczelnieniu cienką warstwą ZnO. Autorzy potwierdzają ten oczywisty fakt na Rys. 4 (Open circuit potential vs time), wskazując, że „badane powłoki są niestabilne w warunkach testu” (str. 6 pracy A7). Tym samym negują swoje dwa pierwsze wnioski w paragrafie 5. Conclusions.

Do podobnej konstatacji prowadzi obraz, „zaszumionych” impulsowymi skokami prądu, krzywych polaryzacyjnych na Rys. 5.

W tym miejscu warto byłoby, dla celów porównawczych, poznać wyniki takich samych badań na powłoce TiN (bez ZnO), lecz autorzy ich nie zamieścili.

Istotne zastrzeżenia merytoryczne recenzenta budzi również wniosek pierwszy, mówiący o znaczącej poprawie „właściwości użytkowych” próbek stali pokrytych powłoką TiN/ZnO500. Pozostaje on w istotnej sprzeczności z wynikami testów tribologicznych przedstawionych na Rys. 12, gdzie wartość współczynnika tarcia jest najniższa (ok. 0,8) dla niepokrytej stali 316L, a osiąga i przekracza wartość 1,0 dla próbek pokrytych powłokami TiN/ZnO. Warto byłoby tutaj wskazać o jakie właściwości użytkowe chodzi, gdyż zupełnie różne są oczekiwania wobec powłok, zależnie od ich potencjalnych zastosowań.

Prawdą jest, że sama wysoka wartość współczynnika tarcia nie jest parametrem rozstrzygającym o odporności na zużycie ściernie. Niestety autor nie poparł swojej konkluzji wynikami badań odporności na zużycie, ograniczając się jedynie do porównawczych pomiarów „średniej szerokości śladu tarcia”, co w żaden sposób nie pozwala porównać wyników prezentowanych przez autora z wynikami badań innych zespołów.

W tym miejscu recenzent zwraca uwagę, że bazując na dobrze współcześnie ustabilizowanej wiedzy o procesach tarcia i zużycia, opisanych w klasycznych już pracach, np.: B. Bushan'a [4], do określenia zużycia w testach typu „ball-on-disc”, autorzy publikacji powszechnie używają współczynnika zużycia (wear coefficient K). Występuje on w równaniu Archard'a, gdzie objętość zużycia (V) dla jednostkowej drogi poślizgu (S) jest równa bezwymiarowemu współczynnikowi zużycia (K) pomnożonemu przez przyłożone obciążenie ( $F_n$ ) podzielonemu przez twardość testowanego materiału.

Najczęściej jednak wykorzystuje się wielkość określaną jako „wear rate” wyznaczaną jako objętość śladu zużycia (tarcia) podzieloną przez iloczyn siły normalnego obciążenia i drogi poślizgu) w jednostkach:  $[mm^3/Nm]$ .

Powyższe, krytyczne uwagi recenzenta, dotyczące używanych przez habilitanta metod oceny odporności na zużycie, odnoszą się również do wcześniej analizowanych publikacji, gdzie w pracach A2, A5, A6, A8 podano wartości objętości śladu zużycia, a w pracach A3 i A4 – jedynie zależność współczynnika tarcia od liczby cykli.

Stosowany przez habilitanta sposób oceny odporności na zużycie ściernie jest niekompatybilny z powszechnie przyjętymi standardami w tej dziedzinie. Uniemożliwia to skutecznie ocenę uzyskanych wyników, a szczególnie ich porównanie z wynikami badań innych zespołów.

Praca A7, podobnie jak poprzednie, zawiera zbędne obrazy SEM i AFM powłok Rys. 1a,b., potwierdzające oczywisty fakt występowania fazy kropłowej (droplets) na powłokach wytwarzanych techniką Arc-PVD, niczego nie wnoszące obrazy AFM dublujące obrazy SEM



na Rys. 2a-c oraz surowe widma EDS na Rys. 1b oraz Rys. 11b-c, nazywane przez autorów „wynikami analizy”.

