

# AUTOREFERAT

Załącznik do wniosku o przeprowadzenie postępowania habilitacyjnego  
w dziedzinie **nauk inżyneryjno-technicznych** w dyscyplinie **inżynieria materiałowa**

dr Joanna Korzekwa

Katowice, maj 2024

## Spis treści

|  |    |
|--|----|
| 1. Imię i nazwisko.....  | 3  |
| 2. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe lub artystyczne – z podaniem podmiotu nadającego stopień, roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej.....   | 3  |
| 3. Informacja o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych lub artystycznych.   | 3  |
| 4. Omówienie osiągnięć, o których mowa w art. 219 ust. 1 pkt. 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2021 r. poz. 478 z późn. zm.).....                     | 3  |
| 4.1. Tytuł osiągnięcia naukowego.....  | 4  |
| 4.2. Wykaz prac naukowych dokumentujących osiągnięcia naukowe, stanowiące podstawę ubiegania się o stopień doktora habilitowanego .....  | 4  |
| 4.3. Komentarz autorski do przedstawianego wykazu prac naukowych dokumentujących osiągnięcia naukowe .....   | 7  |
| 5. Informacja o wykazywaniu się istotną aktywnością naukową albo artystyczną realizowaną w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej. .... | 41 |
| 6. Informacja o osiągnięciach dydaktycznych, organizacyjnych oraz popularyzujących naukę lub sztukę. ....  | 42 |
| 6.1. Osiągnięcia dydaktyczne.....  | 42 |
| 6.2. Osiągnięcia organizacyjne .....   | 43 |
| 6.3. Osiągnięcia popularyzujące naukę lub sztukę.....  | 43 |
| 7. Informacje, ważne z mojego punktu widzenia, dotyczące mojej kariery zawodowej. ....   | 44 |

## 1. Imię i nazwisko.

**Joanna Janina Korzekwa****Nazwisko panieńskie: Skrzypek**

## 2. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe lub artystyczne – z podaniem podmiotu nadającego stopień, roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej.

**2007** Stopień naukowy doktora nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa

---

Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach

Temat rozprawy: *Wpływ stechiometrii i warunków technologicznych na przejścia fazowe między stanem ferro- i antyferroelektrycznym w ceramice PLZT x/90/10*

Promotor: dr hab. Ryszard Skulski (Uniwersytet Śląski w Katowicach)

**2003** Tytuł magistra na kierunku Wychowanie Techniczne, w zakresie techniki i informatyki

---

Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Techniki

Temat pracy: Wpływu lantanu na dielektryczne właściwości ceramiki PLZT

Promotor: prof. dr hab. Zygmunt Surowiak (Uniwersytet Śląski w Katowicach)

## 3. Informacja o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych lub artystycznych.

**2008 – do** Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Informatyki i Nauki  
**nadal** o Materiałach/Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych,  
stanowisko: adiunkt

---

**2003 - 2008** Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Informatyki i Nauki  
o Materiałach, stanowisko: asystent

---

4. Omówienie osiągnięć, o których mowa w art. 219 ust. 1 pkt. 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2021 r. poz. 478 z późn. zm.).

Osiągnięciem naukowym, które stanowi podstawę wszczęcia postępowania habilitacyjnego, stanowiącym znaczący wkład w rozwój dyscypliny **Inżynieria Materiałowa**, według art. 16. Ust. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2003 nr 65 poz. 595) jest **cykl 13 publikacji powiązanych tematycznie**, na których składa się **monografia** oraz **12 artykułów naukowych** opublikowanych w czasopismach znajdujących się w wykazie czasopism Ministra Edukacji i Nauki.

#### 4.1. Tytuł osiągnięcia naukowego

### **Modyfikacje dwusiarczkiem wolframu powłok tlenkowych Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wytwarzanych na stopach aluminium**

- 4.2. Wykaz prac naukowych dokumentujących osiągnięcia naukowe, stanowiące podstawę ubiegania się o stopień doktora habilitowanego

#### **Monografia**

**H1** **Joanna Korzekwa**: *Modyfikacje dwusiarczkiem wolframu powłok tlenkowych Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wytwarzanych na stopach aluminium*. Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice 2024, <https://doi.org/10.31261/PN.4203>

Recenzenci:

prof. dr hab. inż. Agnieszka Kopia, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie

prof. dr hab. inż. Łukasz Kaczmarek, Politechnika Łódzka

**80 pkt MNiSW**

|           | <b>Publikacje</b>   | <b>IF<sup>1</sup></b> | <b>Punkty MNiSW<sup>2</sup></b> |
|-----------|---|-----------------------|---------------------------------|
| <b>H2</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , W. Skoneczny, Właściwości tribologiczne warstwy Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> modyfikowanej dwusiarczkiem wolframu we współpracy tribologicznej z tworzywem PEEK/BG, Tribologia nr 4/2009, 79-88<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) przygotowanie materiału badań, (3) przeprowadzenie badań tribologicznych, (4) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie</i> |                       | (70)                            |

|           |   |       |    |
|-----------|---|-------|----|
|           | <i>odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i>  |       |    |
| <b>H3</b> | <b>J. Korzekwa *</b> , W. Skoneczny, L. Wojnar, Wpływ parametrów elektroosadzania na zmiany nanostruktury warstw Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /WS <sub>2</sub> o przeznaczeniu tribologicznym, Czasopismo Techniczne, Wydawnictwo Politechniki Krakowskiej, 5-M/2011, zeszyt 15. rok wydania 2011, str. 11-19<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) przygotowanie materiału badań, (2) opracowanie modelu mechanizmu tworzenia warstwy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/WS<sub>2</sub>, (3) współudział w badaniach mikroskopowych SEM (4) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) współudział w opracowaniu dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu i jego finalnej edycji.</i> | 5     |    |
| <b>H4</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , W. Skoneczny, Wpływ temperatury i prądu anodowania na zmiany właściwości tribologicznych pary ślizgowej Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /WS <sub>2</sub> – PEEK/BG, Tribologia 3, (2010), 115-124<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) przygotowanie materiału badań, (3) przeprowadzenie badań tribologicznych, (4) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i>  | 9     |    |
| <b>H5</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , Charakterystyki tribologiczne pary ślizgowej: warstwa Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /WS <sub>2</sub> –tworzywo sztuczne PEEK/BG: Tribologia V43, nr 6, (246), 2012, str. 51-59<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) przygotowanie materiału badań, (3) przeprowadzenie badań tribologicznych, (4) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i udział w finalnej edycji manuskryptu.</i>  | 7     |    |
| <b>H6</b> | <b>J. Korzekwa *</b> , R. Tenne, W. Skoneczny, G. Dercz, Two-steps method for preparation of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /IF-WS <sub>2</sub> nanoparticles composite coating, Phys. Status Solidi A, 210 (11), 2292-2297, 2013<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek, (2) przygotowanie materiału badań, (3) przeprowadzenie badań mikrotwardości, (4) współudział w badaniach mikroskopowych SEM, (5) opracowanie części uzyskanych</i>   | 1.525 | 25 |

---

|            |  |       |    |
|------------|--|-------|----|
|            | wyników w formie graficznej, (6) współudział w opracowaniu dyskusji wyników, (7) przygotowanie manuskryptu artykułu, (8) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.   |       |    |
| <b>H7</b>  | <b>J. Korzekwa*</b> , W. Skoneczny, G. Dercz, M. Bara, Wear Mechanism of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /WS <sub>2</sub> with PEEK/BG Plastic, J. Tribol. 136(1), 011601-1- 011601-7, 2013<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) przygotowanie materiału badań, (3) przeprowadzenie badań tribologicznych, (4) współudział w badaniach mikroskopowych SEM, (5) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej oraz schematu współpracy tribologicznej, (6) współudział w opracowanie dyskusji wyników, (7) przygotowanie manuskryptu artykułu, (8) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i>   | 0.897 | 30 |
| <b>H8</b>  | <b>J. Korzekwa*</b> , A. Gadek-Moszczak, M. Bara, The Influence of Sample Preparation on SEM Measurements of Anodic Oxide Layers, Pract. Metallogr. 53 (2016) 1, pp 36-49<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek, (2) przygotowanie materiału badań, (3) współudział w badaniach mikroskopowych SEM, (5) współudział w opracowanie dyskusji wyników, (6) współudział w przygotowaniu manuskryptu artykułu, (7) współudział w przygotowaniu odpowiedzi na recenzje i w finalnej edycji manuskryptu.</i>  | 0.216 | 15 |
| <b>H9</b>  | <b>J. Korzekwa*</b> , M. Bara, J. Pietraszek, P. Pawlus, Tribological behaviour of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /inorganic fullerene-like WS <sub>2</sub> composite layer sliding against plastic, Int. J. Surface Science and Engineering, Vol. 10, No. 6, 2016, p. 570-584<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) przygotowanie materiału badań, (3) przeprowadzenie badań tribologicznych, (4) współudział w badaniach mikroskopowych SEM, (5) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) współudział w opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i> | 0.507 | 15 |
| <b>H10</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , A. Gadek-Moszczak, M. Zubko, Influence of nanoparticle size and shape on microstructure of oxide coatings, Materials Science, Vol. 53, No. 5, March, 2018, pp 709-716 (Ukrainian Original Vol.53, No. 5, September-October, 2017) DOI 10.1007/s11003-018-0127-x  | 0.526 | 15 |

---

|            |  |               |            |
|------------|--|---------------|------------|
|            | <i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek, (2) przygotowanie materiału badań, (3) współudział w badaniach mikroskopowych SEM i TEM, (5) współudział w opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i>   |               |            |
| <b>H11</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , M. Fal, A. Gądek – Moszczak, DOE Application for Analysis of Tribological Properties of the Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / IF-WS <sub>2</sub> Surface Layers, Open Engineering, ISSN 2391-5439, p. 171-181, 2021<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) opracowanie koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) współudział w przygotowaniu materiału badań, (3) współudział w przeprowadzeniu badań tribologicznych, (4) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) współudział w opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i>   | -             | 70         |
| <b>H12</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , M. Bara, S. Kaptacz, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /WS <sub>2</sub> Surface Layers Produced on the Basis of Aluminum Alloys for Applications in Oil-Free Kinematic Systems, Materials, ISSN 1996-1944, p. 1-22, 2021<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował: (1) współudział w opracowaniu koncepcji i metodyki przygotowania próbek i badań tribologicznych, (2) współudział w przygotowaniu materiału badań, (3) współudział w przeprowadzeniu badań stanowiskowych, (4) współudział w badaniach mikroskopowych SEM, (5) opracowanie części uzyskanych wyników w formie graficznej, (5) współudział w opracowanie dyskusji wyników, (6) przygotowanie manuskryptu artykułu, (7) przygotowanie odpowiedzi na recenzje i współudział w finalnej edycji manuskryptu.</i> | 3.748         | 140        |
| <b>H13</b> | <b>J. Korzekwa*</b> , Modification of the structure and properties of oxide layers on aluminium alloys: A review, Reviews on Advanced Materials Science, 2023, 62, 20230108, DOI:10.1515/rams-2023-0108, p. 1-26<br><i>Mój wkład w przygotowanie artykułu obejmował całość przygotowanego manuskryptu artykułu, przygotowanie odpowiedzi na recenzje i opracowanie finalnej edycji manuskryptu.</i>  | 3.6           | 100        |
|            | <b>Sumarycznie</b>   | <b>11.019</b> | <b>440</b> |
|            | <sup>1</sup> – IF z roku publikacji wg JCR   |               |            |
|            | <sup>2</sup> – punktacja MNiSW zgodnie z rokiem publikacji,  |               |            |
|            | * – autor korespondencyjny   |               |            |

#### 4.3. Komentarz autorski do przedstawianego wykazu prac naukowych dokumentujących osiągnięcia naukowe

##### Wprowadzenie

Jak podali Holmberg i Erdemir [1], w sumie ~23% (119 EJ) całkowitego światowego zużycia energii pochodzi z kontaktów tribologicznych. Z tego 20% (103 EJ) jest wykorzystywane do przewyciężania tarcia, a 3% (16 EJ) jest wykorzystywane do regeneracji zużytych części i wyposażenia zapasowego ze względu na zużycie i awarie związane ze zużyciem. Wykorzystując nowe technologie powierzchni, materiałów i smarowania w celu zmniejszenia tarcia i ochrony przed zużyciem w maszynach i innych urządzeniach na całym świecie, można zmniejszyć straty energii spowodowane tarciem i zużyciem potencjalnie o 40% w perspektywie długoterminowej (15 lat) i o 18% w perspektywie krótkoterminowej (8 lat). W skali globalnej, oszczędności te wyniosłyby 1,4% PKB rocznie i 8,7% całkowitego zużycia energii w okresie długoterminowym. Kato [2], mając na uwadze znaczenie idei zrównoważonego rozwoju dla przemysłowej rewolucji energetycznej, pisał o potrzebie opracowania technologii kontroli tarcia i zużycia. Smary odnawialne, smarowanie wodą, azotem lub wodorem, smarowanie na żądanie, powłoki przeciwzużyciowe, teksturowanie powierzchni, modyfikacja powierzchni, niemetaliczne materiały sypkie i tribologia cyklu życia są wskazywane jako główne przyszłe osiągnięcia badawcze w tribologii [2, 3]. Wykorzystanie m.in. lekkiego aluminium i jego stopów jest jednym z głównych wymagań dzisiejszego przemysłu. Obecnie Unia Europejska jest bardzo zaawansowana w osiągnięciu celu, jakim jest obniżenie krajowych emisji gazów cieplarnianych o co najmniej 40% do 2030 roku i o 80–95% do 2050 roku w porównaniu z poziomami z 1990 roku. W jednej z ostatnich publikacji na temat strategii UE Komisja Europejska rozpoczęła dogłębną debatę, aby zapewnić, że polityka klimatyczna UE jest zgodna z celami porozumienia paryskiego, przy jednoczesnym dostosowaniu działań w kluczowych obszarach, takich jak polityka przemysłowa, finanse czy badania. Swoją wkład w debatę wniosło branżowe stowarzyszenie European Aluminium z siedzibą w Brukseli, zakładając m.in., że zwiększenie produkcji aluminium pochodzącego z recyklingu, zamiast importowania większej ilości aluminium pierwotnego z krajów trzecich, zmniejszyłoby emisje CO<sub>2</sub> w latach 2020–2050 o 880 mln ton do wartości 1500 mln ton CO<sub>2</sub> [4, 5].

Wszystkie branże, które wykorzystują wysoki stosunek wytrzymałości do masy aluminium i jego stopów, tj. lotnictwo, obrona, architektura, motoryzacja, elektronika,



hydraulika, sprzęt medyczny i półprzewodnikowy, traktują anodowanie jako bardzo istotny proces wykończenia różnych komponentów, pozwalający na uzyskanie solidnego, niejednokrotnie dekoracyjnego tlenku aluminium, w celu zapewnienia ochrony przed korozją i zużyciem.

