

Białystok, 29.05.2025 r.

prof. dr hab. inż. Michał Kuciej  
Wydział Mechaniczny  
Politechnika Białostocka

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Michała Milczarka

pt. Metalowe sondy do mikroskopii sił atomowych – technologia oraz ich zastosowanie do innowacyjnych badań tribologicznych w mikroskali

promotor: dr hab. inż. Dariusz Jarząbek

promotor pomocniczy: dr inż. Marcin Michałowski

### 1. Charakterystyka pracy

Rozprawa doktorska została przedstawiona na 134 stronach maszynopisu formatu A4, w języku polskim. Praca składa się z 4 rozdziałów, streszczenia, spisu treści, wykazu literatury, spisu tabel i rysunków. Zamieszczono w niej 62 rysunki, 22 tabele i 109 pozycji bibliograficznych.

Główne cele pracy doktorskiej mgr inż. Michała Milczarka to opracowanie metody wytwarzania metalowych sond pomiarowych do mikroskopów sił atomowych, a następnie wykorzystanie ich do przeprowadzenia badań tribologicznych.

W pierwszym rozdziale pracy, zatytułowanym *Wstęp*, Doktorant podkreśla związek między rozwojem nauki a postępem technologicznym, wskazując mikroskopy sił atomowych (AFM) jako przykład narzędzia, którego ewolucja umożliwia prowadzenie coraz bardziej zaawansowanych badań. Przedstawiono genezę AFM jako rozszerzenia mikroskopu tunelowego, a następnie jego przekształcenie w niezależne, precyzyjne urządzenie do pomiarów w skali nano- i mikrometrycznej. Zwrócono uwagę na wyjątkową elastyczność tej technologii oraz możliwość jej modyfikacji, co czyni AFM wszechstronnym narzędziem badawczym, m.in. w zakresie analizy zjawisk tarciovych.

Doktorant wyróżnił sześć kluczowych podsystemów obecnych w każdej konstrukcji AFM, a każdy z nich został szczegółowo scharakteryzowany. Szczególną uwagę poświęcono systemowi detekcji przemieszczenia sondy pomiarowej, odpowiedzialnemu za precyzyjne określanie jej położenia. Omówiono różne techniki wykrywania ugięcia sondy – od efektu tunelowego i interferometrii optycznej po najczęściej stosowaną metodę z wykorzystaniem

fotodiody czterosekcyjnej. Przedstawiono również główne tryby pracy AFM – kontaktowy, przerywany oraz bezkontaktowy – z uwzględnieniem ich zalet, ograniczeń i obszarów zastosowania. Dodatkowo opisano tryby specjalne, takie jak „peak force tapping” oraz technikę pomiaru krzywych siła–odległość (force-distance), umożliwiające analizę sił adhezji oraz określanie właściwości mechanicznych materiałów.

Szczegółowo omówiono również sondy pomiarowe jako kluczowy element wpływający na jakość uzyskiwanych danych. Przeanalizowano ich budowę – podstawę, belkę oraz ostrze – i opisano podstawowe parametry techniczne: sztywność, częstotliwość rezonansową oraz promień zaokrąglenia końcówki ostrza. Podkreślono, że typowe sondy są wykonywane z krzemu lub azotku krzemu. Wskazano też na stosowanie powłok funkcjonalnych, takich jak platyna, iryd czy diament domieszkowany borem, które poprawiają właściwości pomiarowe, ale mogą pogarszać rozdzielczość.

W kolejnej części rozdziału omówiono procesy technologiczne wykorzystywane przy wytwarzaniu sond. Szczegółowo opisano produkcję sond krzemowych z użyciem technik mikroelektronicznych – fotolitografii, trawienia, napyłania i anodowego łączenia szkła. Zwrócono uwagę na możliwość kształtowania z dużą precyzją geometrii ostrza i belki oraz na trudności związane z uzyskaniem powtarzalnych parametrów sond w produkcji seryjnej.