W odniesieniu do pracy A8, recenzent zwraca uwagę na co najmniej dyskusyjne stwierdzenie autora, który komentując wyniki badań metodą spektroskopii Ramana (Rys. 4), konkluduje, że brak pików w tym widmie, dla próbek oznaczonych jako CrN/TiO<sub>2</sub>(200) oraz CrN/TiO<sub>2</sub>(500), jest potwierdzeniem amorficznego charakteru warstwy TiO<sub>2</sub>.

Widma Ramana materiałów amorficznych (węgiel, SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>), nie są pozbawione pików lecz różnią się istotnie od tychże widm rejestrowanych odpowiednich faz krystalicznych, a różnica ta jest konsekwencją braku dalekozasięgowego uporządkowania tych faz [5,6].

Brak pików w widmie Ramana, jak w przypadku na Rys. 4, wskazuje raczej na zbyt małą czułość aparatury lub niewystarczającą objętość (grubość) obszaru wzbudzanego wiązką lasera. Równocześnie, recenzent nie kwestionuje twierdzenia o stopniowym pojawianiu się zarodków krystalizacji TiO<sub>2</sub>, począwszy od pewnej krytycznej grubości depozytu.

Podsumowując, recenzent nie neguje koncepcji łączenia technologii PVD i ALD celem wytworzenia powłok pełniących funkcję ochrony przed korozją elementów maszyn czy też elementów wykorzystywanych w inżynierii biomedycznej. Niestety obszary potencjalnych zastosowań są wskazane bardzo enigmatycznie. Koncepcja ta nie jest z resztą zupełnie nowa, co potwierdza sam habilitant, cytując wcześniejsze prace innych autorów.

Nie ulega również wątpliwości, że zaangażowanie wielu zespołów badawczych, w tym zespołu habilitanta, w rozwój tego typu obróbek hybrydowych, świadczy o pewnym potencjale tego rodzaju podejścia do obróbki powierzchniowej.

Istotne zastrzeżenia recenzenta budzi natomiast jakość dokumentowania przez habilitanta jego badań, rozumiana jako jakość publikacji, które stanowią jedyne źródło informacji o przedmiocie i celu badań, metodach badawczych, wynikach i ich interpretacji.

Zastrzeżenia te zostały szczegółowo omówione powyżej, w odniesieniu do każdej z publikacji przedstawionego do oceny cyklu. W szczególności recenzent wskazuje, że w ocenianych publikacjach cyklu:

- brak jest niezbędnych szczegółów opisu eksperymentu, co sprawia, że prezentowane badania nie mogą zostać powtórzone, a wyniki zweryfikowane przez inne zespoły badacze,
- zakres badań i dobór metod badawczych nie są podporządkowane sformułowanemu celowi badań. Brak jest uzasadnienia dla podejmowanych w wielu przypadkach, wskazanych w treści recenzji, badań o charakterze nadmiarowym, których wyniki jedynie poszerzają objętość publikacji, równocześnie nic nie wnosząc do wiedzy o przedmiocie badań, w kontekście celu pracy sformułowanego przez autorów,
- brak dbałości o jakość prezentowanych wyników, tj. jakość i czytelność zdjęć, widm, wykresów i ich opisów),
- brak jest niezbędnych ilościowych analiz chemicznych, zastępowanych nagminnie surowymi spektrami EDS, które potwierdzają oczywisty fakt obecności wybranych pierwiastków, lecz nie mogą pełnić roli wyników analizy składu chemicznego,
- oczywiste fakty potwierdzane są z wykorzystaniem zaawansowanych metod badawczych, co nie jest właściwe.

W świetle tych uwag recenzent uznaje, że jakość naukowa przedstawionego cyklu publikacji nie jest wystarczająca, aby mógł on stanowić znaczny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

Dr Marcin Staszuk, w swoim wniosku o wszczęcie postępowania habilitacyjnego, obok cyklu powiązanych tematycznie publikacji, nie wskazał, jak tego wymaga ustawa w art. 219 ust. 1



pkt 2, drugiego osiągnięcia naukowego, które w jego opinii stanowi znaczny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

W załączniku 4 do Wniosku zatytułowanym „Wykaz osiągnięć naukowych stanowiących znaczny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa”, w paragrafie I, zatytułowanym: „Wykaz osiągnięć naukowych o których mowa w art. 219 ust. 2 pkt 2 ustawy” odnajdujemy, tytuł osiągnięcia naukowego (cyklu publikacji) i wykaz prac wchodzących w jego skład.