Strukturę i właściwości warstw tlenkowych na aluminium można modyfikować na różne sposoby, takie jak zmiana wielkości porów, odstępów między porami i grubości porowatej warstwy tlenkowej. Ten rodzaj modyfikacji polega na kontrolowaniu parametrów pracy procesu technologicznego (tj. napięcia, temperatury, czasu) oraz na starannym doborze elektrolitu do anodowania (tj. jego rodzaju i stężenia). Wiąże się to również z dodawaniem modyfikatorów wpływających na strukturę i właściwości tlenków. Oceny właściwości eksploatacyjnych anodowych warstw tlenkowych można dokonywać wielowymiarowo. Wskaźnikami ułatwiającymi wybór oczekiwanej warstwy mogą być m.in. ich struktura i morfologia powierzchni, grubość, mikrotwardość, właściwości tribologiczne, struktura geometryczna powierzchni, naprężenia własne czy adhezja do podłoża. Właściwości eksploatacyjne wytwarzanych w różnych warunkach technologicznych warstw tlenkowych otrzymywanych metodą elektrolityczną na aluminium lub jego stopach przedstawione zostały m.in. w pracach:[5, 6, 15–24, 7, 25–27, 8–14]. W wymienionych wyżej pracach podnoszone jest stwierdzenie, że właściwości wytworzonych warstw tlenkowych otrzymywanych metodą elektrolityczną na aluminium lub jego stopach zależą od podłoża, rodzaju elektrolitu, gęstości prądu, temperatury elektrolitu, czasu trwania procesu, rodzaju stopu, rodzaju domieszek, często również od późniejszych skojarzeń tribologicznych. W przypadku domieszkowania warstw tlenkowych problemy stanowią rozmiary nanoporów warstwy tlenkowej, rozmiary dodawanej domieszki, dobór substancji smarującej oraz metody ich osadzania. W ostatnich dekadach wiele uwagi poświęcono różnym modyfikacjom mającym na celu poprawę właściwości tribologicznych anodowych powłok wytwarzanych na stopach aluminium. Powierzchniowe warstwy tlenków powstające w procesie twardego anodowania należą do materiałów o silnie rozwiniętej powierzchni, a ich właściwości mogą być bardzo zróżnicowane i zależą głównie od warunków, w jakich są wytwarzane [14]. Stwierdzono, że porowatość anodowych warstw tlenkowych może być wykorzystana jako zbiornik smarów do tworzenia układów samosmarujących, zmniejszających tarcie i zużycie [28, 29]. Gyu-Sun Lee i in. [30] przygotowali porowate szablony z anodowego tlenku aluminium z trzema rodzajami porów nanometrycznych w celu zbadania wpływu rozmiaru porów na tworzenie zbiornika smaru na anodowanej

powierzchni aluminium. Testy zużycia przeprowadzono dla trzech typów smarowania. Stwierdzono, że pory działają jak zbiornik smaru, ponieważ woda zmagazynowana w porach jest uwalniana na powierzchnię w wyniku odkształcenia sprężysto-plastycznego. Takaya i in. [29] przygotowali warstwę tlenku impregnowaną w wodnym roztworze powidonu i jodu metodą powtórnego anodowania. Przygotowali również warstwy tlenkowe z naniesioną warstwą cyny Sn, a także zaimpregnowali warstwę tlenku we fluorożywicy PTFE. Wykazano, że związek jodu znajdował się w mikroporach w postaci jodu (I) w ilości 0,1% mas. i tworzył jodofor o strukturze amorficznej. Maejima i in. [28] sporządzili impregnowaną warstwę tlenku w siarczku molibdenu przez ponowne anodowanie w 0,3% wag. wodnym roztworze  $(\text{NH}_4)_2\text{MoS}_4$ . Siarczek i związki molibdenu wypełniały pory powłoki o średnicy 20 nm. W obu swoich pracach [28, 29] autorzy doszli do wniosku, że rozmiar cząstek stałego proszku smarującego jest większy niż rozmiar porów powłok, co uniemożliwia nasycenie powłoki proszkiem smarującym bezpośrednio w porach. Jak jednak pokazują przedstawione dane literaturowe, możliwe jest elektrochemiczne zestalenie ciekłego smaru wewnątrz porów. Tao i in. [31] stwierdzili, że pory powłoki tlenkowej są zbyt małe, aby można je było wypełnić smarem stałym, stąd konieczne jest ich powiększenie przed obróbką modyfikacji powłok. Proces rozszerzania porów jest jednak kluczowym czynnikiem wpływającym na twardość i odporność anodowej warstwy tlenkowej, gdyż jednocześnie zmniejsza grubości ścianek komórek tlenku aluminium. Stwierdzono, że minimalna grubość ścianki komórkowej niezbędna do utrzymania stosunkowo dużej twardości i dobrej odporności powłoki na ścieranie wynosi 25 nm. W pracy Skeldona, Wanga i Thompsona [32, 33], zastosowano proces anodowania typu duplex do utworzenia samosmarujących warstw  $\text{MoS}_2$  na aluminium. Początkowego tworzenia porowatej warstwy tlenku aluminium na Al dokonano przez anodowanie w kwasie siarkowym. Obecność prekursorów  $\text{MoS}_2$  w porach uzyskano poprzez kolejną obróbkę anodową w elektrolicie tetratiomolibdenianu amonu. Dogłębna analiza SEM i TEM w połączeniu z analizami EDX i XPS pokazała, że obróbka ponownego anodowania powoduje pogrubienie warstwy barierowej na styku metalu z powłoką i wytrącanie się siarczków molibdenu MoS, głównie amorficznego MoS lub mieszaniny MoS i S w porach i na powierzchni powłoki. Badania Posmyka i Wistuby i in. [7, 34, 35] podają przykłady wypełniania porów powłoki tlenkowej węglem szklistym w celu uzyskania materiału kompozytowego. Jak piszą autorzy, próbki przygotowano zgodnie z badaniami Lee i in. [36], w których syntezy nanorurek węglowych w kanałach porowatej matrycy dokonuje się przez karbonizację polimeru

polialkoholu furfurylowego. W wyniku syntezy otrzymano powłokę kompozytową składającą się z bardzo twardej, odpornej na ścieranie powłoki tlenkowej i materiału smarowego w postaci węgla szklanego. Warstwy o większych średnicach porów pozwalają na wprowadzenie większej ilości węgla szklanego, co obniża opory ruchu. Zbyt duże średnice porów zmniejszają jednak grubość ich ścianek i twardość tlenku aluminium. Ilość wprowadzonego prekursora zależy od czasu procesu karbonizacji. W nanopory można wprowadzić tylko te cząstki węgla, które są mniejsze od wielkości nanopora. Jak podkreślili autorzy, dobór substancji smarowej nie jest prosty i nie stanowił tematu ich pracy. Bara, Skoneczny i Kmita [14, 37, 38] zajmowali się przygotowaniem kompozytowych warstw powierzchniowych tlenek aluminium-grafit. W swoich pracach [37, 38] przedstawili metodę otrzymywania warstw kompozytowych z tlenku aluminium formowanych metodą anodowania twardego w elektrolicie złożonym z wodnego roztworu kwasów i grafitu. Dodatek kwasu ftalowego do elektrolitu zapewnił uzyskanie warstw o możliwie największych rozmiarach porów oraz prowadzenie procesu w temperaturze pokojowej. Badania składu chemicznego potwierdziły możliwość wbudowania grafitu w cały przekrój warstw kompozytowych, co predysponuje warstwy tlenek aluminium/grafit do interakcji tribologicznej. W pracach [14, 39] pokazano, jak powłoka tlenku aluminium wytworzona metodą anodowania twardego w elektrolicie trójskładnikowym została wykorzystana jako baza materiału kompozytowego. Zastosowanie kwasów karboksylowych w składzie elektrolitu umożliwia anodowanie w temperaturze pokojowej (jak w powyższej metodzie) i powoduje adsorpcję węgla z elektrolitu w strukturę warstwy tlenku, który to węgiel jest wykorzystywany jako aktywator dyfuzji w późniejszej obróbce cieplno-chemicznej. Głębokość wnikania węgla w strukturę warstwy zależy przede wszystkim od czasu i temperatury karbonizacji. Hu z zespołem [40] opisali możliwość osadzania cząstek węgla C60 za pomocą technologii impregnacji ultradźwiękowej w celu uzyskania powierzchni samosmarującej. W artykule przedstawiono analizę wyników badań nad wpływem zabiegu rozszerzającego pory na strukturę porowatą i właściwości tribologiczne powłoki tlenkowej. Escobar i in. [41] przygotowali powłoki anodowe w celu wprowadzenia nanocząstek politetrafluoroetylenu (PTFE) do porowatej struktury. Wykorzystując udoskonaloną technikę sedymentacji, nanocząsteczki z powodzeniem wprowadzono w strukturę i na powierzchnię warstwy. Nanocząsteczki są w stanie wnikać w pory, sięgając aż do dna struktury warstwy. Pory wypełnione są cząstkami PTFE, a na powierzchni uzyskuje się osad PTFE o średniej grubości 2  $\mu\text{m}$ . Wei i Deng [42] uzyskali samosmarującą kompozytową powłokę

anodową z politetrafluoroetylenem (PTFE) na stopie aluminium 6061. Po anodowaniu w kwasie siarkowym pory warstwy zostały odpowiednio powiększone. Cząstki PTFE wprowadzono do porów w rozpuszczalnej w wodzie elektroforetycznej emulsji z PTFE. Analizy SEM i EDX wykazały, że PTFE był obecny w porach warstwy anodowej od podłoża do powierzchni warstwy. W pracy Tu i in. [43] scharakteryzowano powłokę z amorficznych nanodrutów węglowych uzyskaną na porowatej membranie z tlenku aluminium przez chemiczne osadzanie z fazy gazowej. Wyniki SEM/EDS wykazały obecność węgla w porach membrany AAO.

Dynamiczny rozwój nowoczesnych technik inżynierii powierzchni, a także otrzymywanie nowych materiałów wciąż sprzyjają poszukiwaniu metod wytwarzania lub ulepszania istniejących warstw powierzchniowych, ich badaniu, analizowaniu, opisowi, nowemu spojrzeniu i dzieleniu się otrzymanymi wynikami, wpływając na rozwój inżynierii materiałowej.

Oryginalne prace naukowe (**H1-H13**), stanowiące podstawę niniejszego przewodu habilitacyjnego związane są z inżynierią materiałową w zakresie wytwarzania warstw wierzchnich i powłok, badaniem zjawisk im towarzyszącym oraz uzyskiwaniem pożądanych efektów eksploatacyjnych [44].

W swoich badaniach skupiłam się na **modyfikacjach dwusiarczkiem wolframu powłok tlenkowych  $Al_2O_3$  wytwarzanych na stopach aluminium a także na poszukiwaniu skojarzeń tribologicznych do otrzymanych powłok**, z przekonaniem powiększenia tego typu zbioru badań o nowe informacje, stanowiące znaczący wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

#### Tezy i cele podjętych badań

Na podstawie oceny aktualnego stanu literatury z zakresu otrzymywania warstw tlenkowych aluminium i jego stopów, metod modyfikacji tych warstw oraz wybranych właściwości anodowych warstw tlenkowych dla skojarzeń tribologicznych sformułowano następujące **tezy badawcze**:

- Modyfikacje dwusiarczkiem wolframu powłok tlenkowych  $Al_2O_3$  otrzymanych na stopie aluminium pozwalają na wprowadzenie w strukturę warstwy tlenkowej lubrykantu w postaci smaru stałego umożliwiającego poprawienie parametrów tarciovo-zużyciowych zaproponowanych skojarzeń tribologicznych.
- Znajomość zależności pomiędzy warunkami procesu technologicznego otrzymywania powłok tlenkowych  $Al_2O_3/WS_2$  a parametrami struktury

geometrycznej powierzchni pozwala na wyjaśnienie zmian zachodzących na powierzchni powłok w wyniku tarcia oraz umożliwia przewidywanie właściwości tribologicznych modyfikowanych powłok tlenkowych na powierzchni elementów maszyn i urządzeń wykonanych ze stopów aluminium przy współpracy z wybranym partnerem tribologicznym.

**Za cel rozpoznawczy** przyjęto analizę aktualnego stanu literatury z zakresu otrzymywania powłok tlenkowych aluminium i jego stopów, metod modyfikacji tych powłok oraz wybranych właściwości anodowych powłok tlenkowych dla skojarzeń tribologicznych.

**Celem pracy było określenie zjawisk i przedstawienie wyników badań dotyczących możliwości modyfikacji dwusiarczkiem wolframu powierzchni powłok tlenkowych  $Al_2O_3$  otrzymanych na stopie aluminium oraz dostarczenie informacji na temat skojarzeń tych powłok z tworzywami sztucznymi, które mogą posłużyć do tworzenia kinematycznych węzłów tarcia o zadanych cechach eksploatacyjnych.** Aby osiągnąć ten cel, realizowano następujące badania:

- badania strukturalne pozwalające na ocenę możliwości wprowadzenia smaru stałego  $WS_2$  w strukturę tlenku  $Al_2O_3$ ;
- przeprowadzanie pomiarów grubości i mikrotwardości powłok tlenkowych  $Al_2O_3/WS_2$ , pozwalających na pogłębienie interpretacji wyników badań tribologicznych;
- przeprowadzenie badań tarciovo-zużyciowych skojarzeń powłoka  $Al_2O_3/WS_2$  – tworzywa sztuczne oraz wyjaśnienie mechanizmu współpracy ślizgowej;
- analizę parametrów struktury geometrycznej dla powłok  $Al_2O_3/WS_2$  technologicznych i eksploatacyjnych w oparciu o komputerową analizę planów doświadczalnych dwu- i trójwartościowych w celu wyjaśnienia zmian zachodzących na powierzchni powłok w wyniku współpracy tribologicznej z wybraną przeciwpróbką;
- przeprowadzenie badań eksploatacyjnych w rzeczywistym układzie pneumatycznym sterowanym elektromagnetycznie w celu wykazania korzystnego wpływu modyfikacji dwusiarczkiem wolframu powłoki  $Al_2O_3$  wytworzonej na cylindrze siłownika pneumatycznego ze stopu aluminium.

Osiągnięcie tak sformułowanych celów pracy wymagało przeprowadzenia badań strukturalnych, technologicznych, eksperymentalnych i eksploatacyjnych definiujących inżynierię materiałową w zakresie modyfikacji powierzchni powłok tlenkowych  $Al_2O_3$  domieszkowanych dwusiarczkiem wolframu. Cykl badań, stanowiący kilkunastoletni element mojej działalności naukowej, w przeważającej części został zaprezentowany w recenzowanych artykułach naukowych **H2-H13**. Monografia naukowa **H1** przedstawia natomiast syntetyczny opis tego cyklu oraz zawiera część nowych analiz i wniosków opartych na przeprowadzonych badaniach.

#### Wybór materiału modyfikatora oraz materiału przeciwpróbki do badań tribologicznych

Techniki modyfikacji warstw powierzchniowych cząstkami sproszkowanego dwusiarczku wolframu wydają się szczególnie interesujące ze względu na możliwość zmiany współczynnika tarcia dwóch stykających się powierzchni w ruchu względnym. Jeżeli kontakt ten zawiera łatwo ścinaną warstwę powierzchniową, przemieszczenie ślizgowe może odbywać się przy zmniejszonych oporach tarcia. Dwusiarczek wolframu ( $WS_2$ ), podobnie jak dwusiarczek molibdenu ( $MoS_2$ ) lub grafit, należy do grupy smarów stałych. Dichalkogenidy metali przejściowych  $MS_2$  ( $M=Mo, W$ ) i ich kompleksy należą do dużej klasy tzw. dwuwymiarowych lub warstwowych ciał stałych. Warstwy tych materiałów składają się z trzech, heksagonalnie ułożonych płaszczyzn atomowych (S-M-S). W każdej warstwie występuje trygonalna graniastosłupowa lub oktaedryczna koordynacja atomów metalu (M) i siarki (S). W  $MoS_2$  i  $WS_2$  zmienność kolejności ułożenia warstw może prowadzić do utworzenia heksagonalnego polimorfu z dwiema warstwami w komórce elementarnej (2H), romboedrycznej z trzema warstwami (3R) lub trygonalnej z jedną warstwą (1T). Atomy w warstwie są związane silnymi siłami kowalencyjnymi, podczas gdy poszczególne warstwy są utrzymywane razem przez wiązanie Van der Waalsa.  $WS_2$ ,  $MoS_2$  lub grafit, z racji swojej warstwowej budowy oraz działających między warstwami słabych sił Van der Waalsa, są powszechnie stosowane w celu zapewnienia stałego smarowania poprzez mechanizm ich rozwarstwiania.  $MS_2$  ( $M=Mo, W$ ) w postaci pustych cebulopodobnych nanocząstek (z ang. IF – inorganic fullerene-like nanostructures) były pierwszymi nieorganicznymi fullerenopodobnymi materiałami, odkrytymi w 1992 roku [45]. Później produkowano IF o bardziej jednolitym, kulistym kształcie mającym zapewnić jeszcze lepsze właściwości tribologiczne [46]. Lubrykanty, bo tak często bywają nazywane, mają niski współczynnik tarcia i dobre właściwości smarowe, a cechy te są wysoko cenione w skojarzeniach ślizgowych tarcia

technicznie suchego. Z uwagi na możliwości zastosowania w szerokim zakresie temperatury oraz pod wysokim ciśnieniem (w próżni do 1316 °C)  $WS_2$  jest jednym ze smarów stałych, które można wykorzystać do zmniejszenia współczynnika tarcia w elementach współpracujących ślizgowo [47–49]. Zważywszy na szerokie spektrum możliwości zastosowania dwusiarczku wolframu o właściwościach smarnych (np.: części silników samochodowych, niektóre komponenty samolotów, cylindry siłowników) celowe wydaje się szukanie dróg modyfikowania powierzchni metali poprzez zastosowanie różnych warunków naniesienia  $WS_2$  [50].

