

Newcastle, 2 lipca 2025

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

**Recenzja rozprawy doktorskiej dla Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria
Mechaniczna na podstawie uchwały Rady Naukowej Instytutu Podstawowych
Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk z dnia 27 marca 2025.**

Tytuł rozprawy:

**Metalowe sondy do mikroskopii sił atomowych - technologia oraz ich zastosowanie
do innowacyjnych badań tribologicznych w mikroskali**

Autor rozprawy:

mgr inż. Michał Milczarek

Promotor:

dr hab. inż. Dariusz Jarzabek, Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

Promotor pomocniczy:

dr inż. Marcin Michałowski, Wydział Mechatroniki Politechniki Warszawskiej

podstawą recenzji jest uchwała Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk z dnia 27 marca 2025 oraz pismo Przewodniczącego Rady Naukowej z dnia 28 marca 2025 w tej sprawie.

Mikroskopia sił atomowych (AFM) jest jedną z dynamicznie rozwijających się technik pomiarowych, pozwalających diagnozować właściwości struktur oraz powierzchni w mikro- i nanoskali. W tym kontekście prowadzenie badań umożliwiających poszerzenie możliwości diagnostyczne technik mikroskopii sondy skanującej jest niezwykle użyteczne i pożądane, ponieważ zwiększa potencjał ich zastosowań i otwiera przed naukowcami nowe możliwości badawcze. W tymże świetle, przedłożoną do recenzji rozprawę doktorską mgr inż. Michała Milczarka należy ocenić jako cenną inicjatywę. Zrealizowane w ramach przewodu doktorskiego eksperymenty pozwoliły na pokonanie

szeregu ograniczeń i poszerzyły możliwości diagnostyczne mikroskopii sił oddziaływać w zakresie wyższych niż do tej pory sił normalnych oraz poprzecznych, co jak w niniejszej rozprawie zademonstrowano, może znaleźć zastosowanie w badaniach tribologicznych.

Wyniki prac badawczych zrealizowanych w ramach przewodu doktorskiego, jak również w ramach zbieżnych z nim eksperymentów, mgr inż. Michał Milczarek opublikował w pracach z listy JCR. Miał również liczący się wkład w realizację projektu realizowanego w rodzimym zespole doktoranta.

Należy również wskazać, iż część wykonanych badań zrealizowana była w ramach projektu TANGO III 425497/NCBR/2019 – „Wytwarzanie metalowych sond o zróżnicowanym kształcie ostrza do zastosowania w mikroskopach sił atomowych” – finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, oraz TANGO-IV-B/0002/2019 – „Wytwarzanie sond pomiarowych o zróżnicowanym kształcie ostrza oraz niespotykanych właściwościach mechanicznych i trybologicznych do zastosowania w mikroskopach sił atomowych.” – finansowany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju. Ponadto praktyczne wyniki zrealizowanych eksperymentów znalazły swoje zastosowanie w przeprowadzeniu badań na rzecz projektu UWIPOM2 ULTRA-EFFICIENT WIRELESS POWERED MICRO-ROBOTIC JOINT FOR HEALTH APPLICATIONS, numer 857654 – finansowanego przez Unię Europejską w ramach programu Horyzont 2020.

Rozdział pierwszy rozprawy poświęcony jest omówieniu podjętego problemu badawczego, dokonaniu pobieżnego przeglądu podstaw konstrukcji mikroskopów sił atomowych oraz podstawowych technik pomiarowych w nich wykorzystywanych i wreszcie przeglądowi literaturowemu poświęconemu wytwarzaniu sond pomiarowych o wysokiej sztywności na potrzeby pomiarów nanotribologicznych, znajdujących swoje zastosowanie w mikroskopach sił atomowych.

W podrozdziale 1.4 mgr inż. Michał Milczarek stawia tezę pracy: „Metalowe sondy do mikroskopów sił atomowych pozwolą na uzyskanie sztywności w zakresie od 2 N/m do 1000 N/m i w konsekwencji na pomiary tribologiczne z obciążeniem od 10 μ N do 1 mN, a także pomiar siły bocznej od 10 μ N do 1 mN”.

