



dr Adrian Barylski

Załącznik nr 3

Autoreferat przedstawiający opis całego dorobku i osiągnięć
naukowych

Chorzów 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.....	4
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.)	4
4.1. Wykaz publikacji będących podstawą głównego osiągnięcia naukowego wraz z indywidualnym wkładem wnioskodawcy w ich powstanie.....	4
4.2. Omówienie celu naukowego i osiągniętych wyników	13
4.2.1. Wprowadzenie	13
4.2.2. Analiza najważniejszych rezultatów badań.....	17
5. Informacja o wykazywaniu się istotną aktywnością naukową albo artystyczną realizowaną w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej	45
6. Informacja o osiągnięciach dydaktycznych, organizacyjnych oraz popularyzujących naukę lub sztukę	52



1. Imię i nazwisko

Adrian Barylski

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

2013 Doktor nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa -
Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Informatyki i Nauki
o Materiałach

Tytuł pracy doktorskiej: *„Opracowanie metody i analizy efektywności
podwyższenia odporności na zużycie ścierne polimerów dla endoprotezoplastyki”*

Promotor: Prof. dr hab. Jerzy Cybo

Promotor pomocniczy: dr Joanna Maszybrocka, Prof. UŚ

Recenzent: Prof. dr hab. inż. Jerzy Okrajni

Recenzent: Dr hab. Władysław Skoneczny, Prof. UŚ

Data uzyskania stopnia doktora: 20.09.2013 r. - praca wyróżniona
uchwałą Rady Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach

2008 Magister w zakresie techniki i informatyki o specjalizacji nauczycielskiej –
Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Informatyki i Nauki
o Materiałach

Temat pracy dyplomowej: *„Ocena właściwości mikromechanicznych
polietylenu GUR 1020 kształtowanych przez wstępny zgniot i napromieniowanie
wiązką elektronów”*

Promotor: Prof. dr hab. Jerzy Cybo

Data uzyskania tytułu magistra: 10.06.2008 r. – studia ukończone w
grupie 5% najlepszych absolwentów Uczelni

2003 Technik elektronik o specjalności elektryczna i elektroniczna automatyka
przemysłowa. Zespół Szkół Energetycznych w Sosnowcu

Temat pracy dyplomowej: *„Rodzaje tranzystorów w elektronice. Szkolny
serwer linuxowy ze stroną www”*

Promotor: Mgr Krzysztof Szyszka

Data uzyskania dyplomu technika: 16.06.2003 r. – ocena bardzo dobra



3. Informacja o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych lub artystycznych

Główne miejsce zatrudnienia:

2014 - nadal Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych, Instytut Inżynierii Materiałowej, stanowisko: adiunkt

2009 – 2014 Uniwersytet Śląski w Katowicach, Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach, Katedra Materiałoznawstwa, stanowisko: asystent

Dodatkowe miejsca zatrudnienia:

2016 – 2018 Wyższa Szkoła Biznesu w Dąbrowie Górniczej, stanowisko: wykładowca (umowa cywilnoprawna)

2010 – 2014 Zespół Szkół Ponadgimnazjalnych Nr 1 im. gen. Jerzego Ziętka w Mysłowicach, stanowisko: nauczyciel przedmiotów zawodowych

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.)

Jako główne osiągnięcie naukowe, o którym mowa z art. 219 ust. 1 pkt 2 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, stanowiące znaczny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa, wskazuję cykl dziewięciu jednotematycznych artykułów naukowych, w których zawarto rezultaty badań skoncentrowanych wokół tematyki badawczej dotyczącej zagadnienia zatytułowanego:

„Poprawa trwałości eksploatacyjnej węzłów tarcia stopów magnezu z metalami ziem rzadkich (Mg-Y-Zr-Nd) kształtowanych przez złożoną obróbkę cieplną połączoną z głęboką obróbką kriogeniczną”

4.1. Wykaz publikacji będących podstawą głównego osiągnięcia naukowego wraz z indywidualnym wkładem wnioskodawcy w ich powstanie

Poniżej przedstawiono spis artykułów wchodzących w skład cyklu stanowiącego podstawę wiodącego osiągnięcia naukowego, z syntetycznym opisem zakresu prac badawczych wykonanych przez autora wniosku. Artykuły zestawiono w porządku



odpowiadającym poszczególnym etapom procesu doboru warunków obróbki cieplnej (przesycania, starzenia) i późniejszego połączenia jej z głęboką obróbką kriogeniczną. W zestawieniu wskazano autora prowadzącego korespondencję z wydawnictwem i recenzentami poprzez oznaczenie (*).

[C1] **A. Barylski***, K. Aniołek, M. Dworak

The influence of solution treatment on the structure and mechanical and tribological properties of magnesium alloy WE54,
Tribologia 3 (2016) 19-28.

<http://dx.doi.org/10.5604/01.3001.0010.7289>

MNiSW: 15; IF₂₀₁₆: -; 5-letni IF₂₀₁₆: -

Mój wkład w powstanie publikacji polegał na zaproponowaniu hipotezy badawczej i opracowaniu metodyki badań. Prace koncentrowały się na eksperymentach związanych z doбором temperatury przesycania (525°C i 545°C) oraz różnymi warunkami chłodzenia (0°C, 20°C, 95°C) i badaniem wpływu tych parametrów na właściwości stopu magnezu WE54. Opracowałem metodykę przygotowania powierzchni stopu (szlifowanie, polerowanie), przeanalizowałem zmiany mikrostruktury, w tym rozpuszczenie faz międzymetalicznych i wzrost ziarna. Badania mikrostrukturalne wykonałem z wykorzystaniem mikroskopii optycznej, uczestniczyłem także w badaniach fazowych metodą dyfraktometrii rentgenowskiej XRD. Oceeniłem także parametry nanoindentacji przy użyciu nanotwardościomierza NHT², stosując metodę Olivera-Pharr'a. Przeprowadziłem również testy tribologiczne za pomocą tribometru TRN i badania powierzchni wytarcia przy użyciu profilografometru stykowego, mierząc zużycie objętościowe, liniowe oraz współczynnik tarcia w ruchu obrotowym. Wyniki badań wykazały znaczący wpływ zarówno temperatury przesycania, jak i temperatury chłodzenia na właściwości mechaniczne i tribologiczne stopu. Zaobserwowano, że niższe wartości twardości i większa plastyczność stopu jest ściśle związana z wyższą temperaturą przesycania (545°C) oraz chłodzeniem w wodzie z lodem (0°C). Taki proces obróbki sprzyjał także zwiększeniu odporności na zużycie tribologiczne stopu, zmniejszając zarówno zużycie objętościowe, jak i liniowe, a także współczynnik tarcia. Kierowałem całością badań, prowadziłem prace eksperymentalne, analizowałem wyniki badań, opracowałem konspekt artykułu i przygotowałem tekst publikacji. Wyniki badań przedstawiłem także na konferencji „XXXV



Jesienna Szkoła Tribologiczna 2016" w Gdańsku. Swój udział procentowy szacuję na 80%. Udział pozostałych autorów zawarto w stosownych oświadczeniach [O1, O2], badania XRD wykonałem przy ścisłej współpracy z dr hab. Grzegorzem Derczem, Prof. UŚ.

[C2] **A. Barylski***, M. Kupka, K. Aniołek, J. Rak

The effect of precipitation hardening on the structure and mechanical and tribological properties of magnesium alloy WE54,

Vacuum 139 (2017) 77-86.

<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.02.015>

MNiSW: 25; IF₂₀₁₇: 2,067; 5-letni IF₂₀₁₇: 1,867

Moja rola w przygotowaniu publikacji obejmowała sformułowanie hipotezy badawczej oraz opracowanie metodyki badań. Obróbka cieplna obejmowała przesycaanie stopu (Mg-Y-Nd – WE54) w temperaturze 545°C przez 8 godzin (chłodzenie w temperaturach 0°C i 95°C) oraz starzenie w temperaturze 250°C przez okres od 8 do 48 godzin. Prace koncentrowały się na eksperymentach dotyczących doboru czasu starzenia oraz wpływu utwardzenia wydzieleniowego na mikrostrukturę i wybrane właściwości stopu magnezu WE54. Do scharakteryzowania mikrostruktury stopu użyłem takich metod badawczych jak mikroskopia optyczna wraz z analizą wybranych parametrów stereologicznych, skaningowa mikroskopia elektronowa oraz dyfraktometria rentgenowska. Zbadałem także właściwości mechaniczne (nanoindentacja), tribologiczne i wykonałem pomiary profilografometryczne. Badania wykazały, że odpowiednio dobrane parametry utwardzania wydzieleniowego (temperatura przesycaania, temperatura medium chłodzącego i czas starzenia) znacząco wpływają na właściwości stopu WE54, czyniąc go odpowiednim do zastosowań wymagających wysokiej wytrzymałości i dobrej odporności na zużycie. Badania przyczyniły się do głębszego zrozumienia, jak optymalizować warunki tego typu obróbki cieplnej w celu poprawy trwałości eksploatacyjnej stopu magnezu z metalami ziem rzadkich. Kierowałem procesem badawczym, wykonywałem prace eksperymentalne i analizę wyników opracowywałem zarys artykułu oraz redagowałem tekst gotowej publikacji. Szacuję, że moje zaangażowanie w niniejszą pracę stanowiło 75%. Wkład pozostałych autorów został przedstawiony w oświadczeniach autorskich [O1, O3, O4]. Badania metodą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) przeprowadziłem dzięki pomocy dr hab. Grzegorza Dercza, Prof. UŚ.



[C3] **A. Barylski***, K. Aniołek, M. Kupka, M. Dworak

The effect of load on the tribological properties of magnesium alloy WE54 after precipitation hardening,

Tribologia 4 (2017) 11-15.