Istotnym problemem eksploatacyjnym jest zapewnienie wysokiej trwałości i niezawodności trudno serwisowalnych lub kosztownych elementów maszyn, w których występują współpracujące pary kinematyczne. Procesy zużycia są w głównej mierze spowodowane zjawiskiem tarcia i skojarzonym z tym zjawiskiem, lokalnym rozpraszaniem energii. Jednym ze sposobów zmniejszenia intensywności zużycia jest obniżenie wartości współczynnika tarcia między współpracującymi powierzchniami. Z tego powodu wybór przeciwpróbki stanowi również spore wyzwanie. W bezolejowych układach tłokowo-cylindrycznych pracujących z wykorzystaniem tworzyw polimerowych najczęściej stosowane są kompozyty na osnowie polimerów termoplastycznych, z fazą dyspersyjną w postaci grafitu, włókna węglowego, dwusiarczku molibdenu, proszku brązu oraz politetrafluoroetyleny (PTFE), stanowiących średnio 10–30% objętości kompozytu. Podczas pracy takiego skojarzenia ślizgowego zachodzi zużywanie się tworzywa sztucznego ściśle związane z procesem powstawania polimerowego filmu ślizgowego, co może spowodować spadek trwałości urządzeń tłokowo-cylindrycznych. Dobór odpowiedniego tworzywa dla skojarzenia ślizgowego powinien zatem uwzględniać przede wszystkim odporność na zużycie, wartość współczynnika tarcia i czas docierania wężła tarcia. Na parametry tribologiczne bezolejowych skojarzeń ślizgowych z polimerami wpływa wiele czynników, z czego najważniejsze to: rodzaj materiałów (właściwości fizyczno-chemiczne), chropowatość elementów, obciążenie wężła tarcia czy warunki środowiskowe. Należy więc przy doborze polimeru przeznaczonego do skojarzenia ślizgowego posiłkować się tymi założeniami.

W swojej pracy do badań laboratoryjnych przyjął założenie o zastosowaniu dwóch tworzyw polimerowych najczęściej stosowanych na skojarzenia ślizgowe, wyróżniających się bardzo dobrymi właściwościami ślizgowymi, które różnią się strukturą, właściwościami fizycznymi i materiałem dyspersji. Jednym z polimerów jest

polimer modyfikowany napełniaczami włóknistymi lub dyspersyjnymi w postaci grafitu, tzw. TG15, drugi to wytwór nowoczesnej techniki - polieteroeteroketon z dodatkami PTFE, grafitu i włókien węglowych, tzw. PEEK/BG. PTFE jest polimerem należącym do grupy polimerów fluorowych. W postaci niemodyfikowanej, mimo wielu zalet, nie jest raczej stosowany w kojarzeniach ślizgowych. Jego największą wadą jest płynięcie, nawet przy niezbyt dużych obciążeniach, a także niewielka wytrzymałość mechaniczna i niska odporność na zużycie. Polimer TG15, modyfikowany napełniaczami włóknistymi lub dyspersyjnymi, wykazuje niską wartość współczynnika tarcia ze stosunkowo niskim zużyciem (szczególnie przy dużych naciskach i małych prędkościach poślizgu). Polieteroeteroketon (PEEK) jest semikrystalicznym polimerem termoplastycznym o bardzo dobrych właściwościach mechanicznych. Cechuje go znaczna wytrzymałość cieplna i stabilność termiczna. W postaci niemodyfikowanej jest wykorzystywany głównie w elementach części maszyn. Do skojarzeń ślizgowych używana jest modyfikowana postać tego polimeru. Szczególnie dobre właściwości tribologiczne wykazuje kompozyt na osnowie PEEK, zawierający fazę dyspersyjną w postaci grafitu lub PTFE. Na przykład kompozyt PEEK+10% PTFE+10% włókna węglowego+10% grafitu (PEEK/BG). Ze względu jednak na wysoką cenę materiały na osnowie PEEK stosowane są w elementach ślizgowych pracujących w trudnych warunkach środowiskowych, od których oczekuje się jednocześnie bardzo dobrych właściwości mechanicznych [51]. Do badań stanowiskowych, eksploatacyjnych wybrałam komercyjnie używane poliuretanowe uszczelki tłoka (CPP Prema SA, Polska) [52], o wysokiej odporności na ścieranie, co warunkuje długotrwałą pracę w warunkach bezolejowych. Jako uszczelkę prowadzącą zastosowałam pierścień z tworzywa T5W.

#### Otrzymywanie powłok z domieszką WS<sub>2</sub>

Dostrzegając potrzebę opracowania technologii modyfikacji powłok tlenkowych na stopach aluminium w celu kontroli tarcia i zużycia kinematycznych par tribologicznych wykorzystujących takie powłoki, podjęłam liczne próby otrzymania powłok Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> z domieszką WS<sub>2</sub>.

Materiałem badań były płytki wycięte z blachy walcowanej o grubości 4 mm ze stopów aluminium EN AW 5251 oraz rury ze stopu aluminium EN AW 6063. Płytki o wymiarach 62,5 x 16 x 4 mm wycinano na ploterze frezującym lub maszynach do cięcia strumieniem wody, tak by ich powierzchnie były równoległe. Płytki łączono z prętem umożliwiającym przeprowadzenie procesu anodowania. Przed anodowaniem próbki



odtłuszczano, trawiono w 5% roztworze wodorotlenku potasu przez 40 minut, a następnie neutralizowano w 10% roztworze kwasu azotowego w celu odwrócenia reakcji trawienia. Zabiegi trawienia i neutralizacji zakończono płukaniem w wodzie destylowanej. Metodologia przygotowania podłoża ze stopu aluminium dla otrzymywania powłok tlenkowych była tożsama dla wszystkich przygotowywanych próbek.

Modyfikacji powłok tlenkowych dokonałam następującymi metodami:

- modyfikacja powłok tlenkowych  $Al_2O_3$  dwusiarczkiem wolframu 2H- $WS_2$ ,
- modyfikacja powłok tlenkowych  $Al_2O_3$  nanodwusiarczkiem wolframu IF- $WS_2$ .

#### *Modyfikacja powłok tlenkowych $Al_2O_3$ dwusiarczkiem wolframu 2H- $WS_2$*

Próbki wytwarzano w elektrolicie trójskładnikowym stanowiącym roztwór kwasu siarkowego, ftalowego i szczawowego (SFS) i w elektrolicie SFS zawierającym dodatek suchego smaru w postaci dwusiarczku wolframu (2H- $WS_2$ ) w ilości 10, 20 i 30 g/l elektrolitu (SFS/ $WS_2$ ). Stosowano gęstość powierzchniową ładunku elektrycznego  $\sigma = 120, 180$  lub  $240 [Amin \cdot dm^{-2}]$ . Proces anodowania prowadzono prądem o natężeniu 2, 3 lub 4  $A \cdot dm^{-2}$ , w temperaturach 293, 298 lub 303 K. Do procesu anodowania użyto zasilacza DC GPR-25H30D GW Instek (IET labs, Inc, NY, US). Katodą procesu była płytka wykonana z ołowiu. W celu zapewnienia jednorodności zawiesiny i przeciwdziałania osadzaniu proszku 2H- $WS_2$  zastosowano mieszanie mechaniczne podczas procesu elektrolizy. Próbki otrzymane tą metodą były przedmiotem badań prac **H1, H2, H3, H4, H5, H7**.

#### *Modyfikacja powłok tlenkowych $Al_2O_3$ nanodwusiarczkiem wolframu IF- $WS_2$*

Do badań użyto nanoproszku IF- $WS_2$ , przygotowanego w formie nieorganicznych fulerenopodobnych cząstek dwusiarczku wolframu  $WS_2$  (IF – z ang. inorganic fullerene-like).

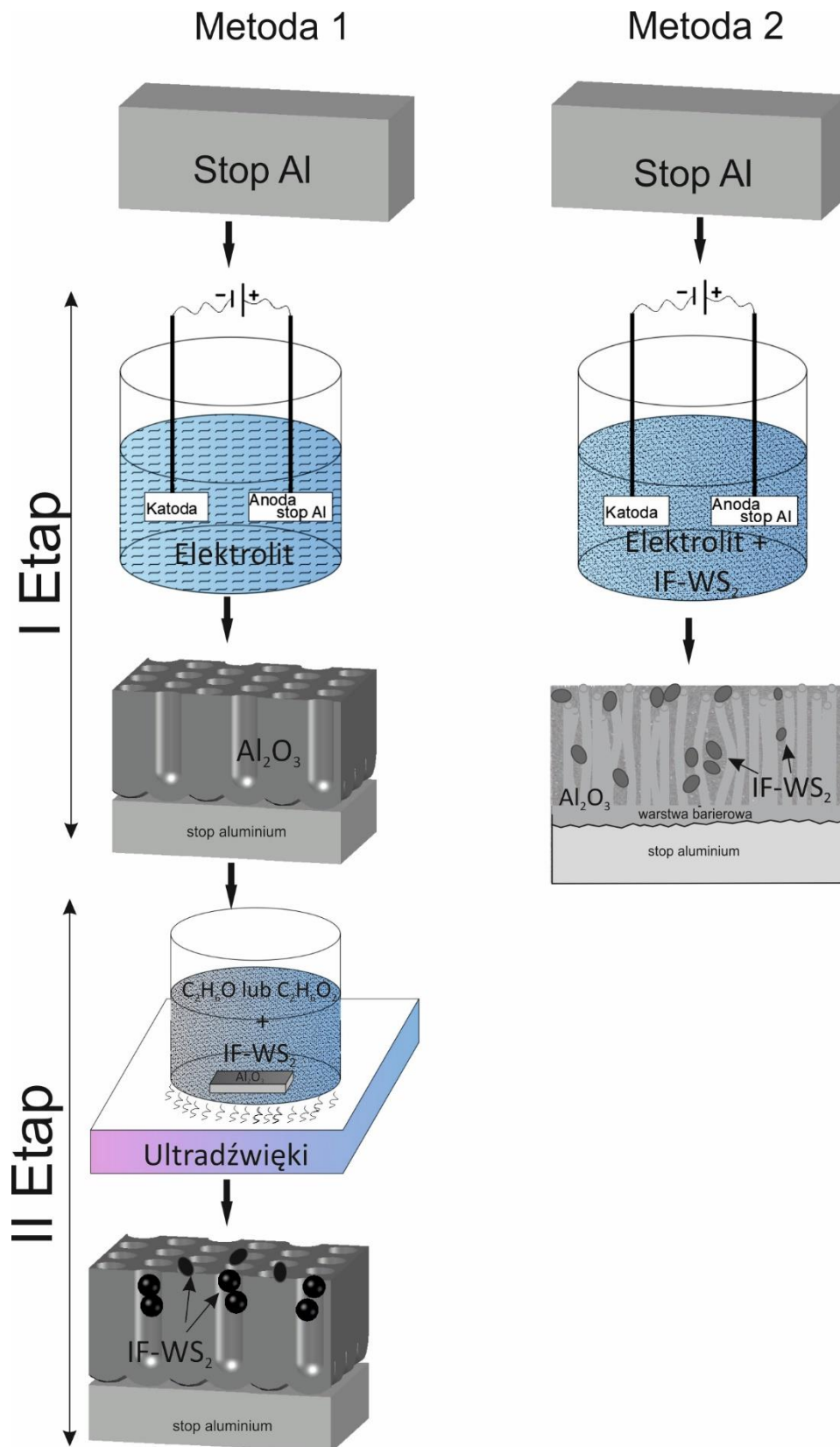
Do otrzymywania warstw tlenkowych z nanodwusiarczkiem wolframu  $Al_2O_3/IF-WS_2$  wykorzystano nanoproszek laboratoryjny (2g) otrzymany w ramach współpracy z Instytutem Naukowym Weizmana (Izrael), a otrzymany według procedury opisanej przez Feldmana [46] oraz zakupiony komercyjny IF- $WS_2$  (NanoMaterials Ltd).

Warstwy  $Al_2O_3/IF-WS_2$  otrzymywano dwoma metodami.

Pierwszą z nich była metoda dwuetapowa (rys. 1), w której pierwszy etap polegał na uzyskaniu warstwy  $Al_2O_3$  na podłożu stopu aluminium w procesie utleniania anodowego w trójskładnikowym roztworze składającym się z: kwasu siarkowego, ftalowego i szczawowego (SFS). W drugim etapie procesu nanocząstki IF- $WS_2$  zostały

wprowadzone do porowatej warstwy tlenku aluminium metodą powlekania zanurzeniowego. Dyspersję nanocząstek IF-WS<sub>2</sub> przeprowadzono w 35% obj. mieszaninie etanolu (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O) w wodzie oraz 35% obj. mieszaninie glikolu etylenowego (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>) w wodzie. W celu wprowadzenia nanocząstek IF-WS<sub>2</sub> w porowatą warstwę Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> proces osadzania przeprowadzono w kąpeli z wykorzystaniem ultradźwięków. Druga metoda (rys. 1) polegała na otrzymaniu warstwy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/IF-WS<sub>2</sub> podczas elektrotleniania stopu aluminium, przeprowadzonego w trójskładnikowym roztworze kwasu siarkowego, adipinowego i szczawiowego (SAS) z domieszką komercyjnych nanocząstek IF-WS<sub>2</sub> (NanoMaterials Ltd) na 1 litr elektrolitu. Proces twardego anodowania przeprowadzono przy gęstości prądu 3 A/dm<sup>2</sup>. Próbki z domieszką nanodwusiarczku wolframu IF-WS<sub>2</sub> były przedmiotem badań prac **H1, H6, H8, H9, H10, H11**.

W monografii **H1** w oparciu o [53] opisuję również metodę zol-żel nakładania nanodwusiarczku wolframu IF-WS<sub>2</sub>. Metoda ta pokazała, iż możliwe jest naniesienie dodatkowej warstwy z nanolubrykantem na powierzchnię tlenku aluminium. Adhezja takiej subwarstwy do warstwy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jest jednak na niewystarczająca i wyklucza powłoki z badań tribologicznych. Warto jednak dodać, że wskazanie możliwości modyfikacji powłok tlenkowych tą metodą może stanowić inspirację do dalszych badań w tym zakresie.

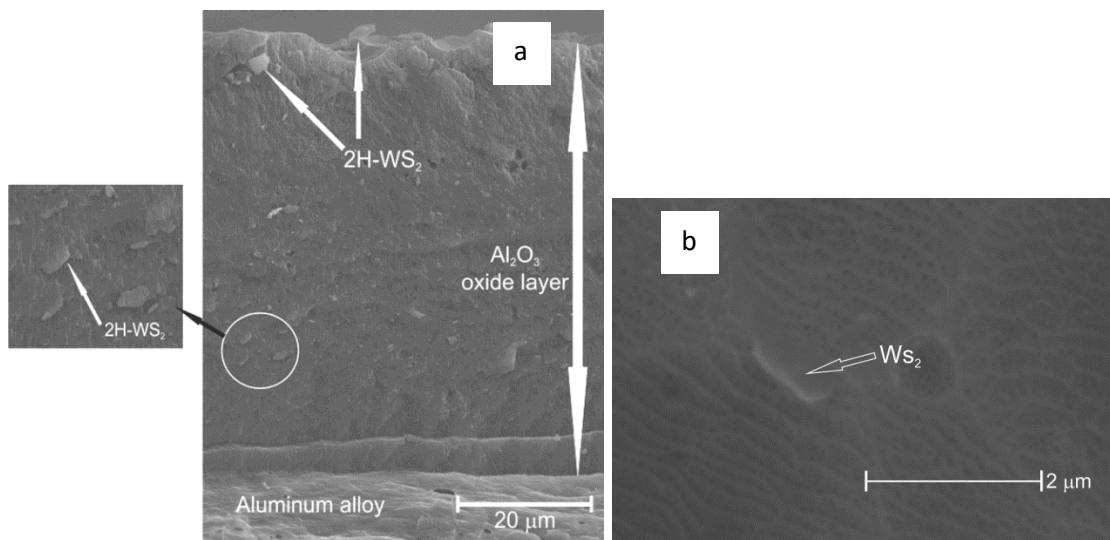


Rys. 1. Metody otrzymywania warstw tlenkowych Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/IF-WS<sub>2</sub> (H1)  
 Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

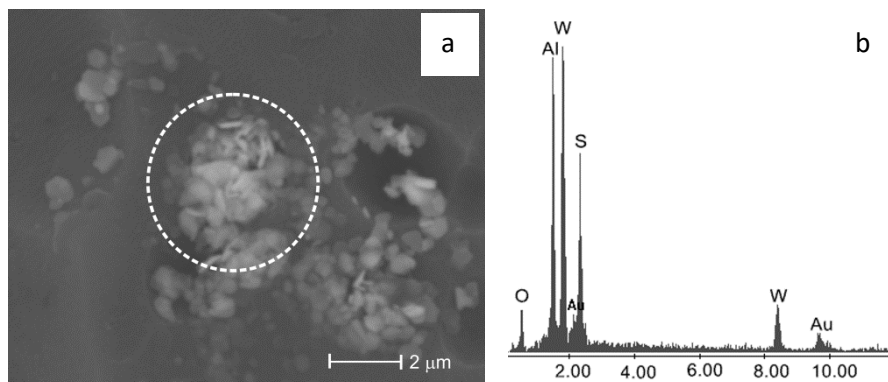
## Wyniki badań

### *Struktura krystaliczna i morfologia powłok tlenkowych*

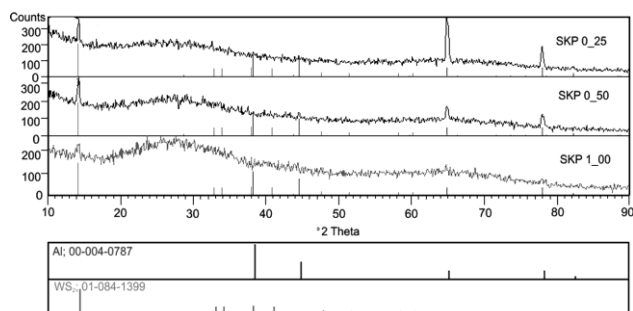
Analiza wyników badań struktury krystalicznej i morfologii powłok tlenkowych  $\text{Al}_2\text{O}_3$  modyfikowanych dwusiarczkiem wolframu  $2\text{H-WS}_2$  wykazała wbudowany proszek  $\text{WS}_2$  w nanostrukturę tlenku  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (na rys. 2). Na rys. 3 pokazano obraz SEM zgrupowanych mikrocząstek  $2\text{H-WS}_2$  we wgłębieniach warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , wraz z analizą SEM/EDS wskazanego obszaru. Analiza ta wyraźnie wskazuje, że obserwowane cząstki są cząstkami  $2\text{H-WS}_2$ . Na rys. 4 przedstawiono przykładowy dyfraktogram rentgenowski powłok domieszkowanych proszkiem  $2\text{H-WS}_2$ . Na podstawie badań stwierdzono, że dwusiarczek wolframu posiada strukturę heksagonalną 2H (**H1** i **H7**).