W rozdziale drugim Autor opisuje podejmowane prace eksperymentalne w zakresie procesów wytwarzania metalowych sond pomiarowych, oraz prezentuje zastosowane metody optymalizacji. Prace laboratoryjne poprzedzone są analizami teoretycznymi. W pracach laboratoryjnych mgr inż. Michał Milczarek skoncentrował swoją uwagę na: złocie, srebrze i niklu. Rozdział zamykają wyniki testów tych sond w obszarze podstawowych pomiarów topografii powierzchni z wykorzystaniem mikroskopu sił atomowych.

Rozdział trzeci poświęcony jest zagadnieniom praktycznego wykorzystania wytworzonych sond, a w szczególności, pomiarom tarcia materiałów. W opisanych w tej części rozprawy pracach badawczych do belek skanujących przyklejano sfery o średnicy

50 μ m wykonane z cyrkonii, tytanu, tytanianu baru, szkła borowo krzemowego oraz szkła sodowego. Próby przeprowadzono na specjalnie przygotowanych powierzchniach, gdzie naniesiono: węgiel tytanu (TiC), borek wolframu (WB), borek wolframu tytanu (TiWB) oraz węgiel cyrkonu (ZrC).

W rozdziale czwartym opisano metodologię badawczą oraz wyniki pomiarów oporów ruchu w dwóch wersjach miniaturowego łożyska kulkowego.

Rozdział piąty zawiera podsumowanie.

Treść rozprawy została wzbogacona o 61 rysunków i 22 tabele. W rozprawie mgr inż. Michał Milczarek przywołuje 109 pozycji literaturowych, włączając w to jedną publikację z Jego współautorstwem oraz odnośniki do stron internetowych. 38 prac naukowych z przywołanej literatury było opublikowane po 2014 roku.

Celem wskazanym w rozprawie doktorskiej mgr inż. Michała Milczarka było opracowanie technik wytwarzania metalowych sond pomiarowych, mogących mieć zastosowanie mikroskopii sił atomowych. W szczególności wskazany jest obszar diagnostyki powierzchni w zakresie pomiaru sił normalnych w przedziale niedostępnym dla sond krzemowych czy azotkowych, czyli w przedziale sił μ N, co jest powiązane z użyciem sond pomiarowych o odpowiednio dużej stałej sprężystości belki pomiarowej, sięgającej wartości rzędu setek newtonów na metr (zakładany górny poziom to 1000 N/m). Ustawiając sobie również za wymóg możliwość uzyskania względnie niskich kosztów wytworzenia pojedynczej sondy, autor podjął się wysiłku opracowania rozwiązań kompatybilnych z typowymi mikroskopami sił atomowych wyposażonymi w optyczne systemy detekcji wychylenia sondy pomiarowej. W tym celu mgr inż. Michał Milczarek podjął się analizy rozwiązań kompatybilnych z technologiami materiałów półprzewodnikowych, potencjalnie dających możliwości wytworzenia sond o założonych parametrach. W tym obszarze, co oczywiste, znalazły się techniki wytwarzania struktur mikroelektronicznych, czyli fotolitografia oraz trawienie. Kluczową metodą okazało się jednak elektroosadzanie chemiczne.

Autor przeprowadził szereg prób, wskutek czego uzyskał doprowadził do uzyskania akceptowalnego poziomu powtarzalności wytwarzania, przy jednoczesnym oczekiwanym reżimie wymiarów wytwarzanych mikrostruktur, a tym samym również otworzył sobie drogę do realizacji eksperymentów dotychczas niedostępnych ze względu na brak odpowiednich narzędzi. Zgodnie z przedstawioną we wstępie rozprawy deklaracją, mgr inż. Michał Milczarek uzyskał poszerzenie zakresu pomiarowego sił normalnych mikroskopu sił atomowych, jak również poszerzenia potencjału pomiarowego zakresie sił poprzecznych pozwalających w szczególności mierzyć siły tarcia, czego zastosowanie również w rozprawie zademonstrował.