Następnie przedstawiono popularne sposoby modyfikowania istniejących sond, takie jak montaż nanodrutów, przyklejanie kulek, nanoszenie warstw metalicznych oraz wykorzystanie technik FIB/FEBID. Wskazano także na dostępne na rynku rozwiązania komercyjne, zwłaszcza sondy całkowicie metalowe oferowane przez firmę Rocky Mountain Nanotechnology. Sondy te, wykonane z platyny lub jej stopów, są szczególnie przydatne w pomiarach elektrycznych i magnetycznych dzięki swojej trwałości i przewodności. Przedstawiono ich parametry techniczne, takie jak sztywność i częstotliwości rezonansowe.

Rozdział zawiera również przegląd aktualnego stanu wiedzy na temat sond metalowych, oparty zarówno na literaturze naukowej, jak i analizie istniejących rozwiązań komercyjnych. Omówiono różne metody produkcji sond z metali takich jak platyna, srebro, wolfram, stopy miedzi i niklu. Przedstawiono techniki takie jak metoda odlewania i przenoszenia (mould-and-transfer), osadzanie galwaniczne oraz nanolitografia wiązką elektronów. Wskazano również innowacyjne rozwiązania, np. sondy z belkami wygiętymi w łuk na skutek kontrolowanego naprężenia wewnętrznego.

W końcowej części rozdziału opisano techniki badawcze stosowane w tribologii, obejmujące zakres od makroskali do nanoskali. Podkreślono, że typowe tribometry nie umożliwiają pomiarów w tzw. mikroskali (50  $\mu$ N – 500 mN), co stanowi istotną lukę badawczą.

Wskazano, że mikroskopy AFM, wyposażone w odpowiednio sztywne sondy, mogą tę lukę skutecznie wypełnić. Omówiono także zastosowania AFM w badaniach tarcia przy bardzo małych obciążeniach, w tym przy rozdzielczości krystalicznej oraz w warunkach ujemnej siły normalnej.

Rozdział kończy się przedstawieniem motywacji Doktoranta do podjęcia badań, związanej z projektem UWIPOM2, który dotyczył analizy oporów ruchu w miniaturowych łożyskach o średnicy poniżej 1 mm. Ze względu na ograniczenia klasycznych urządzeń pomiarowych, konieczne było zaprojektowanie własnych sond metalowych do AFM, które łączyłyby wysoką sztywność normalną z niską sztywnością skrętną. Potrzeba ta stała się bezpośrednią inspiracją oraz celem pracy doktorskiej.

Na początku rozdziału *drugiego* przedstawiono ogólny plan wytwarzania sond pomiarowych wykonanych w całości z metalu. Doktorant uwypuklił potrzebę opracowania nowej, własnej metody produkcji, która będzie jednocześnie tańsza, prostsza technologicznie i bardziej powtarzalna niż metody dotychczas znane z literatury. Głównym celem było uzyskanie sond o sztywnościach od 1 do 1000 N/m, które mogą być stosowane jako zamiennik sond krzemowych. Zastosowanie technologii przyrostowej (bottom-up), w tym elektroosadzania, miało pozwolić na realizację tego celu.

Proces wytwarzania sond został podzielony na siedem głównych etapów, tj. przygotowanie podłoża, dwie fotolitografie, wytłaczanie ostrza, dwa procesy elektroosadzania oraz końcowe usuwanie materiału formującego. Fotolitografia miała na celu wytworzenie precyzyjnych form geometrycznych odpowiadających kształtowi sond, a kluczowym aspektem była tu również optymalizacja parametrów naświetlania i grubości warstw fotorezystu. Do uzyskania ostrza pomiarowego zaproponowano rozwiązanie polegające na wytłaczaniu kształtu za pomocą diamentowego wgłębnika stosowanego w nanoindentacji.