Rys. 2. Przykładowy obraz SEM przelomu (a) oraz powierzchni (b) powłoki  $\text{Al}_2\text{O}_3/2\text{H-WS}_2$  (H7)  
Źródło: wykorzystano za zgodą ASME, pozwolenie przekazane za pośrednictwem Copyright Clearance Center, Inc.



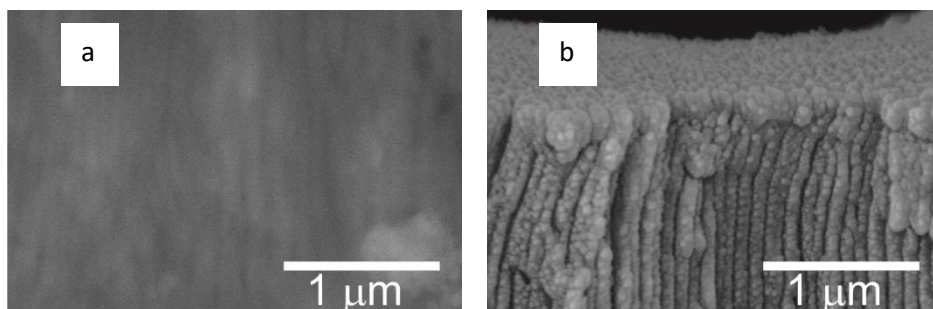
Rys. 3. Obraz SEM mikrocząstek  $2\text{H-WS}_2$  na powierzchni warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (a), EDS ze wskazanego obszaru (b) (H7)  
Źródło: wykorzystano za zgodą ASME, pozwolenie przekazane za pośrednictwem Copyright Clearance Center, Inc.



Rys. 4. Dyfraktogram rentgenowski powłok  $\text{Al}_2\text{O}_3/2\text{H-WS}_2$  (H7)

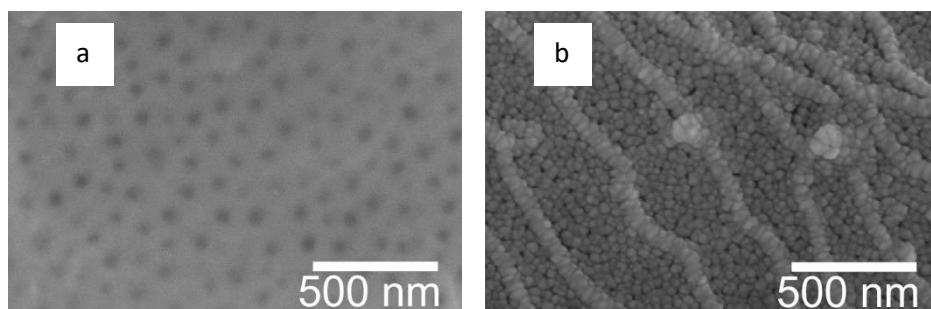
Źródło: wykorzystano za zgodą ASME, pozwolenie przekazane za pośrednictwem Copyright Clearance Center, Inc.

Podczas badań SEM stwierdziłam, że napylenie złotem ułatwia identyfikację nanowłókien, ale staje się jednocześnie czynnikiem wprowadzającym zmiany w rzeczywistych wielkościach nanowłókien i nanoporów (odpowiednio rys. 5.b i rys. 6.b). Napylenie węglem umożliwia natomiast identyfikację domieszkowanego dwusiarczku wolframu, co nie udawało się w przypadku napylenia złotem, jednakże nanowłókna i nanopory widać gorzej (odpowiednio rys. 5.a i rys. 6.a). [H1, H8]



Rys. 5. Obrazy SEM przełomu powłoki napylanej węglem (a), napylanej złotem (b) [H1]

Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

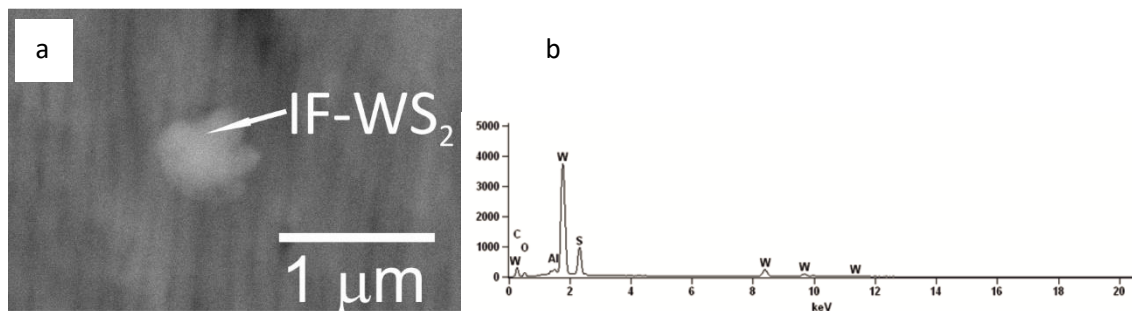


Rys. 6. Obrazy SEM powierzchni powłoki napylanej węglem (a), napylanej złotem (b) [H1]

Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

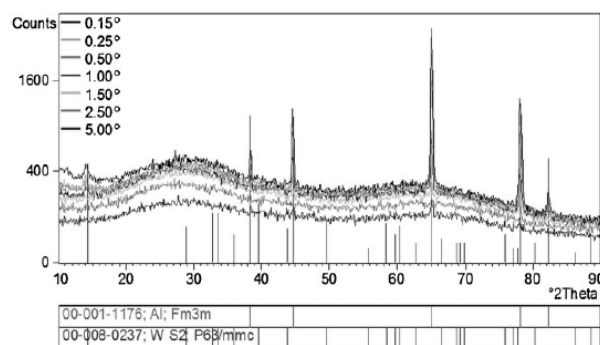
Na rys. 7 pokazano wbudowany w mikrostrukturę  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanoproszek IF- $\text{WS}_2$  wraz analizą SEM/EDS. Widma dyfrakcji z zastosowaniem stałego kąta padania GIXD

powłok kompozytowych  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{IF-WS}_2$  przedstawiono na rys. 8. Podsumowanie widm dyfrakcyjnych z zastosowaniem stałego kąta padania, tzw. GIXD wskazuje, że faza krystaliczna zawiera warstwy aluminium. Dodatkowo wykazano obecność IF- $\text{WS}_2$  jako modyfikatora powłoki (pik  $14^\circ$  reprezentujący odbicie z planu (0002)). Tak zwane „amorficzne halo” w promieniowaniu rentgenowskim, przedstawione na rys. 4 i rys. 8 jako szerokie wzniesienie o środku  $28^\circ$ , wskazuje, że część materiału matrycy (tlenek glinu) jest w stanie amorficznym. [H1, H6].



Rys. 7. Obraz SEM/ YAGBSE przełomu powłoki z widocznymi nanoziarnami IF- $\text{WS}_2$  (a), analiza EDS/SEM tego regionu (b) [H1]

Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0



Rys. 8. Widma GIXD powłoki  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{IF-WS}_2$  [H6]

Źródło: Wykorzystano za zgodą John Wiley & Sons - Books, na podstawie [H6]; pozwolenie przekazane przez Copyright Clearance Center

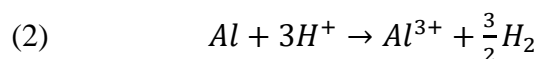
W przypadku otrzymywania warstw w elektrolicie z domieszką 2H- $\text{WS}_2$  lub IF- $\text{WS}_2$  mechanizm tworzenia warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na powierzchni anody odbywa się zgodnie ze znanymi reakcjami elektrochemicznymi:

tworzenie się jonów  $\text{Al}^{3+}$  (reakcja startu):

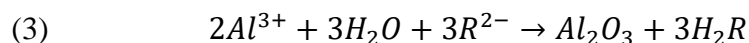
reakcja elektrodowa:



reakcja chemiczna:

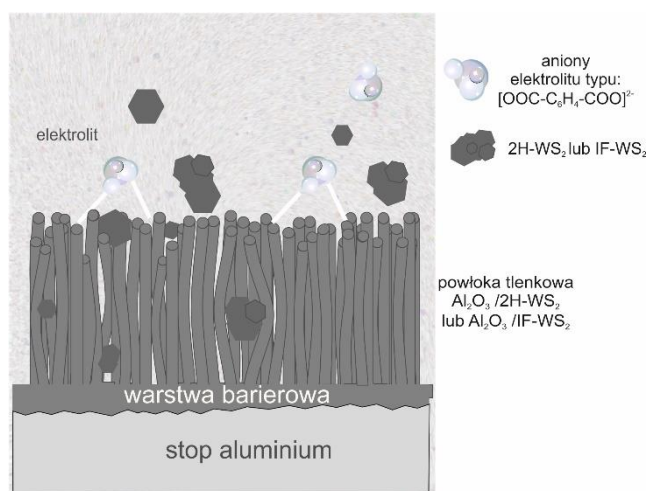


tworzenie się powłoki:



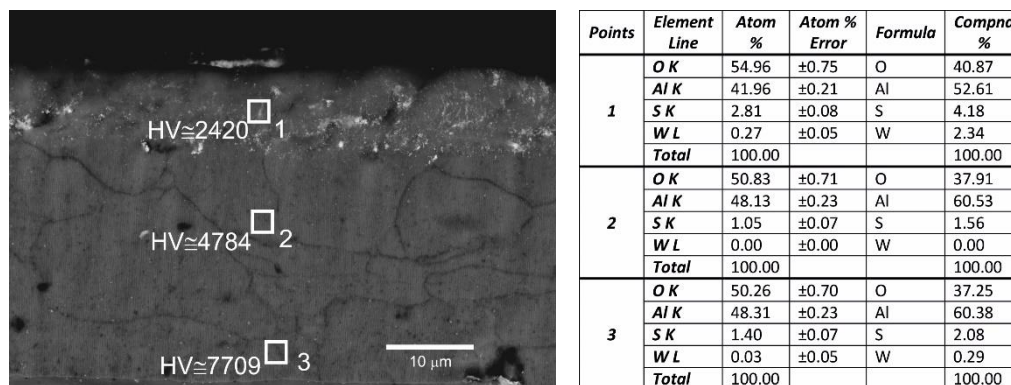
Anionami  $R^{2-}$  mogą być:  $[OOC-(CH_2)_4-COO]^{2-}$  lub  $(COO)_2^{2-}$  (Skoneczny, 2001).

Stwierdziłam, że z tworzeniem się powłoki stałe cząstki 2H-WS<sub>2</sub> lub IF-WS<sub>2</sub> przenoszą się z elektrolitu na powierzchnię anody w wyniku migracji cząstek w polu elektrycznym, dyfuzji, a także mieszania kąpieli, a następnie luźno adsorbują na tej powierzchni i zostają otoczone anionami elektrolitu. Poszczególne etapy tworzenia warstwy przenikają się wzajemnie, tworząc warstwę tlenkową ze zdyspergowanymi w niej cząstkami proszku 2H-WS<sub>2</sub> lub IF-WS<sub>2</sub>, „rozpychającego” włókna aluminium i mogącego wpływać na rozmieszczenie włókien oraz na ich rozmiar. Model mechanizmu tworzenia warstwy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ze zdyspergowanymi cząstkami 2H-WS<sub>2</sub> lub IF-WS<sub>2</sub> zaproponowałam na rys. 9 [H3, [55]].



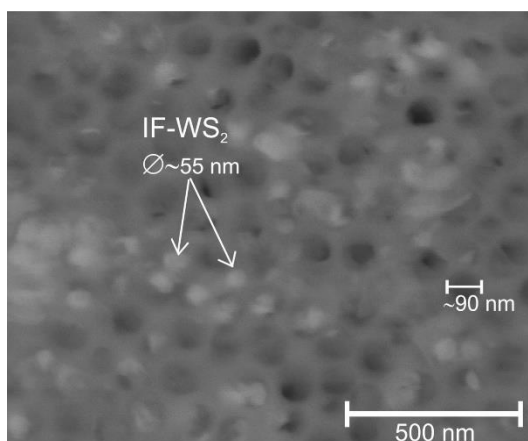
Rys. 9. Model mechanizmu tworzenia warstwy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/2H-WS<sub>2</sub> lub Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/IF-WS<sub>2</sub> [H3]  
Źródło: Korzekwa, Skoneczny, Wojnar, 2011, CC

W przypadku warstw tlenkowych otrzymywanych dwuetapowo mechanizm tworzenia warstwy z domieszką IF-WS<sub>2</sub> zależał od jakości zastosowanego proszku. W przypadku proszku otrzymywanego laboratoryjnie uzyskałam warstwę Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> z nanoproszkiem IF-WS<sub>2</sub> umieszczonym przede wszystkim w górnej części warstwy tlenku, co pokazane zostało na przełomie (rys. 10 wraz z analizą ilościową) oraz na powierzchni (rys. 11) domieszkowanej powłoki.



Rys. 10. Obraz SEM/YAG-BSE przełomu i mikrotwardość wyznaczona dla powłoki z domieszką laboratoryjnego IF-WS<sub>2</sub> wraz z analizą jakościową przełomu we wskazanych miejscach [H6]

Źródło: Wykorzystano za zgodą John Wiley & Sons - Books, na podstawie [H6]; pozwolenie przekazane przez Copyright Clearance Center

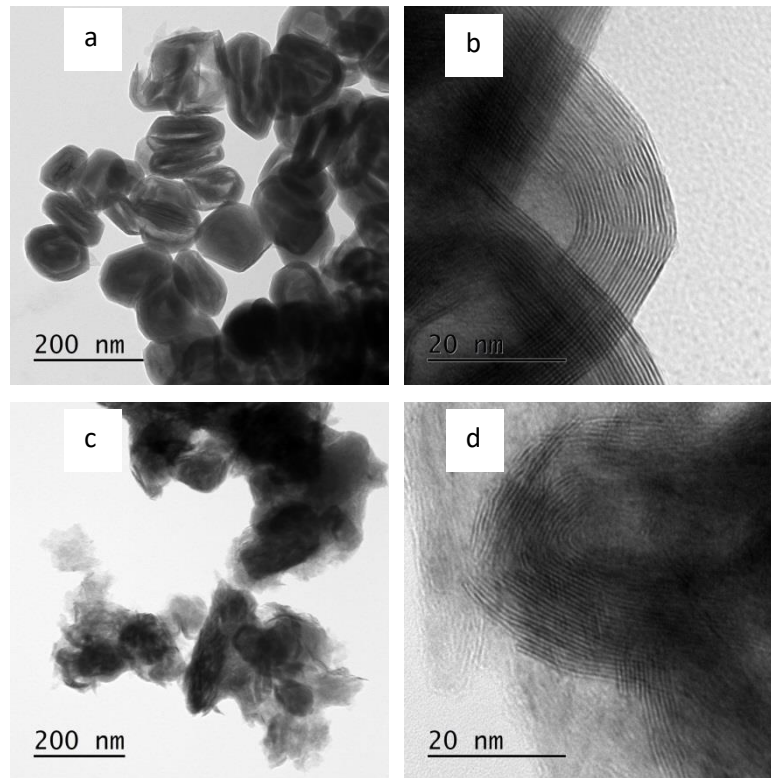


Rys. 11. Obraz SEM/YAG-BSE powierzchni powłoki domieszkowanej laboratoryjnym IF-WS<sub>2</sub> [H6]

Źródło: Wykorzystano za zgodą John Wiley & Sons - Books, na podstawie [H6]; pozwolenie przekazane przez Copyright Clearance Center

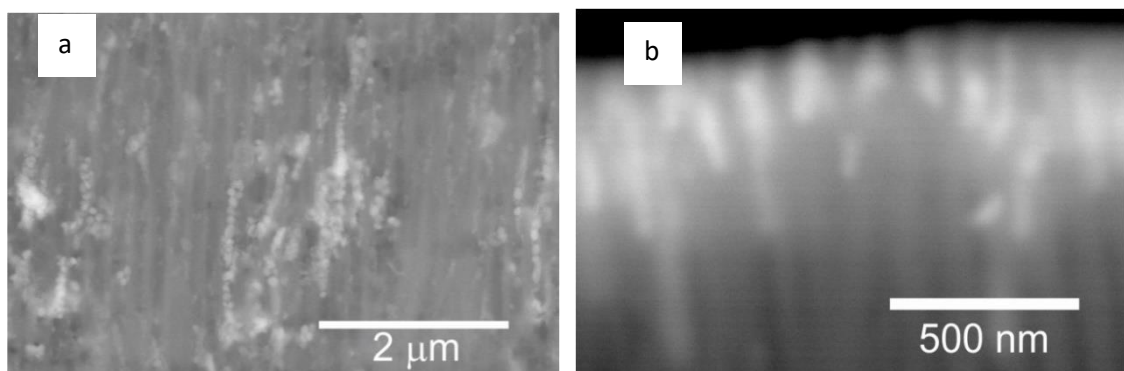
W przypadku warstw Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/IF-WS<sub>2</sub> otrzymywanych dwuetapowo badania na mikroskopie skaningowym nie ujawniały nanoproszku w przełomach próbek, a jedynie na ich powierzchni. Przeprowadzone badania i analiza obrazów TEM (rys. 12) dowiodły, że nanoproszki IF-WS<sub>2</sub> laboratoryjne (rys. 12.a i b) i komercyjne (rys. 12.c i d) mają tę samą strukturę krystaliczną i skład chemiczny. Dostępne w handlu proszki komercyjne są jednak na ogół większe, bardziej wydłużone i mają bardziej nieregularny kształt z postrzępioną linią graniczną. Mogą też mieć różną zdolność do tworzenia mocniej związanych aglomeratów, a możliwość wprowadzania nanocząsteczek do nanoporów warstwy tlenkowej Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> jest przez to trudniejsza [H10].