<https://doi.org/10.5604/01.3001.0010.5974>

MNiSW: 15; IF₂₀₁₇: -; 5-letni IF₂₀₁₇: -

We wskazanej publikacji zaproponowałem hipotezę badawczą i plan realizacji badań. Wykonałem proces utwardzania wydzieleniowego według poprzednio dobranych warunków obróbki cieplnej. Przeprowadziłem badania mikromechaniczne oraz wykonałem testy tribologiczne w ruchu obrotowym dla trzech różnych obciążeń (2 N, 5 N, 10 N). Zmierzyłem za pomocą profilografometru stykowego powierzchnię śladów wytarcia oraz wykonałem obliczenia specyficznego wskaźnika zużycia. Określiłem ponadto zużycie linowe i zmiany współczynnika tarcia dla poszczególnych obciążeń. Badania wykazały, że zaproponowane parametry utwardzania wydzieleniowego wpłynęły na poprawę właściwości mechanicznych i tribologicznych niezależnie od zastosowanego obciążenia podczas testów. Zaplanowałem i opracowałem proces badawczy, przeprowadzałem badania eksperymentalne i dokonałem oceny uzyskanych rezultatów, przygotowywałem szkic artykułu oraz zajmowałem się edytowaniem tekstu publikacji. Wyniki badań przedstawiono także na konferencji „XXXVI Jesienna Szkoła Tribologiczna 2017” w Wieliczce. Oceniam, że mój udział w tej pracy wynosił 75%. Udział procentowy pozostałych autorów przedstawiono w stosownych oświadczeniach [O1, O2, O3].

[C4] **A. Barylski***, K. Aniołek, G. Dercz, M. Kupka, S. Kaptacz

The effect of deep cryogenic treatment and precipitation hardening on the structure, micromechanical properties and wear of the Mg-Y-Nd-Zr alloy,

Wear 468-469 (2021) 203587.

<https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203587>

MNiSW: 200; IF₂₀₂₁: 4,695; 5-letni IF₂₀₂₁: 4,856

W ramach prac badawczych opracowałem koncepcję realizacji badań. Przygotowałem powierzchnię materiału do badań, przeprowadziłem proces utwardzania wydzieleniowego stopu magnezu WE54 po raz pierwszy w połączeniu z głęboką obróbką kriogeniczną



w różnych wariantach. Wykazano, że wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej zwłaszcza przed procesem starzenia prowadzi do znacznego przyspieszenia tego procesu (zwiększenie liczby faz międzymetalicznych) i umocnienia stopu oraz znacznego zmniejszenia zużycia tribologicznego. Wykonałem badania mikroskopii optycznej wraz z analizą ilościową, skaningowej mikroskopii elektronowej z analizą EDS, uczestniczyłem w badaniach fazowych metodą dyfrakcji rentgenowskiej XRD. Przeprowadziłem testy mikromechaniczne. Wykonałem badania tribologiczne w ruchu obrotowym oraz ruchu posuwisto-zwrotnym po okręgu. Przeprowadziłem pomiary profilografometryczne powierzchni przed procesem tarcia oraz uczestniczyłem w badaniach profilografometrycznych 3D śladów wytarcia. Zbadałem morfologię śladów wytarcia i określiłem główne mechanizmy zużycia tribologicznego dla obu rodzajów ruchu.

Nadzorowałem całość badań, prowadziłem prace eksperymentalne, analizowałem wyniki badań, opracowałem konspekt artykułu, przygotowałem ilustracje i tekst publikacji oraz pozyskałem środki finansowe w ramach projektu NCN – Miniatura-4 (2020/04/X/ST5/00256). Swój udział procentowy szacuję na 70%. Udział pozostałych autorów zawarto w stosownych oświadczeniach [O1, O3, O5, O6].

[C5] **A. Barylski***, K. Aniołek, G. Dercz, M. Kupka, I. Matuła, S. Kaptacz

The sclerometrical, mechanical and wear behavior of the Mg-Y-Nd magnesium alloy after deep cryogenic treatment combined with heat treatment,
Materials 14 (5) (2021) 1218.

<https://doi.org/10.3390/ma14051218>

MNiSW: 140; IF₂₀₂₁: 3,748; 5-letni IF₂₀₂₁: 4,042

We wskazanej publikacji opracowałem koncepcję i metodykę badań. Dla uprzednio dobranych warunków złożonej obróbki cieplnej stopu magnezu WE54 przeprowadzono dodatkowe analizy. Wykonałem badania mikroskopii optycznej wraz z analizą wielkości ziaren i udziałem objętościowym faz międzymetalicznych. Obserwowałem zgłady za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego z przystawką do wykonania mikroanalizy rentgenowskiej metodą EDS. Uczestniczyłem w badaniach analizy rentgenowskiej XRD. Zbadałem mikrotwardość metodą Vickersa. Wykonałem testy zarysowania powierzchni stopu metodą scratch-testu. Wykonałem pomiary profilografometryczne powierzchni wyźłobienia i plastycznego wypiętrzenia rys powstałych podczas testów zarysowania na

podstawie których policzyłem mikromechanizm zużycia ściernego β oraz wskaźnik odporności na zużycie ściernie $K_{a\beta}$. Ślady zarysowania powstałe podczas scratch-testu zobrazowałem także uzyskując izometryczny obraz 3D wraz mapą zmiany kolorów. Wykonałem dodatkowe testy tribologiczne w ruchu obrotowym potwierdzające skuteczność zastosowanej złożonej obróbki cieplnej. Badania wykazały znaczny wzrost ilości wydzielenia fazy β zidentyfikowanej jako $Mg_{46.1}Y_{6.25}RE_{3.45}$. Najkorzystniejsze zmiany odnotowano w przypadku stopu poddanego utwardzaniu wydzieleniowemu z wykorzystaniem głębokiej obróbki kriogenicznej po przesycaaniu oraz po starzeniu, gdzie skutecznie ograniczono powstawanie głębokich rys w badanym materiale i uzyskano duży wzrost odporności na zużycie ściernie. W opisywanej pracy zaplanowałem całość badań, prowadziłem prace eksperymentalne, analizowałem wyniki, opracowałem zarys artykułu, przygotowałem rysunki i tekst gotowej publikacji. Praca powstała w ramach projektu NCN – Miniatura-4 (2020/04/X/ST5/00256). Środki na publikację artykułu pozyskałem w ramach Inicjatywy Doskonałości Badawczej Uniwersytetu Śląskiego z programu „Otwarty Dostęp”. Swoją udział procentowy szacuję na 65%. Udział pozostałych autorów zawarto w stosownych oświadczeniach [O1, O3, O5, O6, O7].

[C6] **A. Barylski***, K. Aniołek, G. Dercz, P. Kowalewski, S. Kaptacz, J. Rak,
M. Kupka

Investigation of micromechanical properties and tribological behavior of WE43 magnesium alloy after deep cryogenic treatment combined with precipitation hardening,

Materials 14 (23) (2021) 7343.

<https://doi.org/10.3390/ma14237343>

MNiSW: 140; IF₂₀₂₁: 3,748; 5-letni IF₂₀₂₁: 4,042

W pracy opracowałem hipotezę i metodykę badań oraz zastosowałem opracowany proces złożonej obróbki cieplnej po raz pierwszy dla stopu o obniżonej zawartości itru i pierwiastków ziem rzadkich – WE43. Przygotowałem powierzchnie próbek. Wykonałem badania mikromechaniczne przy użyciu Micro Combi Testera (MCT³) dla 4 różnych wartości maksymalnego obciążenia. Wykonałem testy tribologiczne w skojarzeniu kul-tarcza w ruchu obrotowym. Uczestniczyłem w pomiarach profilografometrycznych 3D całego obszaru wytarcia - uzyskując izometryczny obraz 3D badanej powierzchni wraz mapą



zmiany kolorów. Obserwację zglądów metalograficznych i opis ilościowy struktury przeprowadziłem za pomocą mikroskopu świetlnego. Zglądy obserwowałem również za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego, za pomocą którego wykonałem także badania morfologii i mikroanalizę składu chemicznego śladów wytarcia oraz zbadałem powierzchnie kulek-przeciwpróbek ZrO₂. Określiłem następnie mechanizmy zużycia stopu WE43. Wykazano, że wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej DCT do procesu utwardzania wydzieleniowego dla stopu WE43 powoduje wzrost twardości, modułu Younga oraz ograniczenie całkowitej pracy indentacji. Obróbka ta wpływa na znaczne zmniejszenie zużycia tribologicznego stopu. Testy wykazały blisko 2-krotne ograniczenie powierzchni śladu wytarcia oraz zużycia objętościowego (specyficznego wskaźnika zużycia) stopu jak również ponad 2-krotne zmniejszenie zużycia liniowego. Określono główny mechanizm zużycia jako zużycie ściernie. Wyniki wskazują na istotną skuteczność zastosowanej złożonej obróbki cieplnej w poprawie trwałości eksploatacyjnej stopu WE43 z metalami ziem rzadkich.

W omawianej publikacji byłem odpowiedzialny za zaplanowanie całości badań, realizację eksperymentów, analizę wyników, opracowanie struktury artykułu, przygotowanie ilustracji oraz napisanie tekstu końcowego. Praca została wykonana w ramach projektu Narodowego Centrum Nauki – Miniatura-4 (2020/04/X/ST5/00256). Oceniam mój wkład w tą pracę na 65%. Informacje o wkładzie pozostałych współautorów zostały uwzględnione w odpowiednich oświadczeniach [O1, O3, O5, O4, O6, O8].

[C7] **A. Barylski***, K. Aniołek

Effect of deep cryogenic treatment time on micromechanical and tribological properties of magnesium alloys WE43 and WE54,

Tribologia 302 (4) (2022) 7-16.

<http://dx.doi.org/10.5604/01.3001.0016.1603>

MNiSW: 70; IF₂₀₂₂: - ; 5-letni IF₂₀₂₁: -

Mój wkład w powstanie publikacji polegał na opracowaniu hipotezy i metodyki badań. Dla obu stopów WE43 i WE54 różniących się zawartością domieszkowanych pierwiastków stopowych postanowiono dobrać najkorzystniejsze warunki złożonej obróbki cieplnej. W pracy przedstawiono wpływ czasu głębokiej obróbki kriogenicznej na właściwości użytkowe stopów. Przygotowałem materiał badań. Przeprowadziłem proces wymrażania.