Jako dwa najważniejsze osiągnięcia mgr inż. Michała Milczarka należą zatem wymienić:

- opracowanie metod wytwarzania metalowych (złotych, srebrnych, niklowych) sond pomiarowych, które mogą być stosowane w popularnych mikroskopach sił atomowych z optyczną detekcją wychylenia belki (OBD), pozwalających przeprowadzać eksperymenty w zakresie znacznie większych sił nacisku niż jest to możliwe w przypadku standardowych krzemowych oraz azotkowych sond skanujących,

- zademonstrowanie praktycznego wykorzystania opracowanych sond metalowych w badaniach tribologicznych oraz mechanicznych.

Osiągnięcia mgr inż. Michała Milczarka pozwoliły na poszerzenie możliwości pomiarowych technik mikroskopii sił atomowych, stanowiąc pewien krok w rozwoju dyscypliny.

Podczas redagowania rozprawy uwadze Autora umknęły pewne kwestie, na które należy zwrócić uwagę:

W przeglądzie literatury i omówieniu dostępnych rozwiązań technicznych sond o dużej sztywności autor pominął sondy wykonane na bazie szafiru w których można uzyskać sztywność w zakresie od 100 do 10000 N/m (<http://www.woomyoung.co.kr/>).

W omówieniu stosowanych metod pobudzenia sondy do drgań w trybie dynamicznym, nawet ograniczając się do rozwiązań komercyjnych, pominięty został sposób pobudzania przy użyciu przemiennego pola magnetycznego, dostępnego pod nazwą MacMode, a oferowanego przez firmę Keysight.

We wstępie autor dokonuje omówienia podstawowych technik pomiarowych mikroskopii sił atomowych wyszczególniając tryb kontaktowy, bezkontaktowy oraz z kontaktem przerywanym. Pewną niekonsekwencją jest to, że jedynie w przypadku trybu z kontaktem przerywanym podana jedna z popularnie stosowanych nazw angielskich, czyli „TappingMode”. Pominięte natomiast zostały „Semicontact mode” czy też „Intermittent contact mode”, a w przypadku mikroskopii kontaktowej „Contact mode” oraz w przypadku mikroskopii bezkontaktowej „Non-contact mode”.

Należy w tym miejscu zwrócić szczególną uwagę na sposób zapisywania nazw, które są chronione prawnie. Ma to znaczenie zarówno w przypadku trybu „TappingMode” jak i „PeakForce Tapping”. Aktualnie obie te nazwy, jako znaki towarowe, należą do firmy Bruker.

Przy omawianiu technik pomiarowych pozwalających obrazować właściwości elektryczne powierzchni należało konsekwentnie wymienić mikroskopię sondy przewodzącej (C-AFM), mikroskopię rozproszonej rezystancji (SSRM), mikroskopię piezoodpowiedzi (PFM), mikroskopię pojemnościową (SCAFM) oraz mikroskopię sił elektrostatycznych (EFM).

Analogicznie, dla konsekwencji warto byłoby podać nazwę mikroskopii sił magnetycznych (MFM).

Na stronach 17, 30 oraz 35 Autor używa szeregu frazy wskazujących na właściwości sondy, która „przewodziła energię elektryczną”. Dla czytelności i precyzji użytych określeń, należałoby stosować raczej w takich sytuacjach mówić o przewodnictwie prądu. Energia (w tym kontekście elektryczna), zgodnie z definicją, jako przesłana/ odebrana w funkcji czasu moc, której parametrami są prąd i napięcie (DC), oczywiście pojawia się również w związkach frazeologicznych dotyczących zagadnień energetycznych, gdzie mówi się o przesyłaniu energii elektrycznej, jednak wymowa i kontekst takich zwrotów jest inna.