W kolejnej części rozdziału zamieszczono obszerną część analityczną, w której przedstawiono wstępne teoretyczne obliczenia parametrów mechanicznych sond wykonanych z niklu, srebra i złota. Uwzględniono różnice w modułach Younga i gęstości tych metali, które wpływają na sztywność oraz częstotliwość rezonansową belek pomiarowych. Dla każdego materiału wykonano analizy dla różnych wariantów geometrycznych sond, dobierając odpowiednie długości, szerokości i grubości. Wyniki wykazały, że nikiel daje najbardziej zrównoważone parametry.

W dalszej części szczegółowo opisano proces przygotowania podłoża oraz kolejne etapy wytwarzania metalowych sond pomiarowych AFM. Na etapie przygotowania podłoża zdecydowano się na zastosowanie miedzi technicznej ze względu na jej dostępność, dobrą

obrabiwalność oraz możliwość selektywnego trawienia. Proces obejmował precyzyjne szlifowanie i polerowanie, co pozwoliło uzyskać powierzchnię o chropowatości poniżej 5 nm. Zastosowano również chemiczne oczyszczanie w kwasie cytrynowym i alkoholu izopropylowym, aby zapewnić wysoką czystość powierzchni.

Następnie przeprowadzono pierwszą fotolitografię z wykorzystaniem rezystu, która umożliwiła precyzyjne odwzorowanie geometrii belek sond, ich podstaw oraz znaczników pozycjonujących. Po wywołaniu form wykonano elektroosadzanie metalu, które testowano dla trzech materiałów: niklu, srebra i złota. Najlepsze rezultaty uzyskano dla niklu – dawał on gładką, zwartą warstwę i dobrą adhezję do podłoża, choć wymagał długiego czasu osadzania i ręcznego nadzoru procesu. Srebro również tworzyło jakościowe warstwy, lecz wchodziło w niekorzystne interakcje z fotorezystem, co prowadziło do deformacji formy. Złoto natomiast całkowicie „nie współpracowało” z użytym systemem litograficznym – jego osadzanie powodowało odpajanie się warstwy rezystu, dlatego materiał ten został odrzucony.

Ze względu na niejednorodność grubości warstw po elektroosadzaniu zastosowano dodatkowe polerowanie, które miało na celu uzyskanie równych, dobrze odbijających powierzchni. Ostateczny etap polegał na selektywnym trawieniu miedzianego podłoża z wykorzystaniem mieszaniny nadtlenku wodoru, kwasu octowego i wody. Proces był długotrwały, ale pozwalał na bezpieczne uwolnienie większości sond bez uszkodzeń.

W podsumowaniu podrozdziału dotyczącego powyższego procesu Doktorant stwierdza, że opracowany proces umożliwił wytworzenie w pełni metalowych sond o zadanych parametrach mechanicznych, z powodzeniem porównywalnych z komercyjnymi sondami krzemowymi. Najlepsze rezultaty osiągnięto dla sond niklowych, które cechowały się dobrą jakością, przewidywalnością parametrów oraz kompatybilnością z systemem detekcji AFM. Mimo wielu zalet, proces był jednak czasochłonny i wymagał dalszej optymalizacji, szczególnie pod kątem powtarzalności i automatyzacji.

Następna część rozdziału zawiera informacje dotyczące kalibracji wytworzonych sond, niezbędnej do przeliczenia sygnałów uzyskiwanych z mikroskopu sił atomowych na wartości fizyczne, takie jak siła, przemieszczenie czy moment skręcający. Szczególną uwagę poświęcono kalibracji w kontekście pomiarów sił tarcia, co wymagało zarówno określenia sztywności sond (zarówno normalnej, jak i skrętnej), jak i odpowiedniej kalibracji układu detekcji optycznej.