Zbadałem właściwości mechaniczne za pomocą statycznej próby ściskania oraz pomiarów mikromechanicznych. Dla najkorzystniejszych wariantów przeprowadziłem testy tribologiczne w ruchu obrotowym oraz posuwisto-zwrotnym liniowym, wykonałem pomiary profilografometryczne śladów wytarcia oraz przy pomocy skaningowej mikroskopii elektronowej określiłem mechanizmy zużycia. Wykazano, że odpowiednio dobrany czas głębokiej obróbki kriogenicznej wpływa korzystnie na parametry mikromechaniczne, mechaniczne i tribologiczne obu badanych stopów. Stwierdzono wzrost twardości, modułu Young'a, wytrzymałości na ściskanie oraz wykazano ograniczenie zużycia. W omawianej publikacji zaplanowałem metodykę, przeprowadziłem badania, przeanalizowałem otrzymane wyniki, opracowałem zarys artykułu, przygotowałem rysunki oraz zredagowałem tekst końcowy. Praca została wykonana w ramach projektu Narodowego Centrum Nauki – Miniatura-4 (2020/04/X/ST5/00256). Praca była także przedstawiona podczas konferencji „XL Jesienna Szkoła Tribologiczna 2022” w Bukowinie Tatrzańskiej. Oceniam mój wkład w tą pracę na 80%. Oświadczenie współautora zawarto w załączniku [O1].

[C8] **A. Barylski***, K. Aniołek, G. Dercz, I. Matuła, J. Rak, I. Mazur

The Effect of Changes in the Aging Temperature Combined with Deep Cryogenic Treatment on the Structure, Phase Composition, and Micromechanical Properties of the WE43 Magnesium Alloy,

Materials 16 (23) (2023) 7447.

<https://doi.org/10.3390/ma16237447>

MNiSW: 140; IF₂₀₂₂: 3,400; 5-letni IF₂₀₂₂: 3,800

W ramach wkładu w powstanie wskazanej publikacji opracowałem koncepcję i metodykę badań. Kontynuowano dobór warunków złożonej obróbki cieplnej - dla stopu o niższej zawartości Itru – WE43 - dobrano najkorzystniejszą temperaturę starzenia. Wykazano, że obniżenie temperatury starzenia z 250°C do 225°C oraz wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej prowadzi do korzystnych zmian mikrostruktury stopu (zmniejszenie wielkości ziarna oraz zwiększenie ilości i zmiany rodzaju wydzieleń fazy β). Zmiany te z kolei mają korzystny wpływ na jego właściwości. Wykazano także, że podniesienie temperatury starzenia do 250°C prowadzi do zjawiska znanego jako przestarzenie stopu. Przygotowałem powierzchnię zgładów metalograficznych, wykonałem zdjęcia na mikroskopie optycznym wraz z analizą powierzchni ziaren oraz udziału faz międzymetalicznych. Uczestniczyłem w



badaniach analizy fazowej metodą dyfrakcji Rentgenowskiej XRD. Wykonałem zdjęcia na mikroskopie elektronowym wraz z analizą EDS oraz mapą dystrybucji pierwiastków stopowych. Przeprowadziłem testy mikroindentacji instrumentalnej. W omawianej publikacji moja praca obejmowała sformułowanie koncepcji badawczej, przeprowadzanie eksperymentów, analizę zebranych danych, opracowanie manuskryptu i przygotowanie ilustracji. Materiał badań sfinansowano w ramach projektu Narodowego Centrum Nauki - Miniatura-4, numer grantu: 2020/04/X/ST5/00256. Oceniam swój indywidualny wkład w powstanie publikacji na poziomie 65%. Informacje o wkładzie pozostałych współautorów zostały szczegółowo opisane w odpowiednich oświadczeniach dołączonych do tego wniosku [O1, O4, O5, O7, O9].

[C9] **A. Barylski***, K. Aniołek, G. Dercz, I. Matuła, S. Kaptacz, J. Rak, R.

Paszkowski

Improving the Tribological Properties of WE43 and WE54 Magnesium Alloys by Deep Cryogenic Treatment with Precipitation Hardening in Linear Reciprocating Motion,

Materials 17 (9) (2024) 2011.

<https://doi.org/10.3390/ma17092011>

MNiSW: 140; IF₂₀₂₂: 3,400; 5-letni IF₂₀₂₂: 3,800

Mój wkład w powstanie publikacji polegał na zaproponowaniu hipotezy i opracowaniu metodyki procesu badawczego. Dla odpowiednio dobranych warunków złożonej obróbki cieplnej stopów magnezu z metalami ziem rzadkich (WE43, WE54) wykonano badania tribologiczne w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym w skojarzeniu kula-powierzchnia dla czterech różnych węzłów tarcia (stal AISI 316-L, azotek krzemu - Si_3N_4 , węgiel wolframu WC oraz dwutlenek cyrkonu - ZrO_2) – przygotowano 40 wariantów próbek. Wykazano, że stop WE54 ma korzystniejsze właściwości tribologiczne po wymrażaniu ciekłym azotem zastosowanym przed i po procesie starzenia, natomiast stop WE43 po głębokiej obróbce kriogenicznej wykonanej przed starzeniem. Dla obu stopów przeprowadziłem proces złożonej obróbki cieplnej, przygotowałem powierzchnie do badań. Wykonałem badania profilografometryczne powierzchni przed procesem tarcia. Przeprowadziłem testy tribologiczne. Podczas pomiarów profilografometrycznych powierzchni śladów wytarcia zmodyfikowałem zalecenia norm ASTM G133 oraz ASTM D7755 rozszerzając ilość



mierzonych profili z sugerowanych przez normy 4 do 8, co pozwoliło na znaczne zmniejszenie błędu pomiarowego w porównaniu do standardowej procedury pomiaru. Za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej określiłem mechanizmy zużycia. Przy użyciu spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS) przeprowadziłem mikroanalizę składu chemicznego śladów wytarcia. Zbadałem morfologię śladów wytarcia powstałych podczas testów tribologicznych. W omawianej publikacji pełniłem rolę głównego autora, zajmując się sformułowaniem koncepcji badawczej, przeprowadzaniem eksperymentów, analizą zgromadzonych danych, opracowaniem manuskryptu oraz przygotowaniem ilustracji. Projekt badawczy, którego wyniki zostały opublikowane, finansowany był przez NCN w ramach programu Miniatura-4. Część wyników zaprezentowano podczas konferencji „XLI Jesienna Szkoła Tribologiczna 2023” w Łańcucie. Oceniam swój indywidualny wkład w proces tworzenia publikacji na 65%. Wkład pozostałych współautorów zostały opisany w odpowiednich oświadczeniach dołączonych do tego wniosku [O1, O4, O5, O6, O7, O10].

4.2. Omówienie celu naukowego i osiągniętych wyników

4.2.1. Wprowadzenie

Odkryty na przełomie XVIII i XIX wieku magnez jest jednym z najczęściej występujących w przyrodzie pierwiastków (ok 2% całkowitej masy skorupy ziemskiej). Śledząc rozwój technologii można zauważyć, że w ciągu ostatnich 30 lat nastąpił szybki wzrost wielu gałęzi przemysłu szczególnie tych, które kładą coraz większy nacisk na kwestie ekologiczne, między innymi poprzez obniżenie zużycia paliw kopalnych czy możliwość recyklingu. W wyniku tego procesu magnez stał się głównym składnikiem wielu stopów [1-2], wśród których wyróżniają się stopy z metalami ziem rzadkich (RE). Zastosowanie w tych stopach pierwiastków takich jak: itr, neodym oraz cyrkon podnosi między innymi odporność na pękanie, korozję i wytrzymałość stopu w podwyższonej temperaturze poprzez zwiększenie potencjału do tworzenia wydzielen podczas obróbki cieplnej. Ponadto charakteryzują się wysoką wytrzymałością, co w połączeniu z niską gęstością (1,74 do 1,84 g/cm³), czyni je bardzo atrakcyjnymi materiałami konstrukcyjnymi w zastosowaniach, gdzie redukcja masy ma duże znaczenie [3-4]. Takie obszary zastosowań to przede wszystkim lotnictwo,



przemysł kosmiczny oraz transport naziemny [1,4]. Na świecie obserwowany jest także wzrost zainteresowania biodegradowalnymi stopami magnezu do zastosowań w implantach ortopedycznych oraz w implantach układu sercowo-naczyniowego. Stopy magnezu w tym stopy z metalami ziem rzadkich klasyfikowane są jako biomateriały III generacji [5, 6] ze względu na korzystną kombinację biodegradowalności i bioaktywności. Stopy magnezu takie jak np. WE43 (Y = 4,0% wag.; Nd = 2,3% wag.; Zr = 0,49% wag.; RE = 3,0% wag.; Mg = reszta) i WE54 (Y = 5,2% wag.; Nd = 1,6% wag.; Zr = 0,5% wag.; RE = 2,6% wag.; Mg = reszta) wykazują wysoką biokompatybilność (właściwości mechaniczne - moduł sprężystości ok. 45 GPa; zbliżony do kości korowej - 15-25 GPa) [6]. Jest to duża przewaga w stosunku do biomateriałów poprzednich generacji (I i II), ponieważ pozwala na redukcję efektu przenoszenia naprężeń (stress-shield effect) [5, 7-8]. Badania wykazały, że stopy magnezu nie wywołują reakcji zapalnych w organizmie podczas procesu biodegradacji, a sam magnez jest niezbędnym mikroelementem uczestniczącym w metabolizmie człowieka oraz występuje naturalnie również w tkankach kostnych [9-12]. Istotnym problemem w zastosowaniach biomedycznych stopów magnezu jest problem wytwarzania wodoru podczas procesu degradacji (tzw. wodorowanie okołointplantacyjne) [13]. Tworzenie się gazu stwarza problem dla biokompatybilności wówczas, gdy przekracza fizjologiczny mechanizm klirensu (szczególnie w pierwszych tygodniach po umieszczeniu implantu) tworząc kieszenie gazowe [14-15]. Co może powodować podskórną rozedmę płuc [16] lub upośledzać procesy gojenia kości [15]. W ostatnim dziesięcioleciu postępy w technologii produkcji stopów magnezu m.in. poprzez łączenie z pierwiastkami ziem rzadkich znacznie poprawiły ich degradację i biokompatybilność. Badania biologiczne implantów wykonanych ze stopu WE43 wszczepionych w organizm owcy wskazują na ich pełną biokompatybilność oraz brak procesu formowania kieszeni gazowych. Ponadto wykazano, że stop poddany obróbce T5 (chłodzeniu i starzeniu) ma właściwości mechaniczne, które sprawiają, że jest bardziej odpowiedni do stosowania w miejscach złamań [13, 17].