W rozdziale 3.4 Autor stwierdza co następuje: *„Pętla tarcia składa się z dwóch „linii” (realnie są to dwa zestawy punktów, jednak założyć należy ciągłość między nimi), jednej przy pomiarze „tam” i drugiej przy pomiarze „powrót”, oraz dodatkowo obszarów łączących te linie ze sobą. Wynika to ze stałej wartości siły tarcia przy jednostajnym ruchu sondy. Przy czym ruch w jedną stronę daje wartość dodatnią, a ruch w drugą stronę wartość ujemną. Co do zasady wartości te powinny być takie same, a jedynie z innym znakiem, ponieważ wartość siły tarcia nie zależy od kierunku ruchu i zmienia się tylko kierunek skręcenia belki.”* Jako wyjątek od tej zasady wymienione jest nieprawidłowe osadzenie sondy skanującej w uchwycie. Autor bierze pod uwagę możliwość zaistnienia także różnych przyczyn powstania tego typu odstępstwa, nie wspomina jednak o dużo bardziej prawdopodobnej i notorycznie występującej sytuacji, gdy plamka promieniowania laserowego nie jest ustawiona idealnie na środku fotodiody czterosekcyjnej lub też, gdy płaszczyzna powierzchni próbki jest nachylona względem płaszczyzny skanowania, co jest przyczyną powstawania stałej siły bocznej powodującej skręcenie sondy pomiarowej. W takich sytuacjach tę wartość należy skompensować. Efekt istnienia pewnego niezerowego napięcia równowagi widać na rysunkach 49. i 50.

Lektura niniejszej rozprawy może wywołać u czytelnika niedosyt wiedzy i sprowokować do wyartykułowania szeregu pytań. Najważniejsze, co do których o odpowiedź Autora poproszę, wymienione są poniżej.

W zaprezentowanych w rozdziale drugim parametrach elektroosadzania podano gęstość prądu, która jak można domniemywać wyznaczona jest dla całkowitego pola powierzchni podłoża wykorzystanych w procesie. Natomiast ze względu na specyfikę technologii, biorąc pod uwagę zastosowane maskowanie wybranych obszarów, dużo istotniejsze jest podanie gęstości prądu dla faktycznie aktywnej powierzchni podłoża. Bardzo proszę o odniesienie się do tej kwestii.

Opisując szereg prób podczas optymalizacji procesu wytwarzania metalowych Autor stwierdził, iż wielokrotnie przerywał proces widząc brak szans na uzyskanie założonego rezultatu. Każda osoba, która pracowała w obszarze optymalizacji technologii, zdaje sobie sprawę, iż prace tego typu są wyjątkowo żmudne i niewdzięczne oraz wymagają olbrzymiej cierpliwości. W związku z tym bardzo proszę o oszacowanie, ile nieudanych sond zostało wytworzonych zanim osiągnięto etap, w którym Autor uznał, iż

osiągnął wystarczający poziom dojrzałości technologicznej i rozpoczął testy wytwarzanych sond. Ile przeprowadzono prób poszczególnych procesów? Ta informacja jest pewnego rodzaju wyznacznikiem wysiłku włożonego w realizację niniejszej pracy. Mniemam, że takiego podsumowania mgr inż. Michał Milczarek nie zamieścił przez skromność.

Na stronie 72. Autor zamieścił wzmiankę o zbudowaniu urządzenia o roboczej nazwie „wciskacz”. Nie został tu jednak zdefiniowany wkład Autora w projekt, budowę i testy tego urządzenia. Bardzo proszę o rozwinięcie tej kwestii. Jeśli ten wkład nie był symboliczny, to warto byłoby przedstawić więcej informacji na temat urządzenia.

Na stronie 74. znajdujemy następujące stwierdzenie dotyczące wyznaczania właściwości mechanicznych sondy pomiarowej: *„Częstotliwość rezonansowa jest znana dokładnie. Moduł Younga i gęstość materiału są znane. Możemy zmierzyć jedynie grubość albo jedynie długość belki, a drugi wymiar pozostaje nieznanym i konieczne jest jego wyznaczenie matematyczne na podstawie częstotliwości rezonansowej.”* Z powyższych zdań wynika, że w danym momencie, w ramach konkretnej procedury badawczej, jesteśmy w stanie pozyskać informacje tylko o jednym wymiarze geometrycznym belki skanującej, a pozostałe z pewnych względów nie będą mogły zostać ujawnione. Jak rozumiem, mamy tutaj do czynienia z pewną niezręcznością językową?