Przeanalizowano trzy różne metody kalibracji sztywności belek: geometryczną, dynamiczną oraz bezpośrednią. Pierwsza opierała się na danych wymiarowych i właściwościach materiału, jednak jej dokładność była ograniczona ze względu na trudność

w precyzyjnym określeniu wymiarów belek oraz potencjalne niedoskonałości geometryczne. Metoda dynamiczna, bazująca na częstotliwości rezonansowej, dawała lepsze wyniki, lecz wymagała dodatkowych przekształceń matematycznych. Za najbardziej rzetelną i uniwersalną uznano metodę bezpośrednią, opartą na rzeczywistym oddziaływaniu sondy z kalibratorem – pozwalającą uwzględnić wszystkie nieregularności konstrukcyjne i różnice technologiczne wynikające z produkcji.

Wdrożono również procedurę kalibracji fotodiody, niezbędną do określenia rzeczywistego przemieszczenia sondy w osi pionowej. Dodatkowo przeprowadzono kalibrację sztywności skrętnej oraz współczynnika kalibracyjnego siły bocznej (LFCC), niezbędnego do prawidłowego pomiaru sił tarcia. Zastosowano do tego metodę opracowaną w IPPT PAN oraz specjalistyczne kalibratory – zarówno komercyjny, jak i opracowany przez naukowców z powyższej jednostki. Metody te pozwoliły określić parametry mechaniczne każdej sondy z wysoką dokładnością, co miało kluczowe znaczenie dla dalszych eksperymentów tribologicznych.

Wyniki porównawcze wykazały znaczne różnice między poszczególnymi metodami kalibracyjnymi, potwierdzając konieczność stosowania metody bezpośredniej w przypadku niestandardowych sond metalowych. Opracowany zestaw procedur kalibracyjnych umożliwił wyznaczenie parametrów mechanicznych sond oraz ich dalsze wykorzystanie w pomiarach sił tarcia i kontaktu w skali mikro i nano.

Ostatnia część rozdziału stanowi niejako podsumowanie technologiczne i eksperymentalne dotychczasowych prac nad metalowymi sondami AFM, prezentując zarówno wyniki ich wykonania, jak i pierwsze pomiary tribologiczne.

Doktorant opisał uzyskane sondy nikłowe, gdzie wytworzono ich niewielką liczbę, lecz wystarczającą do przeprowadzenia testów pomiarowych. Następnie wyznaczono ich dane geometryczne, częstotliwości rezonansowe oraz sztywności (trzema metodami: geometryczną, dynamiczną ze znaną długością lub grubością belki), co pozwoliło na ich wzajemną weryfikację. Mimo pewnych odchyłeń od zakładanych wartości, wyniki uznano za zadowalające – precyzja wykonania przewyższała nawet tolerancje deklarowane przez producentów sond krzemowych.

Następnie przetestowano działanie sond w rzeczywistym układzie AFM, analizując ich efektywność użytkową. Zaobserwowano mniejszą moc sygnału laserowego na belce metalowej w porównaniu do sond krzemowych, jednak nadal mieszczącą się w zakresie umożliwiającym pomiar. Dzięki większym rozmiarom belki, ustawienie lasera było nawet łatwiejsze niż w przypadku sond krzemowych. Przeprowadzono kalibrację układu zarówno parametru

„sensitivity”, jak i LFCC, czyli współczynnika kalibracyjnego siły bocznej. Wyznaczone wartości były wyraźnie wyższe niż w przypadku sond krzemowych, co wiązało się z różnicami w geometrii oraz materiałach.

W dalszej części dokonano pomiarów tarcia z użyciem sond krzemowej i niklowej na trzech różnych próbkach, tj. krzemowej, miedzianej i niklowej. Pierwszy pomiar wykonano dla różnych wartości siły normalnej, zależnych od zastosowanej sondy. Uzyskane wyniki przedstawiono w tabeli wyłącznie informacyjnie. Ze względu na różnice w warunkach pomiarowych, bezpośrednie porównanie wartości nie było możliwe, jednak nie było to zamierzeniem Doktoranta. W kolejnym etapie podjęto próbę badań porównawczych, w ramach których dobrano sondy krzemową i niklową o porównywalnych parametrach. Pomiar przeprowadzono na tych samych próbkach, przy trzech poziomach obciążenia: 10, 20 i 50  $\mu\text{N}$ .