Stopy magnezu (Mg-Y-Zr-Nd) stanowią temat wielu badań naukowych ze względu na duży potencjał zastosowań dla przemysłu zaawansowanych technologii. Badania te głównie koncentrują się na:

- procesach oczyszczania stopu (z Cu w ilości przekraczającej 0,05% wag., oraz z Fe i Ni w ilości przekraczającej 0,005% wag., które są najbardziej szkodliwymi zanieczyszczeniami wpływającymi niekorzystnie między innymi na odporność na korozję oraz plastyczność stopu) [18],
- optymalizacji składu chemicznego [19-21],
- metodach otrzymywania [22],
- obróbce cieplnej [23],
- przeróbce plastycznej [24-25],
- modyfikacji powierzchni (chromowanie; powlekanie aluminium i tytanem TiN, CrN, AlN; powlekanie związkami wapniowo-fosforanowymi) w celu uzyskania lepszych właściwości mechanicznych, korozyjnych i tribologicznych [26].

Nadal jednak zastosowanie stopów magnezu jest ograniczone ze względu na kilka niepożądanych właściwości takich jak niska ciągliwość, niewielka odporność korozyjna czy tribologiczna [27-30]. Z praktycznego punktu widzenia zwiększona odporność stopów magnezu na zużycie ścierne ma znaczenie w układach, które pracują w ruchu ślizgowym np.: układy hamulcowe, elementy silników (tłoki, cylindry) oraz przede wszystkim podczas obróbki np. walcowania czy kucia [31-32].

Jedną z najczęściej stosowanych metod zwiększenia twardości i wytrzymałości omawianych stopów jest umocnienie cząstkami drugiej fazy. Wyróżnia się przy tym stopy umacniane cząstkami fazy wtórnej oraz cząstkami fazy wprowadzonymi celowo. W stopach umacnianych wydzieleniowo (utwardzanie wydzieleniowe, umocnienie przez starzenie) cząstki fazy wtórnej uzyskuje się w wyniku dwustopniowej obróbki cieplnej stopu polegającej na przesycaniu i starzeniu. W zależności od temperatury i czasu starzenia w mikrostrukturze obserwuje się wydzielenia o różnych kształtach i rozmiarach. Ich rozmieszczenie, ilość oraz kształt wpływają na końcowe właściwości mechaniczne stopu [33, 34].



Kolejną z metod stosowanych do poprawy właściwości stopów metali jest obróbka kriogeniczna. Jest to technika znana od wczesnej połowy XIX wieku [35]. Najczęściej stosowana jest jako płytkowa (-80°C , CT - cryogenic treatment) i głęboka obróbka kriogeniczna (-196°C , DCT - deep cryogenic treatment) [36]. Przeprowadzenie obróbki kriogenicznej pozwala na redukcję defektów punktowych poprzez zmniejszenie liczby wakansów w sieci krystalicznej, co prowadzi do ujednorodnienia struktury materiału. Jest to szczególnie istotne bowiem, w trakcie procesu produkcyjnego, począwszy od formowania aż do końcowego etapu obróbki wytworzonych elementów, metale i stopy charakteryzują się obecnością różnego rodzaju wad takich jak defekty krystaliczne, a także naprężenia szczątkowe, które mogą powstać podczas ich produkcji i obróbki cieplnej. Dodatkowo, w przypadku stali narzędziowej obserwuje się obecność austenitu szczątkowego. Wszystkie te wady negatywnie wpływają na właściwości mechaniczne materiałów, co z kolei obniża ich wydajność funkcjonalną [35].

Obróbka kriogeniczna w pierwszej kolejności znalazła zastosowanie do obróbki stali [37] pozwalając na 50% spadek kosztów produkcji materiałów skrawających [38-39]. W przypadku stopów magnezu badania DCT skupiają się natomiast wokół stopów z aluminium i stopów z gadolinem [35, 40-43, 44-46]. Stwierdzono między innymi, że w wyniku głębokiej obróbki kriogenicznej następuje znacząca poprawa odporności na zużycie ściernie [42, 47]. Obecnie zainteresowanie obróbką kriogeniczną gwałtownie rośnie ze względu na liczne zalety tak przygotowanych materiałów, m.in.: wzrost twardości, wzrost odporności na zużycie, zmniejszenie naprężeń szczątkowych oraz integralność powierzchni i stabilność wymiarową. Obróbka kriogeniczna celem zwiększenia wydajności różnych komponentów jest stosowana w wielu dziedzinach przemysłu, głównie w: lotniczym, motoryzacyjnym, narzędzi skrawających, produkcyjnym, w tym sprzęty sportowe i instrumenty muzyczne [35-47].

Przeprowadzona analiza literaturowa wykazała niewielką ilość wyników badań dotyczących wpływu połączenia procesu utwardzania wydzieleniowego oraz głębokiej obróbki kriogenicznej - dla stopów magnezu z metalami ziem rzadkich (WE43, WE54) [36], co wraz ze wstępnymi wynikami badań własnych pozwoliło na sformułowanie następującej hipotezy badawczej:



Zastosowanie głębokiej obróbki kriogenicznej w połączeniu z procesem przesycania i starzenia stopów magnezu z metalami ziem rzadkich prowadzi poprzez zmiany mikrostruktury i udoskonalenie procesu wydzieleniowego do znaczącej poprawy właściwości mechanicznych, mikromechanicznych, sklerometrycznych i tribologicznych, umożliwiając otrzymanie stopów o zwiększonej odporności na zużycie ścierne i wydłużonej trwałości eksploatacyjnej.

Realizacja powyższej hipotezy wymagała w pierwszej kolejności ustalenia warunków procesu przesycania i starzenia oraz określenie ich wpływu na morfologię powierzchni, skład fazowy oraz właściwości stopu (Mg-Y-Nd-Zr). Następnie dokonano ustalenia parametrów głębokiej obróbki kriogenicznej oraz sekwencji wprowadzenia jej do procesu utwardzania wydzieleniowego zarówno dla stopu o wyższej WE54, jak i niższej zawartości itru WE43. Po każdym etapie określono morfologię powierzchni wraz z opisem ilościowym mikrostruktury, składem fazowym, mikroanalizą rentgenowską EDS, wyznaczono charakterystyki mechaniczne, mikromechaniczne, sklerometryczne i tribologiczne co pozwoliło na kompleksową ocenę wpływu złożonej obróbki cieplnej na właściwości użytkowe obu badanych stopów magnezu [C1-C9].

4.2.2. Analiza najważniejszych rezultatów badań

Dobór warunków przesycania i starzenia dla stopu magnezu WE54

Badania stopów magnezu z metalami ziem rzadkich rozpoczęto od ustalenia parametrów procesu przesycania stopu WE54. Umacniać wydzieleniowo można tylko takie stopy, które w stanie stałym w podwyższonej temperaturze posiadają strukturę jednofazową, z kolei w niskiej temperaturze – strukturę dwufazową. Do tej grupy należą między innymi stopy magnezu z metalami ziem rzadkich. Proces przesycania stopu polega na nagraniu go do zakresu roztworu α , aż do całkowitego rozpuszczenia cząstek drugiej fazy i ujednorodnienia roztworu. Po uzyskaniu jednorodnego roztworu α -Mg stop oziębia się z szybkością pozwalającą na zatrzymanie atomów itru w roztworze. W pracy [C1] na podstawie badań wstępnych i analizy wykresu fazowego Mg-Y dobrano temperaturę przesycania, czas oraz temperaturę chłodzenia. Badany stop (WE54) przesycano w temperaturze 545°C, w czasie 8 h, z chłodzeniem w wodzie z lodem (0°C), w wodzie o temperaturze pokojowej (20°C) i w wodzie gorącej