W podrozdziale 2.7 mgr inż. Michał Milczarek pisze w następujący sposób: *„W toku prowadzonych badań otrzymano wiele udanych, jak i nieudanych sond pomiarowych.”*. Stojący za tym stwierdzeniem dość duże uogólnienie prowokuje mnie do zadania pytania o uzysk. Innymi słowy, ile sond z finalnie dopracowanego procesu wytwarzania było przydatnych do badań a ile z nich nie nadawało się do wykorzystania? Jak wygląda ten parametr na dzień dzisiejszy?

W rozdziale 2.7.1 Autor demonstruje praktyczne wykorzystanie wytworzonych sond w procesie skanowania powierzchni przy użyciu mikroskopu sił atomowych. Skanowane powierzchnie są próbkami testowymi które doskonale nadają się do oceny jakości ostrzy skanujących. Niestety Autor nie zadał sobie trudu, aby wykorzystać potencjał narzędzia jakim jest wykorzystany do opracowania wyników pomiarowych w niniejszej rozprawie program Gwyddion. Program ten pozwala na dokonanie rekonstrukcji kształtu ostrza na podstawie obrazu topografii. Takie działanie pozwoliłoby na dokładne dokonanie oceny zarówno promienia krzywizny jak i stożka rozwarcia ostrza skanującego. Co więcej, to narzędzie dałoby również możliwość oceny stopnia zużycia ostrza, które niewątpliwie następowałoby wskutek długotrwałej eksploatacji sondy, zwłaszcza wykonanych z tak miękkich metali jakie wykorzystano w opisanych pracach badawczych.

Na ile zdaniem Autora, w wyznaczaniu właściwości mechanicznych sond przydatne są podane w rozdziale 2. zależności wiążące wymiary geometryczne i częstotliwość rezonansową oraz stałą sprężystości belki, biorąc pod uwagę, że w wyniku procesu elektroosadzania, zgodnie z zaprezentowanymi w rozdziale 2. zdjęciami

ukazującymi efekty wytwarzania sond, należy liczyć się ze znacznymi niejednorodnościami zarówno wymiarów jak i kompozycji materiałowej oraz strukturalnej?

Na rysunku 44. (strona 88.) zaprezentowano zdjęcie sondy pomiarowej wykonanej z niklu z jej charakterystykami częstotliwościowymi. Odpowiedzi widmowe sondy, jak słusznie stwierdza Autor, pozostawiają wiele do życzenia ze względu na powstałe przetrawienia. W sposób oczywisty należy w tym przypadku oczekiwać dużej niespójności między teoretycznymi obliczeniami częstotliwości rezonansowej a faktycznie uzyskanym rezultatem. Jest to dość jaskrawy przykład problemu technologicznego przekładającego się na aspekty aplikacyjne sondy, które może mniej wyraziście, ale mogą być obecne w innych sondach. W tej sytuacji nasuwa się pytanie: dlaczego Autor nie podjął próby badań sond z wykorzystaniem wibrometru laserowego, który pozwoliłby na precyzyjną obserwację poszczególnych modów oscylacji belek skanujących, a tym samym dużo bardziej wiarygodną i miarodajną podstawę obliczeń teoretycznych? W takiej konfrontacji mogłaby się ujawnić nieadekwatność zastosowanych w niniejszej rozprawie względnie prostych modeli do faktycznych efektów wytwarzania. Wyniki takich badań byłyby bardzo ważnym elementem w analizie zarówno praktycznej oceny użyteczności mniejszych sond w pomiarach mikroskopowych (zwłaszcza w dynamicznych trybach pomiarowych) jak i w rozważaniach teoretycznych, a także przy optymalizacji procesów wytwarzania.

Proszę o wskazanie praktycznego celu umieszczenia tabeli 21. zawierającej wyniki wyznaczenia parametru czułości układu optycznego detekcji wychylenia sondy. W treści rozprawy Autor wskazuje, że dane te mają charakter doraźny (ulegają zmianie) i ich rola sprowadza się do wykorzystania w łańcuchu przetwarzania informacji w procesie pomiarowym wiąże napięcie zarejestrowane w optycznym układzie pomiaru wychylenia sondy, fizyczne przemieszczenie belki skanującej i siły wytworzonej na ostrzu pomiarowym.