Uzyskane wyniki wskazywały, że współczynniki tarcia zależą nie tylko od materiałów, ale również od chropowatości powierzchni oraz promienia końcówki sondy. Wskazano, że sonda niklowa miała promień ok. 100 nm, podczas gdy sonda krzemowa –  $<8$  nm, co istotnie wpłynęło na pole kontaktu i charakterystykę tarcia.

Ta część rozdziału kończy się wnioskami wskazującymi na duży potencjał metalowych sond jako alternatywy dla sond krzemowych, szczególnie w zastosowaniach tribologicznych. Jednocześnie Doktorant zaznacza, że były to badania wstępne, bez precyzyjnej hipotezy badawczej, mające na celu raczej sprawdzenie funkcjonalności technologii niż testowanie konkretnej zależności. Pomimo tego, uzyskane dane wskazują na możliwość dalszego rozwoju i optymalizacji technologii metalowych sond AFM, zarówno pod względem parametrów pomiarowych, jak i powtarzalności produkcji.

W rozdziale *trzecim* przedstawiono wyniki eksperymentalnych badań tarcia materiałów supertwardych prowadzonych w skali mikro przy użyciu mikroskopii sił atomowych (AFM). Celem badań było określenie najbardziej odpowiednich par materiałowych do zastosowania w mikroskopijnych łożyskach kulkowych, planowanych jako elementy mikromanipulatora. Ze względu na bardzo małe rozmiary komponentów – średnica łożysk poniżej 1 mm, a kulek poniżej 100  $\mu\text{m}$  – niemożliwe było zastosowanie konwencjonalnych tribometrów. Zdecydowano się więc na zastosowanie AFM w trybie siły bocznej jako narzędzia do pomiaru współczynnika tarcia.

W badaniach wykorzystano dwie grupy próbek. Pierwsza obejmowała warstwy węgla cyrkonu (ZrC) o różnych parametrach osadzania, przygotowane na Politechnice Koszalińskiej. Różnicowano czas napyłania i przepływ acetyleny, co pozwoliło uzyskać powłoki o zróżnicowanej twardości, grubości, chropowatości oraz zawartości węgla. Druga grupa

składała się z próbek pokrytych warstwami TiC, borek wolframu WB oraz wolfram tytanu TiWB, przygotowanych w IPPT PAN, charakteryzujących się dużą twardością i niską chropowatością.

Do pomiarów tarcia użyto sond zbudowanych z metalowych belek, do których przyklejano kulki o średnicy kilkudziesięciu mikrometrów, wykonane z różnych materiałów, m.in. szkła sodowego i borokrzemowego, tytanianu baru, tytanu oraz cyrkonii. Kalibrację sond przeprowadzono z użyciem nanotwardościomierza wewnątrz mikroskopu elektronowego SEM. W ten sposób uzyskano sondy o dwóch przedziałach sztywności – około 7 N/m oraz około 2000 N/m.

Pomiary wykonywano w trybie Lateral Force Mode. Analizę danych przeprowadzono przy użyciu autorskiego oprogramowania w MATLAB-ie, które umożliwiała automatyczne oczyszczanie danych, usuwanie błędnych pętli, wyznaczanie wartości siły tarcia oraz prowadzenie statystyki.