(95°C). Na podstawie badań mikroskopii optycznej, skaningowej mikroskopii elektronowej z analizą spektroskopii dyspersyjnej energii EDS oraz badań dyfrakcji rentgenowskiej XRD stwierdzono, że w stanie wyjściowym badany stop magnezu charakteryzował się drobnoziarnistą strukturą składającą się z roztworu stałego α -Mg, z wydzieleniami faz $Mg_{41}Nd_5$ oraz $Mg_{24}Y_5$. Stwierdzono także obecność obszarów bogatych w cyrkon [C1, C2]. Analiza ilościowa mikrostruktury w stanie wyjściowym wykazała, iż rozmiar ziaren G według normy ASTM E112 wynosił 10,70, przy ich średniej powierzchni $A=77,54 \mu m^2$, a udział objętościowy faz międzymetalicznych V_v był równy 6,61% [C2]. Na podstawie analizy dyfraktogramu po procesie przesycania stwierdzono rozpuszczenie cząstek fazy $Mg_{41}Nd_5$. Na obrazach mikroskopowych (LM i SEM) mikrostruktury stopu po przesycaniu w temperaturze 545°C można było zauważyć drobne cząstki wydzieleni oraz obszary bogate w cyrkon, które obserwowano już w stopie wyjściowym. Z kolei analiza ilościowa mikrostruktury przesyconego stopu wykazała duży wzrost rozmiaru i średniej powierzchni ziaren osnowy ok. 350 krotny ($A = 27358 \mu m^2$), niezależnie od temperatury ośrodka chłodzącego w porównaniu z materiałem w stanie dostawy. Udział objętościowy wydzieleni był o ponad 90% mniejszy w porównaniu ze stopem w stanie wyjściowym [C2]. Badania indentacji wykonane w zakresie mikro ($F_{max} = 100 \text{ mN}$) wykazały, że w stanie wyjściowym badany stop magnezu posiadał twardość $H_{IT} = 1,08 \text{ GPa}$ oraz moduł Young'a $E_{IT} = 45 \text{ GPa}$ [C1-C3]. Twardość po przesycaniu w temperaturze 545°C była niższa o ok. 10-18% w porównaniu do stanu wyjściowego i osiągnęła wartość najniższą, równą 0,91 GPa dla próbki chłodzonej w wodzie z lodem. Zaobserwowano także spadek modułu Younga próbek przesyconych, w stosunku do stanu wyjściowego. Zmiany te były podobne do zmian twardości, bowiem najniższą wartość instrumentalnego modułu Younga E_{IT} uzyskano w przypadku próbki chłodzonej w wodzie z lodem [C1]. Uzyskane wyniki wskazują, że chłodzenie w temperaturze 0°C powodowało największą skuteczność procesu przesycania. Dla wszystkich wariantów przeprowadzono testy tribologiczne. Za pomocą pomiarów profilografometrycznych określono średnie powierzchnie śladów wytarcia oraz na ich podstawie obliczono zużycie objętościowe (specyficzny wskaźnik zużycia) i zużycie liniowe. Podczas tarcia

rejestrowano w sposób ciągły współczynnik tarcia. Badania tribologiczne wykazały ponad trzykrotny spadek zużycia objętościowego, dwukrotne obniżenie zużycia liniowego i 20% spadek współczynnika tarcia w przypadku stopu WE54 poddanego przesycaaniu w porównaniu do materiału wyjściowego. Na wzrost odporności na zużycie ściernie wpłynęła głównie zmiana charakteru zużycia. Stop w stanie wyjściowym ścierał się głównie poprzez proces skrawania, natomiast po przesycaaniu i obniżeniu twardości część materiału była odkształcana, bowiem występował tzw. proces bruzdowania [C1].

Po wybraniu dwóch najkorzystniejszych wariantów przesycaania stopu magnezu WE54 przystąpiono do procesu starzenia. Starzenie wykonano w muflowym piecu laboratoryjnym w atmosferze powietrza w temperaturze 545°C, w czasie od 8 do 48 h [C2]. Podczas starzenia uprzednio przesycony roztwór α -Mg ulega rozpadowi według następującego schematu: α -Mg \rightarrow α -Mg + β'' ($\text{Mg}_3\text{Y}_{0,85}\text{Nd}_{0,15}$) \rightarrow α -Mg + β' (Mg_{12}NdY) \rightarrow α -Mg + β_1 (Mg_3Nd) \rightarrow α -Mg + β (Mg_5Nd). Pojawienie się drobnodyspersyjnych wydzieleni fazy β' z punktu widzenia właściwości użytkowych ma największe znaczenie, ponieważ powoduje wzrost właściwości mechanicznych, które zapewniają tego typu wydzielenia. Dobór odpowiedniego czasu starzenia był istotny, ponieważ jeżeli stop zostanie przestarzony na granicach ziaren pojawia się faza β_1 obniżająca właściwości mechaniczne. Podniesienie temperatury lub dalsze wydłużenie czasu starzenia skutkuje z kolei pojawieniem się równowagowej fazy β . Wydzielenia te mogą występować zarówno wewnątrz jak i na granicach ziaren. Dlatego należy dobrać tak czas obróbki, żeby zapobiegać temu procesowi [C2].

Analiza dyfraktogramów wykazała, że w wyniku starzenia oprócz linii dyfrakcyjnych fazy α -Mg pojawiają się linie pochodzące od fazy β , którą w przypadku stopu WE54 stanowi związek Mg_{12}NdY . Obserwacje mikrostruktury stopu WE54 po starzeniu wykazały, że wydłużenie czasu starzenia od 8 do 48h powodowało rozrost wydzieleni płytkowych zidentyfikowanych podczas analizy rentgenowskiej jako faza β . Widoczna była także znaczna przewaga wydzieleni płytkowych nad sferoidalnymi, co jest zgodne z teorią utwardzania wydzieleniowego w stopach magnezu. Analiza ilościowa mikrostruktury wykazała, że przy starzeniu w czasie do



16 h następuje blisko 50% spadek średniej powierzchni i rozmiaru ziarna w porównaniu ze stopem poddanym przesycaaniu ($A = 14922 \mu\text{m}^2$). Przy wydłużeniu czasu starzenia do 48 h następował ponowny rozrost ziaren do poziomu obserwowanego przy przesycaaniu ($A = 28900 \mu\text{m}^2$). Podczas procesu starzenia wraz ze wzrostem czasu obróbki cieplnej rósł także udział objętościowy faz międzymetalicznych V_v (Mg_{12}NdY). W tym zakresie największą wartość odnotowano dla stopu starzonego przez okres 24h i chłodzonego po przesycaaniu w wodzie z lodem (udział objętościowy wydzielen w porównaniu do próbek w stanie przesyconym zwiększył się trzykrotnie) [C2]. Badania mikromechaniczne stopu magnezu WE54 po procesie starzenia wykazały wzrost twardości i modułu Young'a, a także zmniejszenie wartości całkowitej pracy indentacji wraz ze wzrostem czasu starzenia. Najwyższe wartości $H_{IT} = 1,18 \text{ GPa}$; $E_{IT} = 49,9 \text{ GPa}$ stwierdzono dla stopu (Mg-Y-Nd-Zr) przesyconego w temperaturze 545°C , chłodzonego w wodzie z lodem (0°C), a następnie starzonego w temp. 250°C przez okres 24 h. Wydłużenie czasu starzenia do 48 h z kolei powodowało spadek mierzonych właściwości i wzrost podatności stopu na odkształcenia trwałe. W wyniku zmian mikrostruktury stopu oraz poprawy jego właściwości mechanicznych na podstawie przeprowadzonych badań zużycia w ruchu obrotowym oraz badań powierzchni śladów wytarcia stwierdzono ponad czterokrotne obniżenie wskaźnika odporności na zużycie ściernie, trzykrotne ograniczenie zużycia liniowego i ok. 20% spadek współczynnika tarcia w porównaniu ze stopem w stanie wyjściowym [C2]. Dla najkorzystniejszego wariantu kontynuowano badania tribologiczne w skojarzeniu materiałowym ball-on-disk (kulka ZrO_2 - tarcza) dla trzech różnych wariantów obciążenia 2, 5 i 10 N [C3]. Dla każdego z zastosowanych obciążeń najwyższą wartością specyficznego wskaźnika zużycia charakteryzował się stop WE54 w stanie wyjściowym ($4,23 \cdot 10^{-3}$ (2 N); $4,01 \cdot 10^{-3}$ (5 N) oraz $3,33 \cdot 10^{-3}$ (10 N) mm^3/Nm). Stop o najwyższej twardości i module Younga'a charakteryzował się również najmniejszym zużyciem niezależnie od zastosowanego obciążenia, co wskazuje na skuteczność dobranych warunków utwardzania wydzieleniowego dla badanego stopu. Było to od trzy- do czterokrotne obniżenie zużycia w stosunku do materiału wyjściowego ($1,77 \cdot 10^{-3}$ (2 N); $1,29 \cdot 10^{-3}$ (5 N) oraz $0,76 \cdot 10^{-3}$ (10 N) mm^3/Nm). Podobne



zależności można zaobserwować w przypadku zużycia liniowego, gdzie obserwowano 1,7-3,2 krotne zmniejszenie zużycia stopu WE54 poddanego przesycaaniu i starzeniu. Zarejestrowany podczas testów tribologicznych współczynnik tarcia również ulegał korzystnym zmianom wywołanym przez obróbkę cieplną. W stanie wyjściowym w węzle tarcia WE54-ZrO₂ w zależności od zastosowanego obciążenia 2-10 N ustabilizowany współczynnik tarcia wynosił od 0,51 – 0,65. Testy stopu magnezu poddanego obróbce cieplnej wykazały natomiast znaczący spadek wartości współczynnika tarcia wynoszący około 20% [C3].

Najkorzystniejsze wyniki badań tribologicznych uzyskano dla stopu przesykanego w temp. 545°C/8 h z chłodzeniem w wodzie z lodem (0°C) oraz starzonego w temperaturze 250°C/24 h, wydłużenie czasu starzenia do 48 h powodowało przestarzenie stopu spadek właściwości mechanicznych i pogorszenie właściwości użytkowych. Z przeprowadzonych badań wynika także, że przestarzenie stopu wpływa niekorzystnie również na współczynnik tarcia. Efekt ten był obserwowany zwłaszcza przy małych obciążeniach (2 N). Zużycia kulek ceramicznych (ZrO₂) podczas przeprowadzanych testów tribologicznych nie odnotowano. Uzyskane wyniki badań wskazują na dłuższą trwałość eksploatacyjną stopu magnezu WE54 poddanego utwardzeniu wydzieleniowemu [C3].

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem było dobranie optymalnych warunków przesykania i starzenia dla stopu WE54. Wykazałem, że przesykanie w temperaturze 545°C przez 8 godzin z chłodzeniem w wodzie z lodem (0°C) było najbardziej efektywne, powodując 90% spadek ilości wydzieleni, wzrost rozmiaru ziarna. W konsekwencji twardość i moduł Younga stopu po przesycaaniu spadły. Przeprowadziłem badania tribologiczne, które wykazały znaczne obniżenie zużycia i współczynnika tarcia.