Analizując kwestie chropowatości w korelacji z uzyskanymi innymi wynikami właściwości wytwarzanych sąd autor operuje jedynie parametrem R_a (S_a), czyli chropowatości średniej. Ponieważ w literaturze przedmiotu bardzo często operuje się również innymi parametrami chropowatości, chociażby bardzo popularnym parametrem R_s , (R_{RMS} , S_q), czyli wartością średniokwadratową, bardzo proszę o komentarz Autora kwestii miarodajności wykorzystanego parametru R_a , biorąc pod uwagę że każdy z tych parametrów wykazuje wrażliwość na różnego rodzaju niepożądane atrybuty dwuwymiarowych macierzy danych będących wynikami pomiarów topografii przez AFM (choćby takich jak nachylenie powierzchni, czy przesunięcie w osi wertykalnej).

Na stronie 75. przywołane jest wykorzystanie nanotwardościomierza firmy Alemnis. Nie zostały jednak podane parametry metrologiczne tego urządzenia, w szczególności nie została podana jego niepewność pomiarowa. Ponieważ w metodologii wyznaczenia stałej sprężystości badanej belki wskazano, iż pomiar wykonano 6 razy, rodzi

się pytanie czy podana w tabeli 12 wartość sztywności wyznaczona przy użyciu tego przyrządu uwzględnia niepewność wynikającą z odchylenia standardowego serii wyników pomiarowych, czy może też zawiera niepewność podstawową przyrządu pomiarowego? Innymi słowy, i to pytanie można rozszerzyć również na pozostałe wyniki pomiarowe zaprezentowane w niniejszej pracy, (z wyłączeniem wykresów 51-53) podawana niepewność pomiarowa jest tak zwaną standardową niepewnością pomiarową czy jedynie niepewnością typu A? Zagadnienie jest tu o tyle ważne, że dokonywane są porównania wartości wyznaczonej przy użyciu różnych metod i narzędzi. Każde z nich wnosi swój własny, specyficzny przedział niepewności.

Na stronie 79. Autor omawia zastosowanie dwóch kalibratorów siły poprzecznej wykorzystanych do wyznaczenia parametrów wytworzonych sond pomiarowych. W treści tej części rozprawy podane są zakresy pomiarowe oraz rozdzielczości tych przyrządów. Nie podano jednak niepewności pomiarowych tych urządzeń oraz nie wskazano czy w ich przypadku jest zachowana spójność pomiarowa w odniesieniu do krajowych wzorców jednostek. Analogicznie do powyższej uwagi, jest to o tyle istotne, iż dokonując porównań z wynikami pomiarów uzyskanymi innymi metodami, trudno jest dokonywać korelacji bez znajomości niepewności pomiarowej.

Również w rozdziale 3.4 skorelowane są wyniki tarcia z parametrami chropowatości powierzchni. Czy chropowatość powierzchni była badana w kilku miejscach, aby upewnić się jaka jest jednorodność morfologiczna badanych próbek? O ile wyniki tarcia zawierają słupki odchylenia standardowego wyznaczonego na podstawie serii pomiarowej, o tyle parametry chropowatości są przedstawione jako pojedyncze wartości, co może skutkować błędną interpretacją wyników.

Na stronie 95. Autor stwierdza: „*Następnie w oprogramowaniu Gwyddion wyznaczono parametr R_a , wykorzystując domyślne parametry (brak wygładzania).*” Jak należy rozumieć wyrażenie „*brak wygładzania*” w kontekście dostępności szerokiego spektrum narzędzi pozwalających korygować defekty zarejestrowanych danych pomiarowych w mikroskopii sił atomowych? Czy Autor miał na myśli jakiegokolwiek operacje na danych pomiarowych, czy konkretne działanie (korekcja nachylenia próbki, usuwanie niestabilności wzdłuż wolnej osi skanowania, uśrednianie itp.)?