Wyniki pomiarów wykazały, że współczynnik tarcia uzyskiwany dla różnych par materiałów mieścił się w szerokim zakresie – od 0,07 do 1,2. Zauważono, że najniższe wartości występowały dla par z udziałem warstw TiC oraz przeciwpróbek wykonanych ze szkła borokrzemowego i tytanianu baru. W wielu przypadkach obserwowano spadek współczynnika tarcia przy zwiększaniu siły normalnej, jednak nie był to trend uniwersalny dla wszystkich próbek. Odnotowano także, że chropowatość powierzchni miała wpływ na wartości współczynnika tarcia, jednak nie był to czynnik dominujący. W związku z dużą sztywnością zastosowanych sond nie zaobserwowano efektów adhezyjnych, co pozwoliło uznać ich wpływ na wyniki za marginalny.

Z przeprowadzonych badań wyciągnięto wnioski, że własności tribologiczne w mikroskali są silnie uzależnione od składu chemicznego i struktury warstw. Podkreślono także, że testy w rzeczywistych warunkach pracy, z odpowiednimi materiałami i skalą obciążeń, są niezbędne do wiarygodnej oceny ich przydatności. Zgromadzone dane uznano za użyteczne przy doborze materiałów do zastosowań w mikrosystemach, a zwłaszcza w konstrukcji bardzo małych łożysk.

W rozdziale *czwartym* przedstawiono eksperymentalne badania oporów ruchu w mikrołożyskach kulkowych z wykorzystaniem mikroskopu sił atomowych (AFM). Badania te zostały przeprowadzone w ramach projektu UWIPOM2, którego celem było opracowanie bezprzewodowego manipulatora medycznego. Jednym z istotnych wyzwań projektowych była konstrukcja niskooporowego, miniaturowego łożyskowania. W tym kontekście autor

skoncentrował się na pomiarze sił tarcia w mikrołożyskach o średnicy poniżej 1 mm, stosując rzeczywiste zespoły łożyskowe w dwóch konfiguracjach: z jednym oraz z dwoma łożyskami.

Do pomiarów wykorzystano mikroskop AFM, w którym belka pomiarowa została zakończona kulką – tak dobraną, by umożliwić powtarzalny kontakt z bieżnią łożyska. Jedna z bieżni była zatrzymywana przez sondę AFM, podczas gdy siła normalna powstawała poprzez przyciąganie magnetyczne elementów stalowych znajdujących się wewnątrz łożyska.

Kalibrację układu przeprowadzono za pomocą bocznego czujnika siły, co umożliwiło przeliczenie sygnału napięciowego z detektora na wartość siły bocznej działającej na sondę. W przypadku pojedynczego łożyska uzyskano moment oporu wynoszący 8,2 nNm, a w przypadku układu podwójnego – 80 nNm. Na podstawie geometrii łożysk oraz przyjętej siły normalnej wyliczono uproszczony współczynnik tarcia, który wyniósł odpowiednio 0,055 i 0,106. Wartości te są znacząco wyższe od typowych współczynników dla makroskopowych łożysk kulkowych, gdzie wartości  $\mu$  wynoszą rzędu 0,003.

W dalszej części rozdziału omówiono możliwe przyczyny tych podwyższonych wartości. Zwrócono uwagę na różnice pomiędzy warunkami idealnymi – jakie często przyjmuje się w uproszczonych modelach lub testach z literatury – a rzeczywistymi warunkami pracy mikrołożysk. Czynniki takie jak obecność osi, nieosiowość montażu, niedoskonałości w klejeniu czy dynamiczne przemieszczenia wewnątrz układu łożyskowego mogły znacząco wpłynąć na wzrost sił oporu. Potwierdzeniem tych założeń były również dane uzyskane z kamery oraz kanału „deflection” AFM, które sugerowały istnienie pionowych sił działających na belkę – trudnych do przewidzenia w klasycznym modelowaniu.

Uzyskane wyniki należy traktować jako eksperyment *in situ*, przeprowadzony w realistycznych warunkach pracy zespołu łożyskowego. Pokazuje to potencjał zastosowania mikroskopii sił atomowych do badania komponentów mechanicznych, także tych o niestandardowej geometrii i w warunkach odbiegających od laboratoryjnych.