Następnie dobrałem warunki starzenia (250°C, 8-48 godzin). Zbadałem mikrostrukturę i przeprowadziłem mikroanalizę rentgenowską EDS, wykazując, że wydłużenie czasu starzenia trzykrotnie zwiększyło udział objętościowy wydzieleni fazy β w porównaniu do próbek przesyconych. Starzenie spowodowało wzrost twardości i modułu Younga. Przeprowadziłem badania tribologiczne i wykazałem



ponad czterokrotne obniżenie zużycia objętościowego, trzykrotne ograniczenie zużycia liniowego oraz około 20% spadek współczynnika tarcia po procesie starzenia. Uzyskałem najkorzystniejsze właściwości dla próbki przesycaanej (545°C/8h), chłodzonej w wodzie z lodem (0°C) i starzonej w temperaturze 250°C przez 24h. Wykazałem również, że wydłużenie czasu obróbki cieplnej do 48h powodowało przestarzenie stopu, co skutkowało pogorszeniem właściwości mechanicznych i tribologicznych.

Wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej do procesu utwardzania wydzieleniowego stopu WE54

W kolejnym etapie badań w pracy [C4] zbadano wpływ czasu głębokiej obróbki kriogenicznej oraz synergicznego połączenia wymrażania z utwardzaniem wydzieleniowym na strukturę, właściwości mikromechaniczne i tribologiczne stopu magnezu WE54. Głęboką obróbkę kriogeniczną (DCT) przeprowadzono w ciekłym azocie (-196°C) na materiale w stanie dostawy przez okres 8, 24 i 48h oraz po różnych etapach obróbki cieplnej (przesycaania i starzenia). Obserwacje mikroskopowe, mikroanaliza składu chemicznego (EDS) oraz badania składu fazowego metodą rentgenowską XRD potwierdziły, że zarówno w stanie wyjściowym jak i po głębokiej obróbce kriogenicznej w czasie 24h, stop magnezu WE54 tworzy drobnoziarnistą strukturę, która składa się z roztworu stałego α -Mg, oraz fazy międzymetalicznej $Mg_{12}NdY$, obecne są w niej także wydzielenia faz $Mg_{24}Y_5$ i $Mg_{41}Nd_5$ oraz obszary bogate w cyrkon. Pomiędzy próbkami w stanie wyjściowym a poddanymi samemu procesowi wymrażania nie zaobserwowano na tym etapie istotnych różnic w morfologii.

Mikrostruktura stopu po procesie przesycaania, wymrażania i starzenia charakteryzuje się dużą liczbą drobnych wydzieleni tworzących się podczas starzenia [C4]. W porównaniu do próbek niepoddanych wymrażaniu po przesycaaniu, badanych w pracach [C1-C3] ilość wydzieleni jest znacznie większa. Fazę β zidentyfikowano w oparciu o dane katalogowe ICDD PDF 04-20-4829 jako $Mg_{46,1}Y_{6,25}RE_{3,45}$. Zaobserwowany wzrost ilości wydzieleni podczas starzenia można wytłumaczyć tworzeniem się dodatkowych miejsc zarodkowania w wyniku

zastosowania głębokiej obróbki kriogenicznej DCT po przesycaniu. Proces wydzieleniowy w tym przypadku jest wspierany przez skurcz objętościowy i zmniejszenie parametrów sieci magnezu. Kontrakcja objętościowa ułatwia generowanie dużych naprężeń ściskających i magazynowanie energii deformacji, która staje się siłą napędową wydzielenia fazy wtórnej β . Stwierdzono również 33% spadek średniej powierzchni ziaren w porównaniu do próbek poddanych utwardzaniu wydzieleniowemu bez DCT. Ilość wydzieleni uzyskana przy zastosowaniu obróbki kriogenicznej przed starzeniem w temperaturze 250°C przez 24h, jest porównywalna do stanu przy wydłużeniu czasu starzenia stopu w tej temperaturze do 48h. Dzięki krótszemu czasowi starzenia, można zapobiec rozrostowi ziaren oraz tworzeniu fazy β_1 , efekty te niekorzystnie wpływają na właściwości mechaniczne i tribologiczne co stwierdzono podczas wcześniejszych badań [C1-C3].

W wyniku zmian w strukturze stopu WE54 wywołanych głęboką obróbką kriogeniczną, zwłaszcza w połączeniu z obróbką cieplną, zaobserwowano znaczące zmiany właściwości mechanicznych [C4]. Badania wykazały, że w stanie dostawy stop charakteryzował się twardością na poziomie 877 MPa i modułem Young'a w granicach 44 GPa. Przesycanie przeprowadzone w czasie 24h i temperaturze 545°C spowodowało ok. 10% spadek twardości i niewielkie obniżenie E_{IT} . Zastosowanie głębokiej obróbki kriogenicznej po przesycaniu powodowało wzrost twardości, nie powodując przy tym pogorszenia procesu przesycania, czyli rozpuszczenia cząstek fazy $Mg_{41}Nd_5$ w roztworze α -Mg. Stop magnezu starzony po wymrażaniu i po dodatkowym wymrażaniu po starzeniu miał wyższą twardość niż umocniony wydzieleniowo bez obróbki kriogenicznej, przy podobnej wartości modułu Young'a. Wzrost twardości stwierdzono także po zastosowaniu samego procesu wymrażania w czasie od 8 do 24 h, poprawa ta wynika między innymi ze wzmocnienia matrycy stopu przed propagacją istniejących defektów sieci krystalicznej. Rejestracja krzywych obciążenie-odciążenie w czasie rzeczywistym podczas pomiarów mikrotwardości pozwoliła obliczyć pracę odkształcenia całkowitego W_{tot} będącą polem powierzchni pod krzywą obciążenia. Jest ona sumą pracy odkształcenia plastycznego W_{pl} oraz pracy odkształcenia sprężystego W_{el} . Na podstawie wyników badań [C4] można stwierdzić,

że przesycanie stopu prowadzi do wzrostu całkowitej pracy indentacji i jej składowej plastycznej, co ma bezpośredni związek z obserwowanym spadkiem twardości badanego stopu. Zastosowanie głębokiej obróbki kriogenicznej poprzez zwiększenie twardości stopu magnezu z metalami ziem rzadkich prowadzi do spadku wartości prac indentacji całkowitej i plastycznej oraz niewielkiego wzrostu składowej pracy odkształcenia sprężystego.

Wpływ głębokiej obróbki kriogenicznej (DCT) oraz połączenia jej z przesycaniem i starzeniem na zużycie stopu magnezu WE54 zbadano w skojarzeniu kula-tarcza w dwóch rodzajach ruchu. W ruchu obrotowym oraz w ruchu posuwisto-zwrotnym po okręgu [C4]. Analiza wyników pozwala stwierdzić, że stop WE54 w stanie dostawy odznaczał się najmniejszą odpornością na zużycie ściernie. Najkorzystniejsze właściwości tribologiczne uzyskano dla stopu WE54 przesyczonego, wymrażanego i poddanego starzeniu połączonemu z ponownym wymrażaniem. Stwierdzono dwukrotne obniżenie specyficznego wskaźnika zużycia, trzykrotny spadek zużycia liniowego, a także znaczny spadek statycznego μ_{stat} , dynamicznego μ_{dyn} i średniego współczynnika tarcia μ_{mean} stopu ($\mu_{mean} = 0,37$, $\mu_{stat} = 0,55$, $\mu_{dyn} = 0,26$) w porównaniu ze stanem wyjściowym ($\mu_{mean} = 0,51$, $\mu_{stat} = 0,72$, $\mu_{dyn} = 0,37$). Analiza profilografometryczna i wykonane na jej podstawie obrazy izometryczne 3D potwierdziły zmniejszenie powierzchni śladów wytarcia (głębokości i szerokości) w wyniku zastosowania założonej obróbki cieplnej.

Badania morfologii śladów wytarcia dostarczyły informacji na temat mechanizmów zużycia występujących podczas badań tribologicznych stopu WE54. W ruchu obrotowym dominującym mechanizmem zużycia było zużycie ściernie występujące w postaci licznych rowków i zagłębień powstających równoległe do kierunku poślizgu. Można również zaobserwować niewielkie obszary mikroskrawania i mikrobruzdowania. W przypadku stopu WE54 w ruchu posuwisto-zwrotnym po okręgu mechanizm mikroskrawania jest znacznie bardziej wyraźny, podobnie jak proces przenoszenia materiału, co wskazuje na występowanie mechanizmu zużycia w postaci adhezji - duże obszary adhezji występowały na końcach śladu zużycia, podczas zmiany kierunku tarcia. Na stopie pojawiają się również obszary



rozwarstwione. Dotyczy to zwłaszcza próbek w stanie fabrycznym. Głęboka obróbka kriogeniczna skutecznie zmniejsza proces mikroskrawania i powstawania głębokich rys, co bezpośrednio zmniejsza zużycie tribologiczne. Podobnie jak w przypadku zużycia w ruchu obrotowym, dominującym mechanizmem było zużycie ściernie. Nie zaobserwowano z kolei zużycia kulek ZrO_2 podczas testów tribologicznych w obu rodzajach ruchu. Brak zużycia przeciwpróbek wynika głównie z dużej różnicy twardości badanych materiałów (HV stopu magnezu w stanie wyjściowym - ok. 80, HV kulek ZrO_2 - ok. 1218). Badania morfologii kulek pozwoliły wykazać, że nastąpił transfer materiału z próbki do przeciwpartnera. Głęboka obróbka kriogeniczna w połączeniu z obróbką cieplną znacznie ograniczyła ten proces, podobnie jak skutecznie ograniczyła skrawanie i tworzenie się głębokich rys w procesie zużycia ściernego stopu WE54, co w połączeniu z poprawą właściwości mechanicznych świadczy o poprawie trwałości eksploatacyjnej stopu.

W pracy [C5] kontynuowano badania stopu WE54 poddanego procesowi złożonej obróbki cieplnej. Wykonano badania twardości w zakresie makroobciążeń (500 gF - 4,9 N) wykonane metodą Vickersa. Wykonano testy sklerometryczne stopu przy trzech wartościach obciążeń (1N, 2N, 4N) i na podstawie pomiarów profilografometrycznych 3D powstałych rys (powierzchni plastycznego wyłobienia i plastycznego wypiętrzenia) określono mikromechanizm zużycia ściernego β oraz wskaźnik odporności na zużycie ściernie $K_{\alpha\beta}$. Podczas testów tribologicznych wyznaczono także zużycie masowe stopu i podobnie jak ślady zarysowania, ślady zużycia zobrazowano w 3D za pomocą profilografometru Taylor-Hobson.