Rys. 12. Obraz TEM proszku laboratoryjnego (a i b), proszku komercyjnego (c i d) [H10]  
Źródło: Materiał [H10] objęty licencją, nie jest częścią obowiązującej licencji OA, ale został powielony za zgodą SNCSC

Wprowadzenie cząstek nanoproszku IF-WS<sub>2</sub> otrzymanego w warunkach laboratoryjnych w mikrostrukturę tlenku Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> metodą dwustopniową było możliwe (rys. 13.a) już na etapie procesu wytwarzania warstw. Nanoproszek IF-WS<sub>2</sub> komercyjny znajdujący się na powierzchni tlenku Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> został wprowadzany w nanopory tlenku aluminium dopiero pod wpływem siły tarcia podczas współpracy tribologicznej (rys. 13.b) [H9, H10].

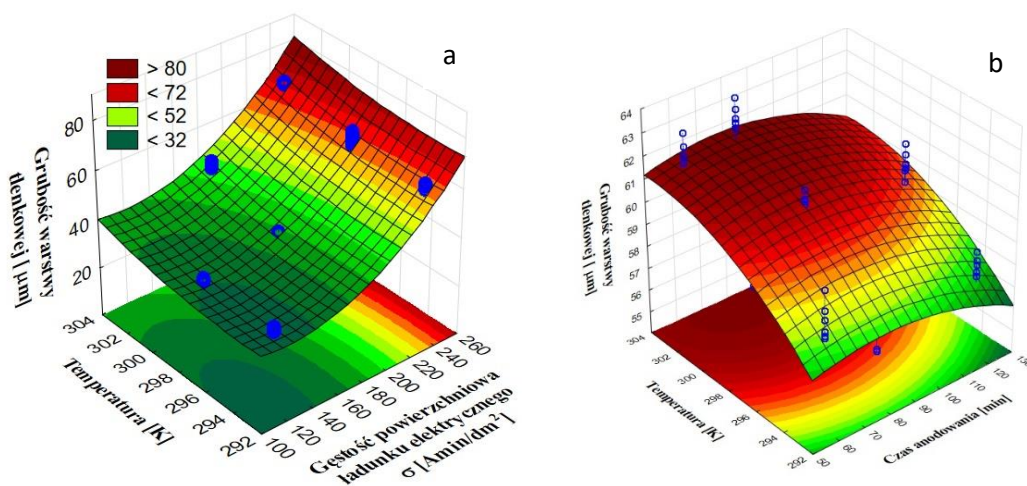


Rys. 13. Obraz SEM przelomu z proszkiem IF-WS<sub>2</sub> laboratoryjnym (a), z proszkiem IF-WS<sub>2</sub> komercyjnym (b) [H10]  
Źródło: Materiał [H10] objęty licencją, nie jest częścią obowiązującej licencji OA, ale został powielony za zgodą SNCSC

Rentgenowską analizą fazową oraz przeprowadzonymi obserwacjami mikroskopowymi potwierdziłam możliwości otrzymania warstw tlenkowych  $\text{Al}_2\text{O}_3$  z domieszką 2H- $\text{WS}_2$  lub IF- $\text{WS}_2$ . Metoda dwustopniowa pozwoliła na wprowadzenie IF- $\text{WS}_2$  w mikro- lub nanopory wytworzonej uprzednio warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Przy czym charakter wprowadzenia nanoproszku był mocno uzależniony od jego jakości oraz od cieczy, która została wykorzystana do wprowadzenia cząstek w strukturę tlenku  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [H1, H3, H6, H7, H8, H9, H10].

### Grubość powłok tlenkowych

Na podstawie przeprowadzonych przez mnie na przestrzeni lat badań grubości powłok w pracy H1 dopasowałam funkcje powierzchni odpowiedzi dla grubości warstw w zależności od temperatury i gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego (rys. 14.a) a także temperatury i czasu anodowania (rys. 14.b). Stwierdziłam, że grubość warstw zależy istotnie od temperatury, gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego i czasu procesu anodowania. Stwierdziłam również, że na nieznaczące wahania grubości powłok mogą mieć także wpływ: intensywność mieszania elektrolitu, rodzaj proszku  $\text{WS}_2$  (2H lub IF) dodawanego do elektrolitu.

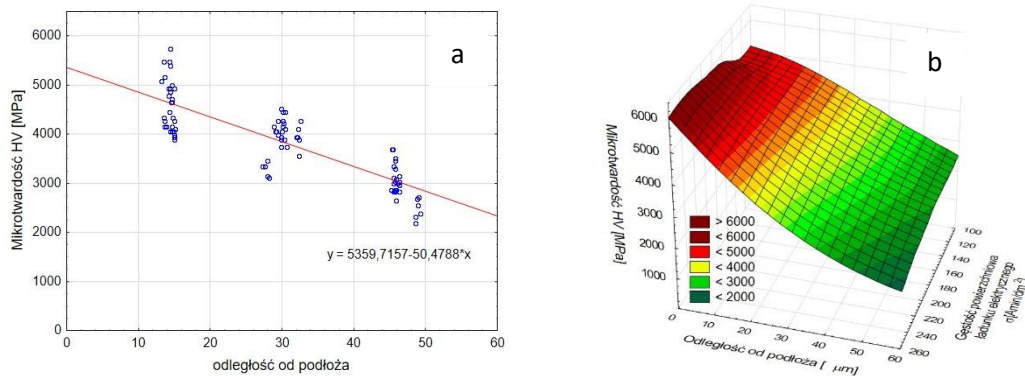


Rys. 14. Dopasowanie funkcji powierzchni odpowiedzi dla grubości warstw w zależności od temperatury i gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego (a) oraz temperatury i czasu anodowania (b) [H1]  
Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

### Mikrotwardość powłok

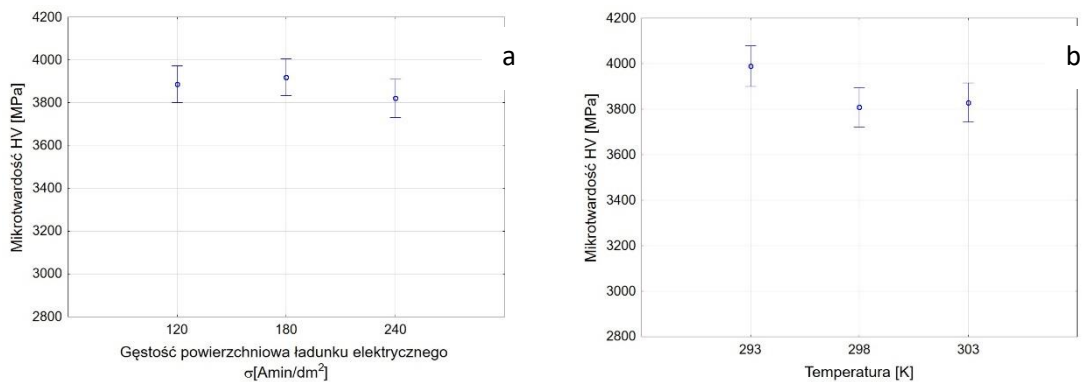
Na podstawie przeprowadzonych pomiarów mikrotwardości powłok stwierdziłam, że dla powłok tlenkowych  $\text{Al}_2\text{O}_3$  z domieszką  $\text{WS}_2$ , niezależnie od składu elektrolitu, w którym otrzymywana jest warstwa, gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego czy temperatury, zauważalny jest trend gradientowego charakteru

mikrotwardości powłoki. Otrzymane warstwy tlenkowe wykazują spadek wartości mikrotwardości wraz z oddalaniem się od podłoża stopu aluminium (rys. 15.a i b). Na podstawie otrzymanych wyników przeprowadzono analizę badań doświadczalnych, a wyniki w postaci wykresów średnich krańcowych i 95-procentowego przedziału ufności dla mikrotwardości warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3/2\text{H-WS}_2$  w zależności od gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego i temperatury przedstawiono odpowiednio na rys. 16.a i b.



Rys. 15. Przykładowy wykres zależności mikrotwardości od odległości od podłoża (a) oraz od odległości od podłoża i gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego (b) dla powłok  $\text{Al}_2\text{O}_3$  z domieszką 2H- $\text{WS}_2$  [H1]

Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0



Rys. 16. Wykresy średnich krańcowych i 95-procentowego przedziału ufności dla mikrotwardości warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3/2\text{H-WS}_2$  w zależności od gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego (a), temperatury (b) [H1]

Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

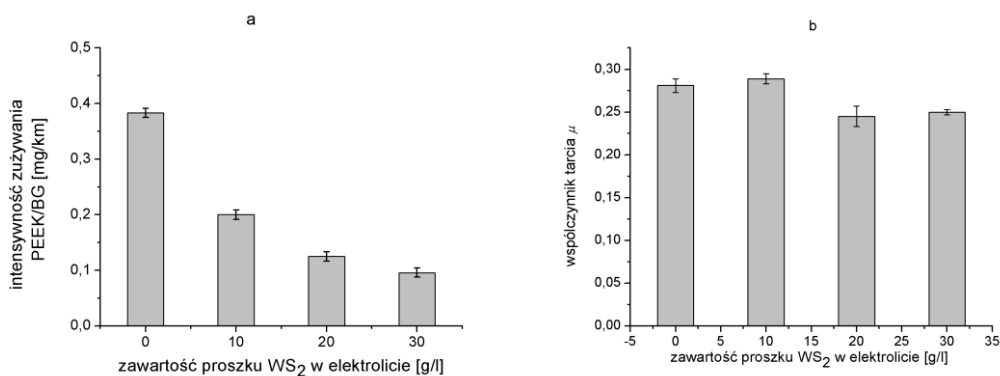
Gradientową zależność mikrotwardości powłok potwierdzono również w pracy **H6**. W przypadku warstw z domieszką IF- $\text{WS}_2$  na podstawie analizy przeprowadzonej metodą Taguchiego stwierdzono, że duży wpływ na mikrotwardość ma temperatura elektrolitu, a następnie czas elektrolizy [H1, [56]]. Jak stwierdziłam w **H1** badania mikrotwardości warstw tlenkowych  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , niezależnie od domieszkowania elektrolitu 2H- $\text{WS}_2$  lub IF- $\text{WS}_2$  warstwy wykazują spadek wartości mikrotwardości w zależności odległości punktu

pomiaru od podłoża stopu aluminium. Wartości mikrotwardości dla badanych warstw przy podłożu zaczynały się w niektórych przypadkach nawet od wartości mikrotwardości poniżej 8000 MPa i schodziły do wartości poniżej 1500 MPa przy powierzchni. Należy pamiętać, że przy współpracy tribologicznej to górna część warstwy powierzchniowej  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ma największe znaczenie. Gradient mikrotwardości warstw tlenkowych uzależniony jest od budowy i rozmiarów ścianek nanowłókien tlenku aluminium, które przy podłożu stopu aluminium są najgrubsze i ściśle przylegają do siebie, stąd wysoka wartość mikrotwardości. Wraz ze wzrostem odległości od podłoża zmniejsza się ich średnica i wzrasta przestrzeń między nanowłóknami, co powoduje zmniejszenie wartości mikrotwardości.

### Ocena właściwości tribologicznych

Badania właściwości tribologicznych powłok tlenkowych domieszkowanych  $\text{WS}_2$  zaprezentowałam w publikacjach **H1**, **H2**, **H4**, **H5**, **H7**

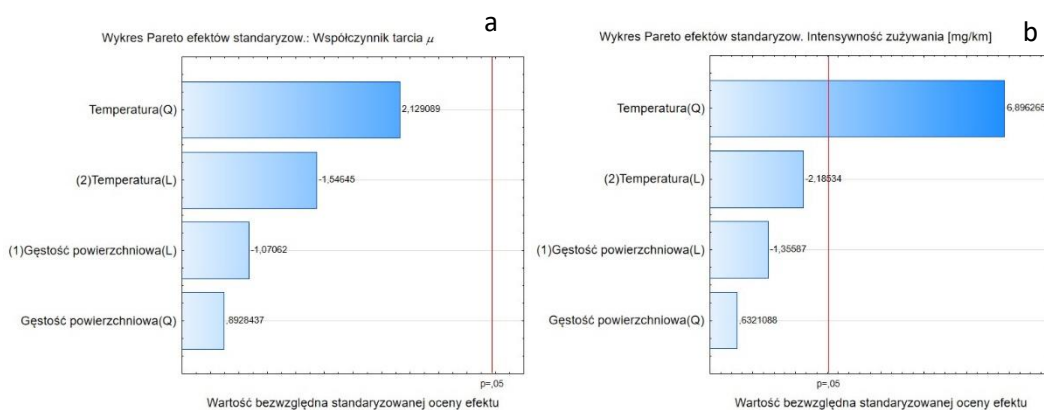
W pierwszej kolejności przeprowadziłam badania [**H2**] mające na celu rozpoznanie wpływu ilości proszku 2H- $\text{WS}_2$  dodawanego do elektrolitu na właściwości tribologicznej pary: próbka  $\text{Al}_2\text{O}_3/2\text{H-WS}_2$ , przeciwpróbka trzpień polimerowy PEEK/BG. Na rys. 17.a przedstawiono intensywność zużycia tworzywa PEEK/BG przy współpracy tribologicznej z powłokami domieszkowanymi 2H- $\text{WS}_2$ , natomiast na rys. 17.b wartości współczynnika tarcia dla badanych skojarzeń ślizgowych. Z przedstawionych danych wynika, że wraz ze wzrostem zawartości proszku 2H- $\text{WS}_2$  w elektrolicie zmniejsza się intensywność zużycia tworzywa PEEK/BG i nieznacznie współczynnik tarcia.



Rys. 17. Wykres zależności intensywności zużycia tworzywa PEEK/BG od ilości domieszki proszku 2H- $\text{WS}_2$  (a), wartości współczynnika tarcia dla badanych skojarzeń ślizgowych (b) [**H2**].

Źródło: Korzekwa, Skoneczny, 2009, CC BY-SA

W kolejnych badaniach [H4, [57]] skoncentrowałam się na ustalenia wpływu gęstości ładunku elektrycznego i temperatury stosowanych podczas wytwarzania powłok  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  na zmiany współczynnika tarcia i intensywność zużycia tworzywa PEEK/BG. W pracy H1 wykorzystano wykresy Pareto efektów standardowych do zobrazowania istotności wpływu parametrów wejściowych (technologicznych) na wielkości wyjściowe (współczynnik tarcia rys. 18.a i intensywność zużycia rys. 18.b). Nie stwierdzono istotnego wpływu parametrów wejściowych – technologicznych na współczynnik tarcia (rys. 18.a), natomiast na rys. 18.b można zauważyć kwadratowy (Q) istotny efekt interakcji wielkości zmiennej wejściowej (temperatury) na intensywność zużycia tworzywa PEEK/BG.