Na końcu rozprawy Doktorant zamieścił *podsumowanie*.

## **2. Ocena pracy**

Podjęcie tematyki rozprawy doktorskiej dotyczącej opracowania nowych technik produkcji metalowych sond pomiarowych AFM oraz podjęte próby badań tarciovych w mikrołożyskach jest bez wątpienia wartościowe i zasługuje na uznanie ze względu na swoje znaczenie zarówno naukowe, jak i aplikacyjne. Opracowanie sond w pełni metalowych, jako alternatywy dla sond krzemowych, wpisuje się w aktualne potrzeby rozwoju mikroskopii sił atomowych w zastosowaniach wymagających zwiększonej trwałości, przewodnictwa czy sztywności

mechanicznej. Propozycja autorskiej metody wytwarzania sond, opartej na technikach litograficznych i elektroosadzaniu, po udoskonaleniu może stanowić potencjalnie skalowalną alternatywę dla rozwiązań komercyjnych.

### 3. Uwagi i pytania

Po analizie manuskryptu nasunęły się następujące spostrzeżenia i pytania, których omówienie lub doprecyzowanie pozwoli lepiej zrozumieć kontekst prowadzonych badań oraz pełniej ocenić znaczenie uzyskanych wyników:

Rozdział 2:

1. Wielokrotnie w opisie podano gęstość materiału w jednostkach  $\text{kg/m}^2$ , np.: „ $\rho = 19300 \text{ kg/m}^2$ ” – gęstość podaje się w  $\text{kg/m}^3$ .
2. W obliczeniach wstępnych przyjęto, że długość belki do ostrza  $L$  jest równa całkowitej długości belki  $L_c$ , bo nieznana jest dokładna pozycja ostrza. To uproszczenie może mieć istotny wpływ, szczególnie na moment bezwładności i częstotliwość rezonansową, zwłaszcza gdy ostrze nie znajduje się dokładnie na końcu belki. W zastosowaniach precyzyjnych to założenie może obniżać wiarygodność porównań między materiałami. Czy nie lepiej byłoby założyć uśrednioną pozycję ostrza?
3. Czy rozsądne byłoby wykorzystanie do obliczeń metody elementów skończonych?
4. Chociaż zamieszczono trafne obserwacje (np. że nikiel wypada najlepiej), nie zamieszczono zbiorczego zestawienia porównawczego materiałów, np. w formie jednej tabeli.
5. Czy można byłoby użyć innych materiałów do wytworzenia sond spełniających pierwotne założenia, np. materiałów kompozytowych?
6. Założenie, że kształt wgłębnika zostanie wiernie odwzorowany w procesie elektroosadzania, może być zbyt optymistyczne. Czy uwzględniono wpływ ewentualnych niedoskonałości w wypełnieniu formy oraz możliwych zmian geometrii końcówki sondy podczas osadzania metalu na jej właściwości pomiarowe i jakość uzyskiwanych wyników?
7. Jakie były kryteria akceptacji gotowej sondy – wizualne, pomiarowe, funkcjonalne?
8. Ile sond dokładnie wykonano i testowano? Czy wynik pomiaru oparty jest na jednej sondzie czy na serii?
9. Czy uwzględniono różnicę w promieniu końcówki sond (komercyjnej krzemowej i metalowej wytworzonej) w analizie wyników tarcia?

10. Jeśli sygnał z belki metalowej był słabszy niż z krzemowej – czy to nie wpłynęło na rozdzielczość pomiarów?

#### Rozdział 3:

11. Tabele dotyczące wytwarzanych warstw (zarówno w Koszalinie, jak i w IPPT PAN) powinny zawierać analogiczne zestawy danych, co ułatwiłoby ich porównanie, analizę i interpretację. Na przykład w tabeli 19 podano twardość i moduł Younga, podczas gdy w odpowiadającej jej tabeli 17 takie informacje już się nie pojawiają. Co prawda, wspomniano o nich pod koniec podrozdziału, jednak podano jedynie orientacyjne zakresy bez jednoznacznego przypisania ich do konkretnych warstw lub próbek.