W stanie wyjściowym stop WE54 charakteryzował się twardością ok. 80 HV, co jest zgodnie z certyfikatem producenta materiału. Po przesycaniu obserwowany był natomiast spadek twardości związany głównie z rozpuszczeniem wydzielen pierwotnych oraz dużym wzrostem wielkości ziarna [C5]. Zastosowanie głębokiej obróbki kriogenicznej zwłaszcza w połączeniu z obróbką cieplną skutecznie podnosi mikrotwardość stopu do wartości ok. 94 HV, warto również zauważyć, że sama obróbka kriogeniczna również powoduje wzrost twardości stopu o około 16-20%. Na

zmiany twardości stopu wpłynęły głównie zmiany w procesie wydzieleniowym. Większa ilość wydzieleni powoduje zwiększenie efektu umocnienia.

Testy zarysowania powierzchni stopu WE54 po różnych wariantach obróbki cieplnej w połączeniu z obróbką kriogeniczną wykazały, że badany stop magnezu charakteryzuje się mieszanym mechanizmem zużycia ($0 < \beta < 1$) oznacza to, że materiał podczas próby zarysowania jest częściowo odkształcany i częściowo skrawany. Można jednak zauważyć, że mikromechanizm zużycia stopu w stanie wyjściowym oraz po przesycaaniu charakteryzował się przewagą mikrobruzdowania $\beta \rightarrow 0$. Z kolei modyfikacja właściwości mechanicznych, a w szczególności wzrost twardości wywołany obróbką cieplną w połączeniu z obróbką kriogeniczną powodował zmianę mikromechanizmu zużycia w kierunku mikroskrawania $\beta \rightarrow 1$. Oznacza to, że mniejsza część stopu ulega wypiętrzeniu podczas próby zarysowania powierzchni, co można zaobserwować również na obrazach stereometrycznych 3D [C5]. Obliczony na podstawie pomiarów stereometrycznych śladów zarysowania współczynnik odporności na zużycie ścierne $K_{\alpha\beta}$ pozwala wnioskować, że materiał poddany obróbce cieplnej (przesycaanie, starzenie) w połączeniu z głęboką obróbką kriogeniczną (DCT) odznacza się najkorzystniejszą odpornością na zużycie ścierne, potwierdzając tym samym uzyskiwane wyniki testów tribologicznych. Analiza wyników dodatkowych testów tribologicznych wykonanych w ruchu obrotowym wykazała, że założona obróbka cieplna powoduje 2,5-krotne ograniczenie zużycia objętościowego (specyficznego wskaźnika zużycia), 3-krotne zużycia liniowego i blisko 3-krotne zmniejszenie ubytku masy. Połączenie DCT z utwardzaniem wydzieleniowym powoduje 30% zmniejszenie ustabilizowanego współczynnika tarcia, co również ma duży wpływ na poprawę właściwości tribologicznych badanego stopu. Wyniki te wskazują na znaczną poprawę trwałości eksploatacyjnej stopu Mg-Y-Nd poddanego proponowanej obróbce cieplnej.

Badania wykonane w ramach prac [C4-C5] posłużyły jako podstawa do uzyskania projektu Miniatura-4: „Kształtowanie struktury i właściwości stopu magnezu WE43 z metalami ziem rzadkich w procesie głębokiej obróbki kriogenicznej w połączeniu



z obróbką cieplną” finansowanego przez Narodowe Centrum Nauki (2020/04/X/ST5/00256).

Podsumowując, w tym etapie badań połączyłem głęboką obróbkę kriogeniczną z utwardzaniem wydzieleniowym stopu WE54. Dobrałem czas obróbki kriogenicznej (8-24 h) oraz kolejność jej wprowadzenia po różnych etapach obróbki cieplnej (przesycanie i starzenie). Badania mikroskopowe oraz badania składu fazowego metodą XRD wykazały, że stop WE54 tworzy drobnoziarnistą strukturę, składającą się z roztworu stałego α -Mg, fazy $Mg_{12}NdY$, oraz wydzielen $Mg_{24}Y_5$ i $Mg_{41}Nd_5$.

Po przesycaniu, wymrażaniu i starzeniu, mikrostruktura stopu charakteryzowała się dużą liczbą drobnych wydzielen i ponad 30% mniejszą powierzchnią ziaren w porównaniu do starzenia bez wymrażania. Wykazałem, że ilość wydzielen fazy β ($Mg_{46.1}Y_{6.25}RE_{3.45}$) była znacznie większa w próbkach poddanych wymrażaniu. Uzyskałem najkorzystniejsze właściwości mechaniczne (wzrost twardości, modułu Younga, obniżenie całkowitej pracy indentacji) i tribologiczne (25-30% spadek specyficznego wskaźnika zużycia, zmniejszenie głębokości i szerokości śladów wytarcia, 40-45% spadek zużycia liniowego, obniżenie współczynnika tarcia) dla stopu WE54 przesycanego, wymrażanego i starzonego z ponownym wymrażaniem.

Wykonałem badania morfologii śladów zużycia i zidentyfikowałem główne mechanizmy zużycia. Przy trzech obciążeniach (1 N, 2 N, 4 N) przeprowadziłem testy zarysowania powierzchni oraz dokonałem obliczeń mikromechanizmu zużycia ściernego i wskaźnika odporności na zużycie ściernie. Analiza wyników wykazała, że stop magnezu charakteryzuje się mieszanym mechanizmem zużycia (wyciskanie i skrawanie). Wzrost twardości po obróbce cieplnej i kriogenicznej zmienia mikromechanizm zużycia w kierunku mikroskrawania. Wyniki badań potwierdziły, że materiał poddany tej obróbce ma najlepszą odporność na zużycie ściernie, co potwierdziły testy tribologiczne.



Kombinacja procesów wymrażania z przesycaaniem i starzeniem stopu WE43 o obniżonej zawartości itru

Dalsze prace badawcze dotyczyły możliwości wprowadzenia złożonej obróbki cieplnej dla drugiego rodzaju stopu z metami ziem rzadkich - WE43 [C6] oraz określenia najkorzystniejszych parametrów tej obróbki [C7-C8]. W stopie magnezu WE43 poza mniejszą zawartością itru ($Y = 4,0\%$ wag.) głównym składnikiem mieszaniny RE jest neodym, natomiast w stopie WE54 ($Y = 5,2\%$ wag.) mieszanina RE składa się z neodymu, iterbu, erbu, dysprozu i gadolinu. W pierwszej kolejności [C6] postanowiono stop WE43 poddać obróbce cieplnej połączonej z głęboką obróbką kriogeniczną według parametrów ustalonych dla stopu WE54 [C4-C5]. Czas i temperatura przesycaania 8 h i 545°C , natomiast czas starzenia - 24 h w temperaturze 250°C . Uzyskano pięć różnych wariantów stanu materiału badań: stop w stanie dostawy; po głębokiej obróbce kriogenicznej; po przesycaaniu i późniejszej głębokiej obróbce kriogenicznej; oraz po utwardzaniu wydzieleniowym bez i przy użyciu głębokiej obróbki kriogenicznej. Badania mikromechaniczne wykonano po raz pierwszy na najnowocześniejszym urządzeniu do badań tego typu Micro Combi Testerze - MCT³ firmy Anton Paar. W badaniach zastosowano wgłębnik Berkovicha o kącie $\alpha = 65,3^{\circ} \pm 0,3^{\circ}$. Krzywe obciążenie-odciążenie rejestrowano w sposób ciągły dla czterech różnych wartości maksymalnego obciążenia F_{\max} : 100 mN, 250 mN, 500 mN i 1000 mN; czas obciążenia i odciążenia ustalono zgodnie z zaleceniami normy ISO 14577 (obciążenie 30 s., czas wytrzymywania pod maksymalnym obciążeniem 10 s. oraz odciążenie 30 s.). Twardość H_{IT} oraz moduł Younga E_{IT} wyznaczono za pomocą metody Olivera-Pharr'a. Wykonano również badania zużycia w ruchu obrotowym w skojarzeniu kula-tarcza, badania profilografometryczne 3D oraz badania morfologii wraz z analizą EDS śladów wytarcia.

Zmiany mikrostruktury po różnych etapach złożonej obróbki zaobserwowane dla stopu WE43 wskazują na wzrost ilości wydzieleni dla próbek poddanych utwardzaniu wydzieleniowemu połączonemu z głęboką obróbką kriogeniczną w porównaniu do klasycznego procesu przesycaania i starzenia. Analiza wyników badań mikroindentacyjnych wykazała, że wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej do