Rys. 18. Wykresy Pareto efektów standardowych dla współczynnika tarcia (a), intensywności zużycia tworzywa PEEK/BG (b) [H1]

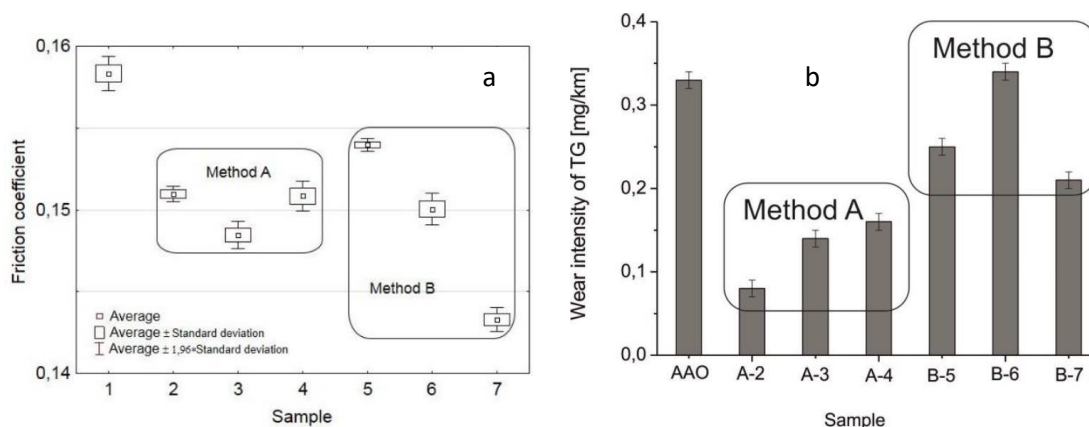
Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

W pracy H1 przedstawiłam również modele powierzchni odpowiedzi z badań tarciovo-zużyciowych w celu poszukiwań korelacji pomiędzy warunkami elektrolizy i parametrami struktury geometrycznej powierzchni będących tematem kolejnych badań. Na podstawie analizy wyników pomiarów współczynnika tarcia i intensywności zużycia partnera tribologicznego stwierdziłam, że najkorzystniejsze warunki technologiczne do uzyskania oczekiwanego charakteru współpracy tribologicznej uzyskuje się dla warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  otrzymanych w temperaturze 30 °C i gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego  $\sigma=240 \text{ Amin/dm}^2$ . Za wyborem tej temperatury procesu elektrolizy przemawia również fakt ekonomiczny przeprowadzenia procesu. Warstwy  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  otrzymane przy małej gęstości powierzchniowej prądu anodowego mają mniejszą porowatość, a zatem charakteryzują się zmniejszoną zdolnością utrzymywania się na powierzchni tworzącego się filmu ślizowego. Dla takich warstw

obserwowany jest mechanizm tribologiczny w postaci ścierania, po którym na warstwach wierzchnich tworzą się luźne produkty zużycia zwiększające współczynnik tarcia, co zostało pokazane w pracy **H7**.

W celu pogłębienia badań kolejne próby modyfikacji przeprowadziłam dla stałej gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego  $\sigma=240 \text{ Amin/dm}^2$ . Modyfikację warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WS}_2$  przeprowadziłam przy zastosowaniu zmiany czasu procesu 60, 80, 120 minut, w temperaturze elektrolitu 20, 25 i 30° C, co zostało pokazane m.in. w pracach **H1**, **H5** i **H7**.

W kolejnej pracy **H9** przeprowadziłam badania dla powłok z domieszką IF- $\text{WS}_2$  otrzymanych metodą dwustopniową. Na rys. 19.a zestawiono wartości średnie, z odchyleniami standardowymi, współczynników tarcia dla tej serii próbek. Powtarzalność wyników dla próbek otrzymanych w etanolu jest większa. Wyniki uzyskane dla próbek otrzymanych w glikolu etylenowym mają większy rozrzut. Intensywność zużycia materiału partnera tribologicznego TG15 pokazano na rys. 19.b. Na podstawie zebranych wyników badań stwierdziłam, że powłoki  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{IF-WS}_2$  uzyskały niższe wartości intensywności zużycia tworzywa TG15 w porównaniu z warstwą niemodyfikowaną. Mniejsza wartość intensywności zużycia i mniejszy rozrzut danych predysponują powłokę  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{IF-WS}_2$  wytworzoną w etanolu jako bardziej odpowiednią do styku ślizgowego.

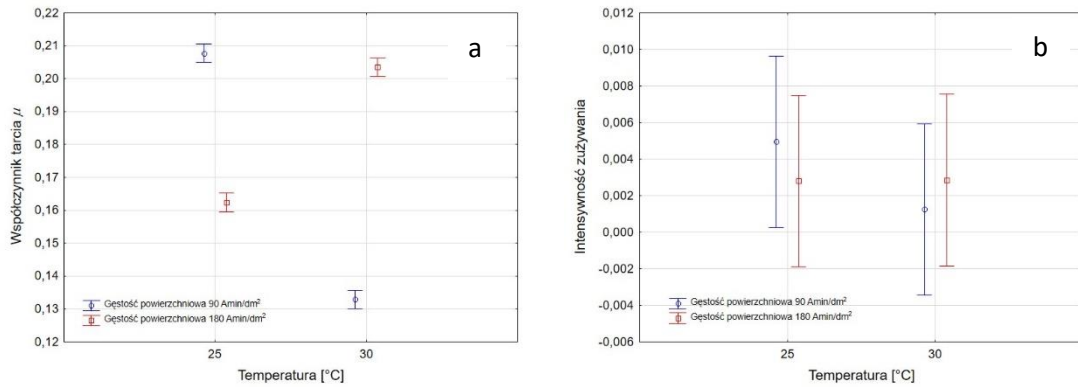


Rys. 19. Średnia i odchylenie standardowe współczynnika tarcia dla badanych próbek (a), wykres słupkowy intensywności zużycia tworzywa TG15 w odniesieniu do próbek (b) [**H9**]

Źródło: Materiał [**H9**] został powielony za zgodą Interscience, który zastrzega sobie prawa autorskie do artykułu i rysunków.

W pracy **H11** przeprowadzono badania na powłokach z domieszką IF- $\text{WS}_2$  otrzymanych przy zmiennych wartościach gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego oraz temperatury elektrolitu. Wykresy średnich krańcowych (rys. 20) przedstawione w **H1**,

wykonane w oparciu o analizę planu  $2^k$  pozwalają na uogólnienie obserwacji w taki sposób, że dla warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{IF-WS}_2$  przy gęstości powierzchniowej  $90 \text{ Amin/dm}^2$  obserwuje się spadek współczynnika tarcia w zależności od rosnącej temperatury, podczas gdy przy gęstości powierzchniowej  $\sigma = 180 \text{ Amin/dm}^2$  obserwuje się trend odwrotny. Intensywność zużycia partnera tribologicznego nie wykazuje różnic.



Rys. 20. Wykresy średnich krańcowych dla współczynnika tarcia (a) i intensywności zużycia partnera tribologicznego (b) od temperatury elektrolitu tarcia [H1]  
Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

Podsumowując pomiary tarciovo-zużyciowe, w badaniach wykazałam korzystny wpływ domieszkowania warstw tlenkowych proszkiem  $\text{WS}_2$  lub nanoproszkiem  $\text{IF-WS}_2$  niezależnie od metody wytwarzania powłok. Pokazałam również w jakim stopniu dobór warunków technologicznych może wpłynąć na zmiany wartości współczynnika tarcia i intensywności zużycia partnera tribologicznego. Biorąc pod uwagę wartości charakterystyk tarciovo-zużyciowych w połączeniu z kosztami wytwarzania warstw tlenkowych (energochłonnością i pracochłonnością), zalecam wytwarzanie powłok w następujących warunkach technologicznych:

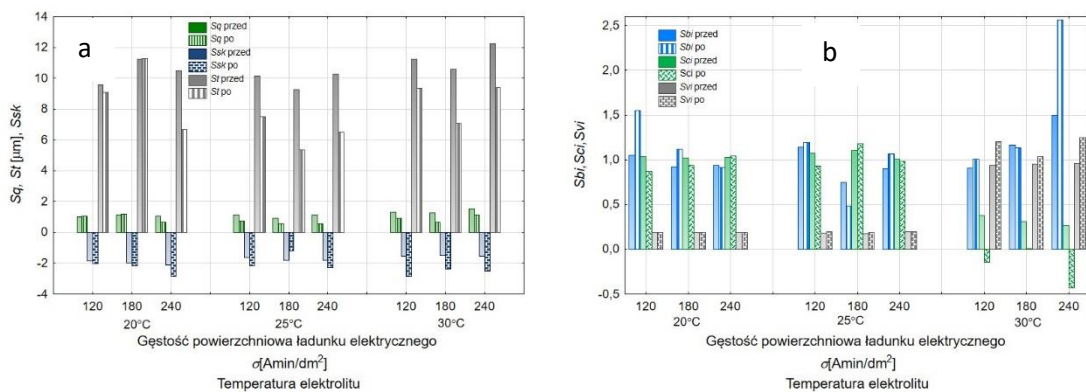
- w elektrolicie z domieszką  $30\text{g/l } 2\text{H-WS}_2$ , przy gęstości powierzchniowej  $180 \text{ Amin/dm}^2$ , temperaturze elektrolitu  $303\text{K } (30 \text{ }^\circ\text{C})$ ;
- w przypadku domieszki  $\text{IF-WS}_2$  w elektrolicie celowe jest zastosowanie gęstości powierzchniowej  $90 \text{ Amin/dm}^2$  w temperaturze  $303\text{K } (30 \text{ }^\circ\text{C})$ ;
- w przypadku metody dwustopniowej otrzymywania warstw tlenkowych zaleca się gęstość powierzchniową  $180 \text{ Amin/dm}^2$ , temperaturę elektrolitu  $303\text{K } (30 \text{ }^\circ\text{C})$  oraz wykorzystanie mieszaniny etanolu do wprowadzenia nanocząstek  $\text{IF-WS}_2$  (wysokiej laboratoryjnej jakości) do mikrostruktury tlenku.

Przedstawioną w podrozdziale 8.4 monografii **H1** komputerową analizę planów dwu- i trójwartościowych wykorzystałam w rozdziale 8.5 [**H1**] do połączenia wyników badań współczynnika tarcia i intensywności zużycia z analizą struktury geometrycznej powierzchni oraz do opisu występujących korelacji.

### *Charakterystyka struktury geometrycznej powierzchni powłok*

Opisy struktury geometrycznej powierzchni (SGP) powłok przeprowadzałam poprzez analizę zależności pomiędzy wyjściową SGP podłoża stopu aluminium a strukturą powierzchni powłok po procesie utleniania i po testach tribologicznych. Zestawienia wybranych parametrów struktury geometrycznej dokonałam w **H1** na podstawie badań przedstawionych m.in. w **H2, H4, H5** i [56].

Przykładowe zależności parametrów SGP dla powłok domieszkowanych 2H-WS<sub>2</sub> przedstawiam na rys. 21.

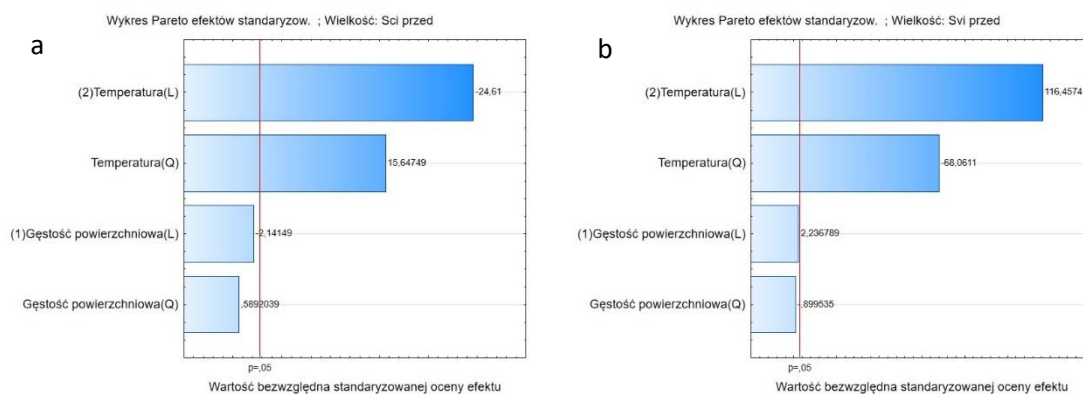


Rys. 21. Wykres parametrów SGP:  $S_q$ ,  $S_t$  i  $S_{sk}$  (a),  $S_{bi}$ ,  $S_{ci}$ ,  $S_{vi}$  (b) dla próbek domieszkowanych 2H-WS<sub>2</sub> [**H1**]

Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

W pracy **H1** przeprowadzono wnikliwą analizę SGP posiłkując się m.in. komputerową analizą planów doświadczalnych i obrazowaniem jej efektów przy użyciu m.in. wykresów Pareto, których przykład pokazano na rys. 22.





Rys. 22. Wykresy Pareto efektów standardowych dla wskaźników  $S_{Ci}$  (a),  $S_{Vi}$  (b) dla próbek domieszkowanych  $WS_2$  [H1]

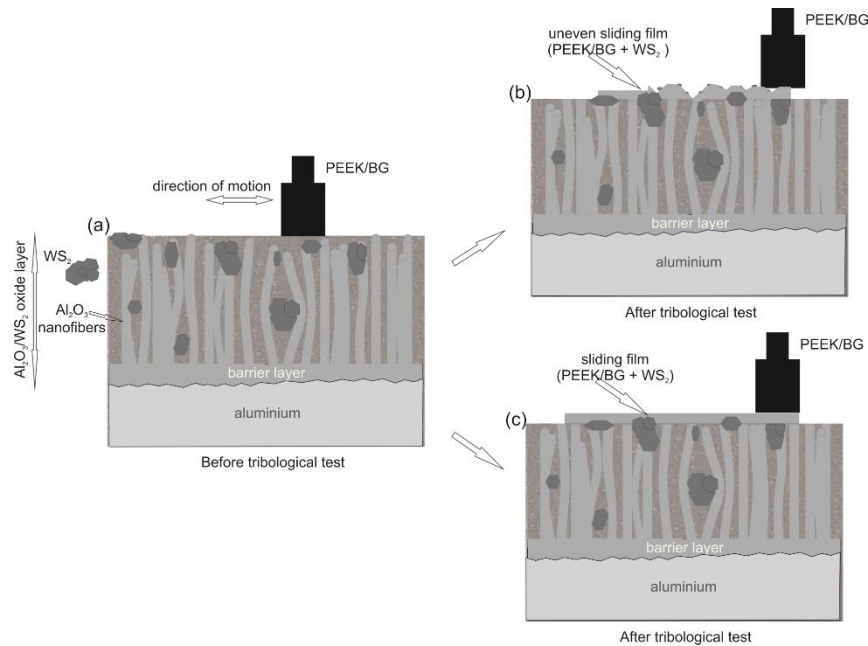
Źródło: Korzekwa, 2024, CC BY-SA 4.0

Analiza struktury geometrycznej powierzchni z wykorzystaniem planów dwu- i trójwartościowych umożliwiła wyznaczenie pewnych zależności pomiędzy wybranymi parametrami głównymi i pomocniczymi a warunkami procesu technologicznego wykorzystanego do otrzymania prezentowanych serii próbek, a także wyznaczenie zależności pomiędzy parametrami struktury geometrycznej powierzchni przed współpracą tribologiczną i po niej. Zaletą zastosowania porównania parametrów podstawowych i pomocniczych było wykazanie zmienności, która występuje dla wybranych parametrów w zależności od zawartości  $WS_2$  w warstwie, gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego, czasu anodowania czy temperatury. Wyznaczone wyraźne systematyczne trendy zależności w części analizowanych parametrów stanowią cenną pomoc w wyjaśnieniu zmian zachodzących na powierzchni warstw w wyniku współpracy tribologicznej z wybranym partnerem tribologicznym, wskazując jednocześnie na potencjalne ich wykorzystanie przy wyjaśnianiu charakteru współpracy elementów pary tribologicznej.

Przykładem wyjaśniającym charakter współpracy pary tribologicznej  $Al_2O_3/WS_2$  z tworzywem PEEK BG jest schemat pokazany na rys. 23, zaprezentowany w pracy H7.

W zależności od warunków procesu technologicznego zmienia się morfologia warstwy tlenkowej, co ma wpływ na charakter współpracy pary tribologicznej  $Al_2O_3/WS_2$  – PEEK/BG. Na rys. 23.a przedstawiono schemat skojarzenia warstwy tlenkowej  $Al_2O_3/WS_2$  z tworzywem PEEK/BG przed współpracą tribologiczną. W pierwszej fazie następuje zużycie ścierne chropowatości powierzchni zarówno w warstwie  $Al_2O_3/WS_2$ , jak i na powierzchni materiału PEEK/BG. W zależności od mikrostruktury warstwy wierzchniej  $Al_2O_3/WS_2$  tworzące się tribochemiczne produkty

zużycia stają się „luźnym materiałem” pomiędzy powierzchniami ściernymi i następuje dalsze ścieranie.