W rozdziale czwartym mgr inż. Michał Milczarek demonstruje wykorzystanie wytworzonych sond w badaniach miniaturowych łożysk. Na rysunku 56. przedstawiony jest układ pomiarowy. W opisie autor twierdzi co następuje: „*Jako zakończenie sondy wybrano kulkę, ponieważ dzięki temu styk z belką łożyska zawsze będzie występował w tym samym punkcie.*”. Z tym stwierdzeniem trudno się zgodzić, ponieważ jak łatwo zauważyć, zmiana położenia tak zwanego wąsa spowoduje przesunięcie punktu kontaktu po obwodzie kulki w płaszczyźnie ruchu obrotowego łożyska. Co więcej, ze względu na przesunięcie osi obrotu kulki względem jej centrum na podłużną oś belki skanującej, również w osi obrotu kulki przedstawionej na rysunku 56c, punkt kontaktu, wprawdzie

nieznacznie, ale również będzie ulegał zmianie. Warto też podkreślić, że jak Autor sam zauważył, w trakcie eksperymentów dochodziło do zmiany kąta nachylenia wąsa co też mogło skutkować przesuwaniem się punktu kontaktu z kulką. Czy w takiej sytuacji należałoby wziąć pod uwagę wpływ tarcia na kulce pomiarowej na wynik pomiaru? Jaki zdaniem Autora byłby on zaniedbywalny?

Czy widoczne na rysunku 59b wyraźne oscylacje sygnału, nazwane przez Autora drganiami zarejestrowanych wartości zostały skorelowane z obrotami wału? Czy oscylacje te nie odpowiadają cyklicznym zmianom tarcia w łożysku podczas jego pracy?

W rozdziale czwartym wyniki pomiarów w wielu przypadkach bazują na przybliżeniach i zaokrąglenia wartości wykorzystanych do obliczeń. Na stronie 114 znajdujemy następującą treść: „*Na podstawie widoku z kamery wbudowanej w AFM można określić, że kulka pomiarowa dotyka belki łożyska w odległości 200-400 μ m od jej końca. Uśredniając – łożysko hamowane jest na ramieniu 1,2 mm*”. W takiej sytuacji konieczne byłoby wyznaczenie niepewności tych wyników, co może mieć bardzo duże znaczenie przy ich interpretacji.

Czy zdaniem autora możliwe byłoby przeprowadzenie wspomnianego powyżej pomiaru w konfiguracji, gdzie poprzez zamocowanie głowicy pomiarowej w nietypowym położeniu, bo obróconej o 90° w stosunku do typowej typowego położenia pracy, dokonać pomiaru tarcia na łożysku w osi siły normalnej dla sondy pomiarowej? Czy nie łatwiej byłoby dokonać analizy i interpretacji wyników pomiarowych w kontekście zdiagnozowanej i przedstawionej na rysunku 62. złożoności diagnostycznej?

Uwagi redakcyjne

W przedłożonej do recenzji rozprawie mgr inż. Michał Milczarek nie ustrzegł się od zaskakująco dużej liczby błędów językowych i edytorskich. Niektóre przykłady przytaczam z obowiązku recenzenta:

„*Jako, ze nanoindentacja wymaga dużej precyzji [...]*” – s. 51. – błąd interpunkcyjny i literowy

„*Pozycjonowania nie było powtarzalne.*” – s. 70. – błąd literowy

„*[...] pierwszy naświetlany wzór pozycjonuję się względem odcisków.*” – s. 73. - błąd literowy

„*[...] można rozszerzyć między innym [...]*” – s. 123. - błąd literowy

„*Jeżeli tak się działo to górna bieżnia ciągle zmieniała swoje położenie względem separatora i dolnej bieżni.*” – s. 119. – błąd interpunkcyjny

Czytelnik może natknąć się również na brak konsekwencji w zapisywaniu przedrostka w określeniu supertwardy.

„*super-twardych*” (w streszczeniu oraz na stronie 92.)

„*super twardych*” (na stronie 92., 93., 122.)

„*supertwardych*” (na stronie 96., 103., 104., 105. i odpowiednio w spisie treści oraz spisie tabel)

Pojawiły się także inne przypadki błędnego zapisu przymiotników z przedrostkami:

„*super sztywnych*” (str. 40., 41., 43.)

„*nie-osiowości*” (str. 119)

Wielokrotnie w pracy pojawiają się frazy, które z gramatycznego punktu widzenia nie są zdaniami. Czytający może odnieść wrażenie, że zapoznaje się z transkrypcją, a nie rozprawą naukową.