Dalej odnajdujemy wykaz aktywności naukowej, a w tym wykazy opublikowanych monografii, rozdziałów w monografiach, wykaz opublikowanych artykułów oraz w paragrafie II.5. Wykaz osiągnięć projektowych, konstrukcyjnych i technologicznych.

Wśród tych ostatnich habilitant wymienia:

1. Opracowanie technologii syntezy powłok ALD, w szczególności:
  - $\text{TiO}_2$ ,
  - $\text{SiO}_2$ .
2. Stanowisko pomiarowe elektrod zwłaszcza przednich krzemowego ogniwa fotowoltaicznego – opracowanie współautorskie objęte patentem (pkt III.3 poz. 1).
3. Sposób wytwarzania materiału kompozytowego o osnowie stopu aluminium w procesie infiltracji ciśnieniowej – opracowanie współautorskie objęte patentem (pkt III.3 poz. 2).

Informacja o opracowaniu przez habilitanta technologii syntezy powłok ALD nie jest poparta żadną dokumentacją. We wskazanych powyżej opatentowanych opracowaniach współautorskich, habilitant jest odpowiednio, trzecim i szóstym autorem, co nie wskazuje na jego wiodącą rolę.

Dalej, wykaz aktywności naukowej zawiera między innymi informacje o udziale habilitanta w pracach zespołów badawczych, informacje o odbytych stażach krajowych i zagranicznych, udziale w konferencjach. Dane te potwierdzają aktywność habilitanta w środowisku naukowym.

Nie ulega wątpliwości, że przedstawione przez habilitanta we wniosku, obok ocenianego cyklu publikacji powiązanych tematycznie, różnorakie inne aktywności naukowe, a wśród nich publikacje, patenty, potwierdzenia udziału w projektach badawczych, staże czy też wystąpienia konferencyjne, mogą i powinny być traktowane jako osiągnięcia naukowe. Żadne z nich, traktowane indywidualnie, nie spełnia jednak wymogu opisanego w art. 219 ust. 2 pkt 2 ustawy. W tym miejscu jeszcze raz podkreślam, że ciężar udowodnienia spełnienia przesłanek warunkujących nadanie stopnia doktora habilitowanego spoczywa przede wszystkim na osobie, która o nadanie tego stopnia się ubiega. Do habilitanta należy wskazanie w swoim dorobku naukowym co najmniej dwóch osiągnięć odpowiadających wymaganiom art. 219 ust. 2 pkt 2 ustawy.

Podsumowując ocenę przedstawionych mi osiągnięć naukowych habilitanta stwierdzam, że jakość naukowa przedstawionego do oceny cyklu publikacji powiązanych tematycznie nie jest wystarczająca, aby mógł on stanowić znaczny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

Tak więc ostateczna konkluzja recenzji jest negatywna.

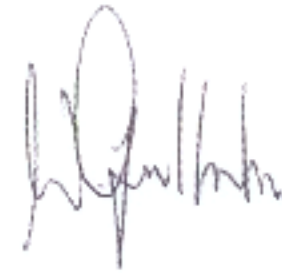
#### **Cytowana literatura**

[1] M.N. Gardos, Magnéli phases of anion-deficient rutile as lubricious oxides. Part II. Tribological behavior of Cu-doped polycrystalline rutile ( $\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$ ). Tribology Letters, 8(2–3):79–96, 2000.

[2] M.N. Gardos, Magnéli phases of anion-deficient rutile as lubricious oxides. Part I. Tribological behavior of single-crystal and polycrystalline rutile  $\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$ , Tribology Letters, 8(2–3):65–78, 2000.



- [3] M. Woydt, Tribological characteristics of polycrystalline Magn´eli-type titanium dioxides. Tribology Letters, 8:117–130, 2000.
- [4] B. Bhushan, Introduction to Tribology, 2-nd ed., John Wiley & Sons, Ltd (2013)
- [5] D. Tuschel, Spectroscopy 29 (2014), 14–21
- [6] P.M.A. Sherwood, Vibrational Spectroscopy of Solids (Cambridge University Press, London, 1972), p. 4.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'M. Woydt', located in the middle-right section of the page.