Rys. 23. Schemat mechanizmu działania pary tribologicznej Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/WS<sub>2</sub> – PEEK/BG [H7]

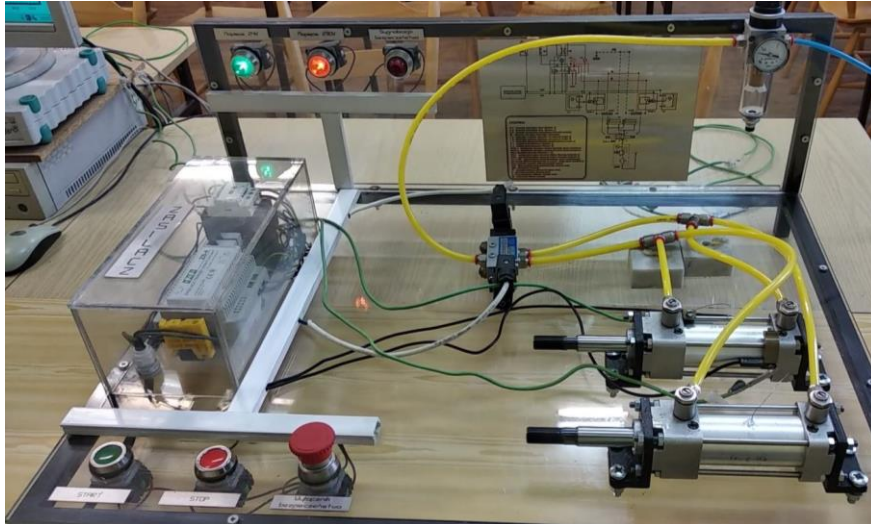
Źródło: wykorzystano za zgodą ASME, pozwolenie przekazane za pośrednictwem Copyright Clearance Center, Inc.

Rys. 23.b oddaje charakter tarcia wywołującego ścieranie bardziej miękkiego tworzywa PEEK/BG podczas współpracy tribologicznej. Słabo rozwinięta morfolofia (zbyt mała mikro- i nanoporowatość) warstw tlenkowych otrzymana przy niskich wartościach powierzchniowego ładunku elektrycznego i niskiej temperaturze uniemożliwia utworzenie stabilnego filmu ślizgowego. Powstałe produkty zużycia podczas tarcia granicznego przyczyniają się do wzrostu współczynnika tarcia.

Przy wyższych wartościach powierzchniowego ładunku elektrycznego morfolofia warstwy tlenkowej Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/WS<sub>2</sub> lepiej utrzymuje w mikro- i mezoporach warstwy utworzony w wyniku współpracy tribologicznej jednolity film ślizgowy składający się z tworzywa PEEK/BG i dostarczonego przez warstwę modyfikatora WS<sub>2</sub>. W tym przypadku występuje tarcie ślizgowe (rys. 23.c) **H7**.

*Ocena właściwości użytkowych powłok tlenkowych  $Al_2O_3/WS_2$* 

Celem badań opisanych w artykule **H12** i przytoczonych w monografii **H1** było wykazanie wpływu technologii otrzymywania powłok tlenkowych  $Al_2O_3/WS_2$  na właściwości użytkowe siłownika pneumatycznego w rzeczywistym układzie pneumatycznym sterowanym elektromagnetycznie (rys.24).



Rys. 24. Stanowisko do badania właściwości użytkowych siłowników pneumatycznych  
Źródło: materiał własny

Otrzymane wyniki badań oraz ich analiza potwierdzają zasadność modyfikacji warstw  $Al_2O_3$  dwusiarczkiem wolframu  $2H-WS_2$  w celu zwiększenia trwałości eksploatacyjnej siłowników pneumatycznych z gładzią tlenkową, zasilanych powietrzem niesmarowanym mgłą olejową. Modyfikacja dwusiarczkiem wolframu warstwy  $Al_2O_3$  przyczyniła się do powstania filmu ślizgowego na gładzi cylindra modyfikowanego  $WS_2$  oraz na uszczelkach zgarniających z nim współpracujących, co przekłada się na równomierną pracę tłoka podczas 180-godzinnej pracy siłownika. Siłownik z warstwą niemodyfikowaną wykazywał się nieregularną pracą już po około 70 godzinach. Zwiększone opory ruchu tłoka wywołane brakiem smarowania w siłowniku niemodyfikowanym przyczyniły się do nadmiernego zużycia uszczelki zgarniającej oraz pierścienia prowadzącego tłoka w wyniku współpracy tribologicznej. Większe opory ruchu są również powodem wyższej temperatury w strefie tarcia tego siłownika. Lepsze właściwości ślizgowe gładzi cylindra modyfikowanego wynikają z obecności dyspersji dwusiarczku wolframu  $2H-WS_2$  na powierzchni warstwy wytworzonej w wyniku anodowania stopu aluminium w elektrolicie z dodatkiem tego smaru stałego. Obecność  $2H-WS_2$  na powierzchni warstwy tlenkowej ułatwia nakładanie się filmu ślizgowego na współpracujących elementach i pozwala na zmianę charakteru pracy pary ślizgowej.

Mimo wyższych wartości parametrów chropowatości powierzchni wykazanych dla gładzi cylindra modyfikowanego struktura geometryczna powierzchni warstwy modyfikowanej 2H-WS<sub>2</sub> pozostaje korzystna dla zastosowań tribologicznych w bezolejowych układach kinematycznych.

### Podsumowanie

Na podstawie analizy wyników badań struktury i morfologii powierzchni, pomiarów grubości warstw, pomiarów mikrotwardości, właściwości tarciovych i zużyciowych oraz charakterystyki struktury geometrycznej powierzchni warstw tlenkowych Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> domieszkowanych dwusiarczkiem wolframu otrzymanych na stopie aluminium EN-AW 5251, możliwe było wyciągnięcie następujących wniosków:

- Otrzymywanie warstw tlenkowych z domieszką dwusiarczku wolframu podczas procesu elektrolizy skutkuje tworzeniem się powłoki tlenkowej Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wraz ze stałymi, zdyspergowanymi pomiędzy włóknami tlenku aluminium cząstkami 2H-WS<sub>2</sub> lub IF-WS<sub>2</sub>.
- Otrzymywanie warstw tlenkowych metodą dwustopniową pokazało, że możliwe jest wprowadzenie nanoproszku IF-WS<sub>2</sub> w nanopory i mikropory w przypowierzchniowej części warstwy tlenku Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, przy czym znaczącą rolę w sposobie wprowadzenia IF-WS<sub>2</sub> ma jakość nanolubrikantu oraz medium wykorzystane do jego wprowadzenia w strukturę tlenku.
- Grubość warstw tlenku aluminium modyfikowanych WS<sub>2</sub> jest stosunkowo łatwo otrzymywana w zakresie od ~32 do ~ 68 μm i zależy głównie od temperatury oraz gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego (zależnego od czasu procesu). Warstwy o tej grubości mogą być wykorzystywane do zastosowań w skojarzeniach tribologicznych.
- Mikrotwardość warstw tlenkowych z domieszką 2H-WS<sub>2</sub> i IF-WS<sub>2</sub> zależała od temperatury i czasu procesu technologicznego oraz maleje od podłoża do powierzchni warstwy w zakresie 8–1,5 MPa. Gradient mikrotwardości warstw tlenkowych uzależniony jest od budowy i rozmiarów ścianek nanowłókien tlenku aluminium. Ścianki nanowłókien są przy podłożu stopu najgrubsze i zmniejszają się wraz z odległością od podłoża. Domieszkowanie warstw tlenkowych proszkiem WS<sub>2</sub> lub nanoproszkiem IF-WS<sub>2</sub> ma korzystny wpływ na

ich charakterystyki tarciovo-zużyciowe niezależnie od metody wytwarzania warstw. Doborem warunków technologicznych (gęstość powierzchniowa ładunku elektrycznego, temperatura i czas elektrolizy, a także sposób wprowadzania i jakość modyfikatora) podczas otrzymywania warstw  $\text{Al}_2\text{O}_3$  z domieszką modyfikatora można wpływać na wartości współczynnika tarcia i intensywność zużywania przeciwpróbki według potrzeb aplikacyjnych.

- Analiza struktury geometrycznej powierzchni oparta na porównaniu parametrów podstawowych i pomocniczych wsparła wykazanie zmienności SGP, która występuje dla wybranych parametrów w zależności od zawartości  $\text{WS}_2$  w warstwie, gęstości powierzchniowej ładunku elektrycznego, czasu anodowania czy temperatury. Wskazane systematyczne trendy zależności wielkości parametrów SGP przyczyniły się do wyjaśnienia zmian zachodzących na powierzchni warstw w wyniku współpracy tribologicznej w wybranym skojarzeniu.

### Obszary przyszłych badań

Kierowana potrzebą podsumowania dotychczasowej pracy badawczej napisałam artykuł **H13** zawierający przegląd wybranych metod modyfikacji struktury i właściwości warstw tlenku glinu na stopach aluminium. W oparciu o kilkunastoletnie badania laboratoryjne, zdobytą wiedzę i doświadczenie zdecydowałam się na przedstawienie [**H1**, **H13**] obszarów dalszych badań, przytoczonych poniżej, które mam nadzieję, będą również udziałem moich przyszłych badań.

Ze względu na: wysoki stosunek wytrzymałości do masy materiału, odporność na korozję oraz cenę coraz większa gama stopów aluminium jest brana pod uwagę przy budowie maszyn i urządzeń w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym, spożywczym i farmaceutycznym. Wraz z nowymi modyfikacjami materiału podłoża, jakim są stopy aluminium, pojawiają się nowe wyzwania w doborze i optymalizacji parametrów procesu otrzymywania warstw tlenkowych na tych stopach. Konieczne wydaje się zwrócenie szczególnej uwagi na badania i analizy mikroporowatości i nanoporowatości warstwy tlenkowej, gdyż oba rodzaje porowatości występują w warstwie i mogą być wykorzystywane jako rezerwuary dla modyfikatorów, np. w celu uzyskania pożądaných właściwości tribologicznych warstwy.

Kolejnym wyzwaniem jest opracowanie komputerowej, ilościowej analizy obrazu, która oprócz nano- i mikroporowatości uwzględni także kształt oraz rozmiar widocznych kraterów i lameli występujących na powierzchni warstwy tlenkowej.

W przyszłych pracach można sprawdzić również, czy wyniki badań dla jednego stopu można przenieść i powtórzyć dla większej liczby stopów aluminium. Dodatkowym zadaniem przy modyfikowaniu warstw tlenkowych za pomocą stałych środków smarnych lub innych metali jest określenie wpływu wielkości i jakości modyfikatorów na właściwości warstwy. Konieczne wydaje się poszukiwanie możliwości rozbijania modyfikatorów połączonych w aglomeraty i otrzymywania jednorodnej zawiesiny umożliwiającej wprowadzenie modyfikatorów w nanoporowatą warstwę tlenku. Opracowanie technologii syntezy nanoproszków w utworzonej wcześniej warstwie tlenkowej jako sposobu wytwarzania nanokompozytów także wydaje się ciekawym zadaniem. Otwarty pozostaje obszar badawczy zjawisk towarzyszących współpracy tribologicznej i związane z nim procesy selekcji oraz testowania współpracujących materiałów. Selekcja dotyczyć może doboru przeciwpróbki dla modyfikowanej warstwy tlenkowej czy wyboru testera tribologicznego.

Analiza planów dwu- i trójwartościowych przeprowadzonych w prezentowanym cyklu osobnych badań wkracza w zagadnienia połączenia wpływu kilku czynników wejściowych ustalanych na różnych poziomach wartości na kilka wielkości wyjściowych. Ta wieloczynnikowa analiza prowadzonych badań niesie za sobą wiele trudności fizycznego modelowania i jednoznacznego matematycznego opisu stanowiących spore wyzwanie.

Obecnie powstają już publikacje przedstawiające wyniki modelowania komputerowego, które dobrze korelują z rzeczywistością, modele te są jednak zawsze oparte na podstawowych danych badawczych, bez uwzględnienia kwestii powtarzalności procesu lub wyników badań, nieoparte odpowiednią liczbą wykonanych eksperymentów, często niestety z przyczyn ekonomicznych. Przyszłe badania nad przedmiotowymi domieszkowanymi warstwami tlenkowymi mogą również dotyczyć rozwiązywania problemów związanych z przeniesieniem wyników badań laboratoryjnych do potencjalnych zastosowań w przemyśle.

## Literatura

- [1] Holmberg K, Erdemir A. Influence of Tribology on Global Energy Consumption, Costs and Emissions. *Friction* 2017; 5: 263–284.

- 
- [2] Kato K. Industrial Tribology in the Past and Future. *Tribology Online* 2011; 6: 1–9.
- [3] Ciulli E. Tribology and Industry: From the Origins to 4.0. *Frontiers in Mechanical Engineering* 2019; 5: 1–12.
- [4] European Aluminium. *VISION 2050 / A vision for Strategic, low carbon and competitive aluminium*. Epub ahead of print 2022. DOI: european-aluminium.eu/wp-content/uploads/2022/10/sample\_vision-2050-low-carbon-strategy\_20190401.pdf.
- [5] Korzekwa J. Modification of the structure and properties of oxide layers on aluminium alloys: a review. *Reviews on Advanced Materials Science* 2023; 62: 20230108.
- [6] Skoneczny W. *Kształtowanie właściwości warstw wierzchnich aluminium i jego stopów metodą anodowania twardego*. Bielsko-Biała: Wydawnictwo Politechniki Łódzkiej filii w Bielsku-Białej, 2001.
- [7] Posmyk A. *Kształtowanie właściwości tribologicznych warstw wierzchnich na bazie aluminium*. Gliwice: Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, 2002.
- [8] Posmyk A. Influence of aluminium oxidation on insulation properties of oxide coating. *Surface Engineering* 2019; 35: 573–577.
- [9] Snogan F, Blanc C, Mankowski G, et al. Characterisation of sealed anodic films on 7050 T74 and 2214 T6 aluminium alloys. *Surface Coatings Technology* 2002; 154: 94–103.
- [10] Aerts T, Dimogerontakis T, De Graeve I, et al. Influence of the anodizing temperature on the porosity and the mechanical properties of the porous anodic oxide film. *Surface Coatings Technology* 2007; 201: 7310–7317.
- [11] Bensalah W, Elleuch K, Feki M, et al. Comparative study of mechanical and tribological properties of alumina coatings formed on aluminium in various conditions. *Materials and Design* 2009; 30: 3731–3737.
- [12] Kwiatkowski L, Tomassi P. Powłoki konwersyjne na blachach aluminiowych - technologie wytwarzania i metody badań. *Inżynieria Powierzchni* 2009; 1: 36–45.
- [13] Kmita T, Skoneczny W. Increase of operational durability of a plastic material-oxide coating couple as a result of the application of a pulsed anodizing process. *Eksploatacja i Niezawodność* 2010; 45: 77–82.
- [14] Kmita T, Bara M. Surface oxide layers with an increased carbon content for applications in oil-Less tribological systems. *Chemical and Process Engineering - Inżynieria Chemiczna i Procesowa* 2012; 33: 479–486.
- [15] Szeptycka B. Streszczenia artykułów z zakresu galwanotechniki opublikowanych w czasopiśmie „Inżynieria Powierzchni”. *Biuletyn Galwanotechnika* 2013; 25: 22–24.
- [16] Tomassi P, Buczko Z, Żółciak T. Wytwarzanie i badanie anodowych warstw tlenkowych na aluminium do zastosowań w nanotechnologii. *Inżynieria Materiałowa* 2014; 6: 556–559.