„*Najczęściej poprzez trawienie skupioną wiązką jonów lub osadzanie wiązką jonów lub elektronów.*” – s. 18.

„*Różne rodzaje trawienia, osadzania, domieszkowania, klejenia.*” – s. 19.

„*Często dostosowanych do jednego konkretnego projektu, badania, próbki.*” – s. 25.

„*Drugim jest wykorzystanie sztywnych sond jako bazy do ich modyfikacji. Na przykład poprzez przyklejenie kulek, co jeszcze bardziej zwiększa możliwości pomiarów tribologicznych.*” – s. 26.

„*Czyli na podłożu krzemowym wytrawia się wgłębienia, które pełnią rolę form na ostrza pomiarowe.*” – s. 29.

„*Czasem samoistnie już w trakcie usuwania materiału podłoża. Często w trakcie odrywania sondy od ramki.*” – s. 65.

„*Mając na uwadze kilka założeń.*” – s. 74.

„*Na przykład z kulką przyklejoną do belki jako ostrze pomiarowe.*” – s. 77.

„*Jak i interesujące przykłady niepowiązane bezpośrednio z opisanymi wcześniej problemami.*” – str. 80.

„*Prędkość ruchu kulek 20 $\mu\text{m/s}$.*” – s. 92.

„*Dzięki temu miały zróżnicowaną mikrostrukturę.*” – s. 93.

Niejednokrotnie również można napotkać skróty myślowe i kolokwializmy

„*Laser nieprzerwanie padający na belkę [...]*” – s. 14.

„*[...] ich parametry są konkretnie zmierzone*” – s. 18.

„*Podczas umieszczania sondy w uchwycie struktury te dopasowują się do siebie*” (w kontekście krzemowej struktury pozycjonującej w sondzie pomiarowej oraz uchwytu do sond) – s.19.

„*Zostają ze sobą trwale zespawane.*” (w kontekście procesu bondingu anodowego) – s. 23.

„*Surowe dane*” - s. 114., 116.

„*Nastawa mówi mikroskopowi jak bardzo ma być ugięta sonda w czasie pomiaru*” – s. 78.

„*Dopracowany proces wytwarzania sond*” – s. 80.

Ponadto znaleźć można następujące usterki:

„*FEBID (z ang. Focused Electron Beam Induced Deposition) oraz FIBID (z ang. Focused Electron Beam Induced Deposition)*” – s. 25. – gdzie miało miejsce błędne opisanie jednego z akronimów wynikające prawdopodobnie z zastosowania techniki kopiuj/wklej

„200 mJ/cm²” – str. 49 – usterka w formatowaniu tekstu

Rysunki 39., 40. oraz 41. na stronach 83. i 84. zawierają wykresy charakterystyk częstotliwościowych wykonanych sond. Na wykresach tych nie zamieszczono opisów osi ani jednostek.

Rysunek 10a (s. 46.) zatytułowano stosując pewien skrót myślowy: „Chropowatość miedzianego podłoża.” A dopiero w dalszej części opisano, że widoczne są tam mapa topografii oraz profil powierzchni. Należy też podkreślić, że w przypadku zaprezentowanej topografii miedzianego podłoża, pomimo zastosowanej nietypowej rozdzielczości 250 x 50 punktów przy polu skanowania 25 x 25 mikrometrów mapa byłaby dużo bardziej czytelna, gdyby była zaprezentowana na planie kwadratu.

Podsumowanie

Pomimo dość długiej listy uwag i usterek, należy docenić wartość prac badawczych mgr inż. Michała Milczarka, które mają szansę odbić się zauważalnym echem w środowisku naukowym i być podstawą do realizacji szeregu wartościowych prac badawczych.

Przedstawiona do recenzji rozprawa magistra inżyniera Michała Mielczarka spełnia wymagania formalne i zwyczajowe stawiane rozprawom doktorskim (art. 186 i 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, Dz. U. 2018 r. poz. 1668 z późn.zm.). Wobec powyższego wnioskuję o dopuszczenie doktoranta do publicznej obrony.

dr hab. inż. Andrzej Sikora, prof. uczelni

Politechnika Wrocławska