12. Doktorant twierdzi, że duża sztywność sond „maskuje” efekt adhezji. Jednak to nie wyklucza obecności adhezji, a jedynie może ją zniekształcać.

13. Brak informacji o wilgotności i temperaturze w czasie eksperymentów. Parametry te mają istotny wpływ na tarcie w mikroskali. Czy znane są wartości tych parametrów podczas badań?

14. Doktorant wspomina o wykorzystaniu programu MATLAB do usuwania „błędnych pętli”, jednak nie podaje żadnych konkretnych kryteriów, według których dokonywana była eliminacja. W tekście zamieszczono jedynie ogólne stwierdzenie, co podlega odrzuceniu. Dla zwiększenia przejrzystości i wiarygodności analizy, warto byłoby zamieścić w pracy przykładowe przebiegi z surowymi danymi oraz wskazać, które z nich zostały uznane za błędne i dlaczego.

15. Porównania wyników badań przedstawionych w rozdziale 3 z pracami innych autorów są obecne, jednak mają głównie charakter jakościowy i ogólny. Odniesienia te dotyczą zazwyczaj badań tarcia prowadzonych przy większych rozmiarach próbek, wyższych prędkościach lub większych obciążeniach, co ogranicza możliwość bezpośredniego zestawienia wyników.

#### Rozdział 4:

16. W badaniach użyto przybliżonych wartości siły normalnej. Jak to uproszczenie mogło wpłynąć na wyniki badań?

17. Do badań wykorzystano metalowe sondy pomiarowe. Z jakiego materiału?

18. Ile kulek ze szkła sodowego brało udział w kontakcie podczas pomiaru? Jaki był zakres kąta obrotu łożysk w trakcie eksperymentu?

19. W przypadku wykresów ilustrujących momenty hamowania łożysk wspomniano o usunięciu „odstających punktów i linii”. Na podstawie jakich kryteriów lub założeń dokonano tej eliminacji?

20. Brak szczegółowych danych materiałowych czy chropowatość podłoża (czy sposób jego przygotowania) utrudnia jednoznaczną interpretację wyników tarcia i oszacowanie wpływu właściwości mechanicznych oraz adhezyjnych na uzyskane wartości współczynnika tarcia w mikroskali. Czy autor dysponuje dodatkowymi danymi lub analizami, które pozwalałyby lepiej zrozumieć wpływ materiału na przebieg i wyniki pomiaru?
21. Jak mają się badania i założenia przedstawione w rozdziale trzecim do materiałów zastosowanych w mikrołożyskach analizowanych w rozdziale czwartym?

Powyższe uwagi i pytania mają charakter informacyjny oraz dyskusyjny i nie wpływają na ogólnie **wysoką ocenę** przedstawionej do recenzji pracy doktorskiej.

Rozprawa doktorska Pana Michała Milczarka została przygotowana starannie i zgodnie ze standardami wymaganymi dla tego typu prac. Doktorant wykazał się samodzielnością i kreatywnością w rozwiązywaniu postawionych problemów badawczych.

#### **4. Podsumowanie**

Rozprawa doktorska pt. *Metalowe sondy do mikroskopii sił atomowych – technologia oraz ich zastosowanie do innowacyjnych badań tribologicznych w mikroskali*, autorstwa mgr. inż. Michała Milczarka, spełnia wymagania określone w ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (Dz. U. 2021 poz. 478 z późn. zm.). Praca ta wnosi istotny wkład w rozwój inżynierii mechanicznej.

W związku z powyższym **wnoszę o dopuszczenie rozprawy do publicznej obrony** jako podstawy do ubiegania się przez autora o **nadanie stopnia naukowego doktora nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria mechaniczna**.