- [17] Tomassi P, Buczko Z, Olkowicz K. The influence of anodic oxidation parameters on the growth rate of oxide coatings on aluminium. *Surface Engineering - Inżynieria Powierzchni* 2018; 23: 43-49.
- [18] Tsyntсарu N, Kavas B, Sort J, et al. Mechanical and frictional behaviour of nanoporous anodized aluminium. *Materials Chemistry and Physics* 2014; 148: 887–895.
- [19] Gilbert F, Dubé D, Ghali E, et al. Influence of stirring conditions on hard anodising of aluminium A6061-T6 shapes. *Canadian Metallurgical Quarterly*. Epub ahead of print 2014. DOI: 10.1179/1879139514Y.0000000125.
- [20] Cheng TC, Chou CC. The electrical and mechanical properties of porous anodic 6061-T6 aluminum alloy oxide film. *Journal of Nanomaterials* 2015; 1–6: <https://doi.org/10.1155/2015/371405>
- [21] Bara M, Kmita T, Korzekwa J. Microstructure and properties of composite coatings obtained on aluminium alloys. *Archives of Metallurgy and Materials* 2016; 61: DOI: 10.1515/amm-2016-0238.
- [22] Li YD, Zhang Y, Li SM, et al. Influence of adipic acid on anodic film formation and corrosion resistance of 2024 aluminum alloy. *Transaction of Nonferrous Metals Society of China (English Ed)*. Epub ahead of print 2016. DOI: 10.1016/S1003-6326(16)64137-7.
- [23] Kwolek P. Hard anodic coatings on aluminum alloys. *Advanced in Manufacturing Science and Technology* 2017; 41: 35–46.
- [24] Sieber M, Morgenstern R, Scharf I, et al. Effect of nitric and oxalic acid addition on hard anodizing of AlCu4Mg1 in sulphuric acid. *Metals (Basel)* 2018; 8: 1–15.
- [25] Kozhukhova AE, du Preez SP, Bessarabov DG. Preparation of anodized aluminium oxide at high temperatures using low purity aluminium (Al6082). *Surface and Coatings Technology* 2019; 378: 124970.
- [26] Remešová M, Tkachenko S, Kvarda D, et al. Effects of anodizing conditions and the addition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/PTFE particles on the microstructure and the mechanical properties of porous anodic coatings on the AA1050 aluminium alloy. *Applied Surface Science* 2015;513. Epub ahead of print 2020. DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.145780.
- [27] Kędra A, Koziarz M, Kmita T, et al. Assessment of the morphology, microstructure, stereometric and tribological properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surface layers produced electrolytically with the alternating current method in the presence of molybdenum disulfide. *Tribology Online* 2021; 16: 223–235.
- [28] Maejima M, Saruwatari K, Takaya M. Friction behaviour of anodic oxide film on aluminum impregnated with molybdenum sulfide compounds. *Surface and Coatings Technology* 2000; 132: 105–110.
- [29] Takaya M, Hashimoto K, Toda Y, et al. Novel tribological properties of anodic oxide coating of aluminum impregnated with iodine compound. *Surface and Coatings Technology* 2003; 169–170: 160–162.
- [30] Lee GS, Choi JH, Choi YC, et al. Tribological effects of pores on an anodized Al alloy surface as lubricant reservoir. *Current Applied Physics* 2011; 11: S182–



S186.

- [31] Tao X, Jianmin C, Jiazheng Z, et al. The pore-enlargement and self-lubrication treatment of anodic oxide film of aluminum. *Wear* 1996; 196: 214–218.
- [32] Skeldon P, Wang HW, Thompson GE. Formation and characterization of self-lubricating MoS<sub>2</sub> precursor films on anodized aluminium. *Wear* 1997; 206: 187–196.
- [33] Wang HW, Skeldon P, Thompson GE. Development and tribological assessment of self-lubricating anodic films on aluminium. *Surface and Coatings Technology* 1997; 88: 269–273.
- [34] Posmyk A, Wistuba H. Ceramic composite layers with glassy nanocarbon. *Composites* 2008; R8: 31–35.
- [35] Posmyk A, Wistuba H. Composite layers with ceramic matrix modified with glassy carbon destined for oil-less sliding pairings. *Archives of Metallurgy and Materials* 2011; 56: 909–917.
- [36] Lee JS, Gu GH, Kim H, et al. Growth of Carbon Nanotubes on Anodic Aluminum Oxide Templates: Fabrication of a Tube-in-Tube and Linearly Joined Tube. *Chemistry of Materials* 2001; 13: 2387–2391.
- [37] Skoneczny W, Bara M. Aluminium oxide composite layers obtained by the electrochemical method in the presence of graphite. *Materials Science- Poland* 2007; 25: 1053–1062.
- [38] Bara M, Skoneczny W. Properties of Composite Alluminium Oxide-Graphite Layers Obtained by an Electrolytic Method, *Advances in Manufacturing Science and Technology* 2008; 32(3): 61–68.
- [39] Bara M, Skoneczny W, Hajduga M. Ceramic-graphite surface layers obtained by the duplex method on an aluminium alloy substrate. *Chemical and Process Engineering - Inżynieria Chemiczna i Procesowa* 2009; 30: 431–442.
- [40] Hu N, Ge S, Fang L. Tribological properties of nano-porous anodic aluminum oxide template. *Journal of Central South University of Technology* 2011; 18: 1004–1008.
- [41] Escobar J, Arurault L, Turq V. Improvement of the tribological behavior of PTFE-anodic film composites prepared on 1050 aluminum substrate. *Applied Surface Science* 2012; 258: 8199–8208.
- [42] Wei XW, Deng LH. Preparation of PTFE composite anodic film on aluminium alloy 6061 using electrophoretic process. *Tribology – Materials, Surfaces and Interfaces* 2010; 4: 74–76.
- [43] Tu JP, Jiang CX, Guo SY, et al. Tribological properties of aligned film of amorphous carbon nanorods on AAO membrane in different environments. *Wear* 2005; 259: 759–764.
- [44] Burakowski T, Wierzchoń T. Inżynieria powierzchni metali. 1995; 555.
- [45] Tenne R, Margulis L, Genut M, et al. Polyhedral and cylindrical structures of tungsten disulphide. *Nature* 1992; 360: 444–446.

- [46] Feldman Y, Zak A, Popovitz-Biro R, et al. New reactor for production of tungsten disulfide hollow onion-like (inorganic fullerene-like) nanoparticles. *Solid State Sciences* 2000; 2: 663–672.
- [47] Sawyer WG, Blanchet TA. Lubrication of Mo, W, and their Alloys with H<sub>2</sub>S gas admixtures to room temperature air. *Wear* 1999; 225–229: 581–586.
- [48] Voevodin AA, Zabinski JS. Nanocomposite and nanostructured tribological materials for space applications. *Composite Science and Technology* 2005; 65: 741–748.
- [49] Sorrentino A. Tribology of self-lubricating polymer nanocomposites. *Self-Lubricating Composites* 2018; 105–131.
- [50] Korzekwa J, Skoneczny W. Właściwości tribologiczne warstwy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> modyfikowanej dwusiarczkiem wolframu we współpracy z tworzywem PEEK/BG. *Tribologia* 2009; 4: 79–88.
- [51] Wieleba W. Bezobsługowe łożyska ślizgowe z polimerów termoplastycznych. Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 2013; <https://www.dbc.wroc.pl/dlibra/publication/34545/edition/31367/content?ref=desc>.
- [52] Prema. *Catalog card, Siłowniki pneumatyczne D40-D320*, <https://www.prema.pl/oferta/10.015F.0020A> (2021).
- [53] Korzekwa J, Dercz G, Wieczorek P, et al. Sol-gel coatings with IF-WS<sub>2</sub> on aluminum oxide layer. In: *METAL 2018 - 27th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*. 2018, pp. 1139–1144.
- [54] Korzekwa J. *Modyfikacje dwusiarczkiem wolframu powłok tlenkowych wytwarzanych na stopach aluminium*. Katowice: Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, 2024. DOI: <https://doi.org/10.31261/PN.4203>.
- [55] Korzekwa J, Skoneczny W. XRD and SEM study of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/WS<sub>2</sub> nanostructures. *NANOCON 2012 - Conf Proceedings, 4th Int Conf 2012*; 826–831.
- [56] Korzekwa J, Gądek-Moszczak A, Bara M, et al. Analysis of the properties of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / IF-WS<sub>2</sub> surface layers obtained in three-component' electrolyte. In: *METAL 2019 - 28th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*. TANGER Ltd., 2019, pp. 1068–1073.
- [57] Korzekwa J, Skoneczny W, Kaptacz S. The impact of the conditions of obtaining Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/WS<sub>2</sub> layers on their tribological properties. *Logistyka*; 6.

5. Informacja o wykazywaniu się istotną aktywnością naukową albo artystyczną realizowaną w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej.

W 2003 roku obroniłam pracę magisterską na temat: „*Wpływu lantanu na dielektryczne właściwości ceramiki PLZT*” w Zakładzie Fizyki Materiałów Niemetalicznych Uniwersytetu Śląskiego. W zakładzie tym rozpoczęłam swoją aktywność naukową na stanowisku asystenta. Jednocześnie podjęłam studia doktoranckie i kontynuowałam badania związane z tematyką ferro- i antyferroelektrycznej ceramiki PLZT pod opieką prof. dr hab. Zygmunta Surowiaka oraz dr hab. Ryszarda Skulskiego, który ostatecznie został promotorem mojej pracy doktorskiej. Podczas studiów doktoranckich w latach 2005-2006 odbyłam 10 miesięczny (3+7 miesięcy), staż naukowy w ramach stypendium Marie Curie Training Site w Instytucie Jozefa Stefana w Ljubljanie (załącznik 3.1 i 3.2, wtedy pod nazwiskiem panią Joanna Skrzypek). Doświadczenie naukowe podczas stażu zdobywałam w Zakładzie Ceramiki Elektronicznej pod opieką pani prof. Marii Koseč, pani prof. Danjeli Kuščer-Hrovatin, pani prof. Barbary Malič i pana inżyniera Silvo Drnovšek. W efekcie stażu naukowego powstały 3 wspólne publikacje oraz praca doktorska. nt. „*Wpływu stechiometrii i warunków technologicznych na przejścia fazowe między stanem ferro- i antyferroelektrycznym w ceramice PLZT x/90/10*”. Praca doktorska została wyróżniona.

W 2008 roku rozpoczęłam aktywność naukową w Zakładzie Technologii Warstw Powierzchniowych kierowanym przez dr hab. Władysława Skonecznego prof. UŚ. Od tego momentu głównym tematem moich badań naukowych stała się modyfikacja warstw tlenkowych otrzymywanych na stopach aluminium. W 2012 roku rozpoczęłam mailową korespondencję z prof. Reshef Tenne z Weizmann Institute of Science w Izraelu. Naukowy dyskurs z prof. Reshef Tenne oraz prof. Alla Zak z Weizmann Institute of Science w Izraelu na temat wykorzystania fullereno-podobnych cząstek smarów stałych w powłokach tlenkowych zaowocował współpracą naukową, artykułem naukowym oraz prezentacją posteru na spotkaniu: Final Meeting of the COST Action MP0902 - Composites of Inorganic Nanotubes and Polymers (COINAPO) Kreta, Heraclion, 14-15 wrzesień 2013.

Potwierdzenie współpracy znajduje się m.in. na str. 30 i 43 w dokumencie elektronicznym pod nazwą „załącznik 3.3”.

W 2013 roku rozpoczęłam współpracę z panem prof. Leszkiem Wojnarem z Politechniki Krakowskiej. Współpraca dotyczyła ilościowego opis mikrostruktury powłok tlenkowych na podstawie obrazów SEM. Kontakty naukowe z Politechnika Krakowską zostały poszerzone o współpracę z panem prof. dr. hab. inż. Jackiem Pietraszkiem oraz panią dr hab. inż. Anetą Gądek-Moszczak. Współdziałanie zostało rozszerzone o prace z zakresu komputerowego wspomaganie planowania i analizy statystycznej. Potwierdzeniem współpracy jest 10 wspólnych prac naukowych.

## 6. Informacja o osiągnięciach dydaktycznych, organizacyjnych oraz popularyzujących naukę lub sztukę.

### 6.1. Osiągnięcia dydaktyczne

Po uzyskaniu stopnia doktora byłam promotorem 9 prac magisterskich oraz 8 prac inżynierskich obronionych na Uniwersytecie Śląskim.

Moje osiągnięcia dydaktyczne obejmują opracowanie treści merytorycznych prowadzonych przeze mnie zajęć na studiach I i II stopnia na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach (obecnie Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych), Uniwersytetu Śląskiego. W szczególności w ramach pracy dydaktycznej prowadziłam zajęcia laboratoryjne lub ćwiczenia z przedmiotów takich jak: pracownia technologiczna, techniki wytwarzania tworzyw ceramicznych, nauka o materiałach, komputerowe wspomaganie w technice i dydaktyce, fizyka, technika eksperymentu, metrologia, pracownia konstruktorska, komputerowe wspomaganie napędów pneumatycznych i hydraulicznych, podstawy konstrukcji i eksploatacji maszyn. Po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych tworzyłam i prowadziłam autorskie wykłady oraz laboratoria z: komputerowej analizy obrazu, CAD I, mechaniki oraz komputerowego wspomaganie w planowaniu i analizie statystycznej.

Prowadziłam również zajęcia dydaktyczne w języku angielskim w ramach mobilności w programie Erasmus:

- Erasmus + Staff mobility for Teaching, 16-20.05.2016, University of Zilina, Słowacja

- Erasmus + Staff mobility for Teaching, 27.12.2017 -1.12.2017, University of Zilina, Słowacja.

W 2018 byłam współtwórcą i koordynatorem projektu dydaktycznego: pt.: „Kariera zaczyna się na uczelni” w ramach projektu z funduszy strukturalnych „Czas na staż – granty dla innowatorów społecznych oferujących nowe rozwiązania praktycznej nauki zawodu w przejściu z edukacji do pracy” POWR.04.01.00-00-I050/15.

## 6.2. Osiągnięcia organizacyjne

W 2009 roku pełniłam funkcję zastępcy przewodniczącego Wydziałowej Komisji Rekrutacyjnej dla kierunku Edukacja Techniczno-Informatyczna, Uniwersytetu Śląskiego.

W latach 2012, 2015 i 2022 zostałam powołana na opiekuna toku studiów I lub II stopnia na kierunku Mechatronika.

W 2015 roku byłam członkiem Wydziałowej Komisji Konkursowej prowadzącej postępowanie kwalifikacyjne kandydatów- cudzoziemców.

Od 2010 roku jestem współtwórcą programu nauczania na kierunku mechatronika. Pełniłam również funkcje członka zespołu ds. wdrażania Krajowych Ram Kwalifikacji na kierunku Mechatronika I i II stopnia, członka zespołu ds. wewnętrznego systemu zapewniania jakości kształcenia na kierunku Mechatronika I i II stopnia.

W latach, 2014 i 2015 byłam sekretarzem Komisji ds. Oceny Pracowników Niebędących Nauczycielami Akademickimi.

W latach 2014-2018 byłam koordynatorem wydziałowym programu Erasmus w Instytucie Technologii i Mechatroniki oraz Instytucie Nauki o Materiałach.

W roku 2018 byłam koordynatorem umowy 20/CNS/2017 w projekcie „Czas na staż – granty dla innowatorów społecznych oferujących nowe rozwiązania praktycznej nauki zawodu w przejściu z edukacji do pracy” pt.: „Kariera zaczyna się na uczelni” POWR.04.01.00-00-I050/15

W latach 2016-2019 pełniłam funkcję zastępcy dyrektora ds. dydaktycznych w Instytucie Technologii i Mechatroniki na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach, Uniwersytetu Śląskiego.

### 6.3. Osiągnięcia popularyzujące naukę lub sztukę.

W 2009 roku na Festiwalu Nauki w zespole Szkół Mechaniczno-Elektronicznych w Bytomiu oraz 2012 na wystawie w Pałacu Schoena w Sosnowcu wygłosiłam wykłady popularyzujące zagadnienia związane z komputerowym wspomaganie projektowania.

W 2017 roku współtworzyłam film promujący kierunek Mechatronika oraz byłam współorganizatorem Konkursu Wiedzy Technicznej na Uniwersytecie Śląskim. W tym samym roku byłam współorganizatorem stoiska pokazowego reprezentującego Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach na Śląskim Festiwalu Nauki w Międzynarodowym Centrum Kongresowym w Katowicach.

W latach pełnienia funkcji zastępcy dyrektora ds. dydaktycznych, byłam jednym z redaktorów strony internetowej Instytutu Technologii i Mechatroniki.

W 2022 roku na stronach Uniwersytetu Śląskiego napisałam krótki artykuł popularyzujący naukę z okazji Międzynarodowego Dnia Kobiet i Dziewcząt w Nauce (<https://us.edu.pl/wydzial/wnst/2022/02/11/md-kobiet-i-dziewczat-w-nauce/#1630400799283-99323747-9967>)

W 2023 przeprowadziłam warsztaty komputerowe dla uczestników Święta Liczby Pi – edycja XVII w Uniwersytecie Śląskim.

22.03.2024 brałam udział w reprezentowaniu i promowaniu Instytutu Inżynierii Materiałowej w Ogólnopolskim Dniu Inżynierii Materiałowej w Śląskim Międzyuczelnianym Centrum Edukacji i Badań Interdyscyplinarnych.

### 7. Informacje, ważne z mojego punktu widzenia, dotyczące mojej kariery zawodowej.

Nagrody i wyróżnienia:

2007 rok - wyróżnienie przez Radę Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach pracy doktorskiej pt.: „Wpływ stechiometrii i warunków technologicznych na przejścia fazowe między stanem ferro- i antyferroelektrycznym w ceramice PLZT x/90/10”;

2012 rok - nagroda zespołowa III stopnia za działalność dydaktyczną;

2015 rok - nagroda zespołowa III stopnia JM Rektora za działalność naukowo-badawczą;

2020 rok - złota odznaka „Za zasługi dla Uniwersytetu Śląskiego”.

*Joanna Korzekwa*