procesu obróbki cieplnej stopu WE43 wpływa w sposób znaczący na poprawę jego właściwości. Największą twardością H_{IT} oraz modułem Young'a E_{IT} charakteryzował się stop poddany DCT po procesie przesycań i procesie starzenia; zaobserwowano ok. 15% wzrost właściwości mechanicznych w stosunku do stopu w stanie wyjściowym. Charakter krzywych obciążenie-odciążenie $F(h)$ dla różnych wartości maksymalnego obciążenia wgłębnika F_{max} i wyznaczonych na ich podstawie właściwości mikromechanicznych pozwalała również zauważyć, że dla stopu magnezu WE43 wraz ze wzrostem obciążenia wgłębnika występował znaczny spadek mierzonych wielkości. Zjawisko to tłumaczone jest w oparciu o model dyslokacji Taylora oraz zależnością pomiędzy twardością i głębokością odcisku wyznaczoną dla materiałów krystalicznych. Analiza krzywych indentacji instrumentalnej pozwala zauważyć także bezpośredni związek odporności badanego stopu magnezu na odkształcenia obserwowany przez zmianę parametrów takich jak głębokość penetracji wgłębnika, powierzchnia oraz objętość odcisku. Dla utwardzania wydzieleniowego połączonego z DCT obserwuje się najniższe wartości całkowitej pracy indentacji oraz około 14% udział pracy odkształcenia sprężystego wynikający ze wzrostu twardości i modułu Young'a. Testy tribologiczne i badane podczas nich takie parametry jak: specyficzny wskaźnik zużycia (zużycie objętościowe), zużycie liniowe, ustabilizowany współczynnik tarcia wskazują na dwukrotną poprawę odporności na zużycie stopu magnezu WE43 poddanego głębokiej obróbce kriogenicznej w połączeniu z utwardzaniem wydzieleniowym w porównaniu do stopu w stanie dostawy. Badania profilografometryczne oraz obserwacja mikroskopowa i mikroanaliza składu chemicznego śladów wytarcia wykazały, że zaproponowana obróbka (DCT + utwardzanie wydzieleniowe) skutecznie zmniejsza powierzchnię (głębokość i szerokość) śladów wytarcia oraz wpływa na ograniczenie procesu skrawania stopu i adhezji materiału stopu do przeciwpróbek - kulek z ZrO_2 . Zastosowana obróbka cieplna oraz sam proces tarcia nie mają istotnego wpływu na zmianę składu stopu po testach tribologicznych. Połączenie głębokiej obróbki kriogenicznej z utwardzaniem wydzieleniowym jest skuteczną metodą poprawiającą trwałość eksploatacyjną stopu magnezu WE43 jednak obserwacje mikrostruktury oraz wyniki testów

mikromechanicznych i tribologicznych wykazały, że stop poddany złożonej obróbce cieplnej przy parametrach dobranych dla stopu WE54 wykazywał pewne cechy przestarzenia. Należało zatem dobrać odpowiednie warunki dla stopu o niższej zawartości itru. W pracach [C7 i C8] dobrano czas głębokiej obróbki kriogenicznej oraz temperaturę starzenia stopu WE43 po zastosowaniu wymrażania w ciekłym azocie. określono wpływ czasu głębokiej obróbki kriogenicznej (DCT) na właściwości mikromechaniczne stopów WE43 i WE54.

Stopy WE43 i WE54 poddano głębokiej obróbce kriogenicznej (deep cryogenic treatment – DCT) w temperaturze -196°C (w ciekłym azocie) [C7]. Każdy ze stopów wymrożono odpowiednio przez okres czasu: 2, 4, 8, 24 i 48 h. Następnie próbki do badań mikromechanicznych i tribologicznych przeszlifowano w celu uzyskania jednakowej chropowatości powierzchni $R_a = 0,05 \mu\text{m}$. Właściwości mikromechaniczne zmierzono przy pomocy mikrokombitestera MCT³. Wpływ czasu głębokiej obróbki kriogenicznej na właściwości mechaniczne stopów magnezu WE43 i WE54 zbadano także podczas jednoosiowej próby ściskania na maszynie wytrzymałościowej Instron 5982. Podczas próby rejestrowano w sposób ciągły zależność siły (naprężenia) od skrócenia Δh (próbki). Następnie określano takie wielkości jak wytrzymałość na ściskanie – UCS (R_c), umowna granica plastyczności – UYS ($R_{c0,2}$), skrócenie względne (A_c). Testy tribologiczne przeprowadzono na tribometrze TRN w układzie kula-tarcza (ruch obrotowy) i kula-powierzchnia podczas tarcia w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym.

Testy mikroindentacyjne wykazały, że w stanie dostawy stopy charakteryzowały się twardością $H_{IT} = 916 \text{ MPa}$ (WE43) i $= 950 \text{ MPa}$ (WE54) [C7]. Wraz ze wzrostem czasu wymrażania zaobserwowano wzrost twardości obu stopów. Najkorzystniejsze właściwości uzyskano dla wymrażania przez okres 24 h, które spowodowało ok 10% wzrost twardości $H_{IT} = 955 \text{ MPa}$ (WE43) i $= 1058 \text{ MPa}$ (WE54). Po przekroczeniu czasu 24h obserwuje się ponowny spadek właściwości mikromechanicznych. Badania mikromechaniczne wykazały także, że głęboka obróbka kriogeniczna nie wpływa w sposób znaczący na zmianę sprężystości obu badanych stopów magnezu (powodując niewielki wzrost Modułu Young'a). Moduł Young'a E_{IT} wynosił ok. 49 GPa



w stanie dostawy i ok. 53 GPa po wymrażaniu w ciekłym azocie przez okres 24 h. Udział sprężystej składowej pracy wciskania wgłębnika η_{IT} wynosił 13-14% i również nie ulegał znaczącym zmianom pod wpływem wymrażania. Poprawę właściwości mechanicznych stopów magnezu z metalami ziem rzadkich po głębokiej obróbce kriogenicznej stwierdzono również podczas jednoosiowej próby ściskania. Wykazano, że wytrzymałość na ściskanie – UCS (R_c) rośnie wraz z wydłużeniem czasu wymrażania dla obu badanych stopów magnezu, przy niewielkich zmianach właściwości plastycznych reprezentowanych przez umowną granicę plastyczności UYS ($R_{c0,2}$). Najkorzystniejsze wyniki podobnie jak w przypadku badań mikromechanicznych uzyskano dla próbek wymrażanych przez okres 24h stwierdzono ok 6-7% wzrost wytrzymałości na ściskanie R_c przy około 1-2% spadku właściwości plastycznych dla stopu WE43 i ok 3-4% wzroście $R_{c0,2}$ dla stopu WE54 oraz skróceniu względnym (A_c) mieszczącym się w granicach 23-26%. Poprawa właściwości mikromechanicznych i mechanicznych stopów magnezu WE43 i WE54 po wymrażaniu ma związek ze zmniejszeniem ilości defektów, co z kolei powoduje zmniejszenie wakansów w sieci krystalicznej, która staje się bardziej jednorodna. Zmiany te wpłynęły na poprawę właściwości tribologicznych: zaobserwowano 35% spadek zużycia objętościowego, dwukrotne obniżenie zużycia liniowego, a także 20% spadek współczynnika tarcia w stosunku do materiału wyjściowego. Najkorzystniejsze wyniki badań tribologicznych uzyskano dla stopów WE43 i WE54 po 24 h okresie wymrażania [C7]. Zarówno w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym jak i ruchu obrotowym dominującym mechanizmem zużycia było zużycie ścierne objawiające się w postaci licznych rowków, zagłębień powstających równoległe do kierunku ślizgania. W przypadku ruchu posuwisto-zwrotnego zaobserwowano także obszary mikroskrawania oraz adhezji zwłaszcza na końcach śladu osadzające się podczas zmiany kierunku ruchu. Głęboka obróbka kriogeniczna stopów magnezu z metalami ziem rzadkich (WE43 i WE54) w skuteczny sposób ogranicza proces skrawania i powstawania głębokich rys co ma bezpośredni wpływ na ograniczenie zużycia tribologicznego. Wraz z poprawą właściwości mechanicznych i mikromechanicznych rokuje to na dużo wyższą trwałość obu badanych stopów.

Po dobraniu odpowiedniego czasu wymrażania (24h) w kolejnych badaniach eksperymentalnych przystąpiono do opracowania parametrów złożonej obróbki cieplnej dla stopu WE43 [C8]. Temperatura przesycaenia wynosiła 545°C, czas przesycaenia 8h. W celu doboru odpowiedniej temperatury starzenia proces przeprowadzono w czterech różnych temperaturach: 175°C, 200°C, 225°C oraz 250°C, w czasie 24 h. Dla wszystkich wariantów przeprowadzono także proces złożonej obróbki cieplnej polegający na połączeniu przesycaenia i starzenia z głęboką obróbką kriogeniczną przeprowadzaną w czasie 24 h w temperaturze ciekłego azotu (-196°C). W ten sposób uzyskano 12 różnych wariantów materiału badań.

Stop magnezu WE43 w stanie wyjściowym charakteryzuje się drobnoziarnistą strukturą roztworu stałego α -Mg (ICDD PDF: 04-004-8048), analiza składu fazowego oraz obserwacje mikroskopowe potwierdziły ponadto występowanie faz $Mg_{41}Nd_5$ (ICDD PDF: 04-004-2061), $Mg_{46.1}Y_{6.25}RE_{3.45}$ (ICDD PDF: 04-020-4829). Na obrazach mikroskopowych (SEM) zauważyć można także wydzielenia o charakterystycznym kształcie „prostokątów” - fazy $Mg_{24}Y_5$ (ICDD PDF: 01-077-9449), a także obecność obszarów bogatych w cyrkon Zr, brak obecności refleksów fazy $Mg_{24}Y_5$ na dyfraktogramach może wynikać z faktu, że jej ilość była niższa od progu wykrywalności metody, może mieć na to również wpływ obniżona zawartość Y w stosunku do stopu WE54. Pomiedzy strukturą stopu WE43 w stanie wyjściowym i po głębokiej obróbce kriogenicznej przeprowadzonej przez okres 24 h (DCT) nie stwierdzono istotnych różnic. Analiza ilościowa mikrostruktury w stanie wyjściowym oraz po wymrażaniu, wykazała niewielki średni rozmiar ziaren wynoszący odpowiednio 57,8 μm^2 ($G = 11,12$; ASTM E112) dla próbki wyjściowej i 73,5 μm^2 ($G = 10,78$; ASTM E112) dla próbki po DCT. Udział objętościowy faz międzymetalicznych wynosił 9,03% w przypadku próbki wyjściowej i 7,34% w przypadku próbki poddanej procesowi wymrażania. Spektroskopia dyspersji energii (EDS) oraz mapy dystrybucji elementów potwierdziły w stopie WE43 występowanie pierwiastków: Mg, Y, Zr, Nd, Ni, Zn. Wyniki były zgodne z certyfikatem producenta, ponadto nie zidentyfikowano żadnych dodatkowych niepożądanych pierwiastków w składzie stopu. Analizując mikrostrukturę po procesie przesycaenia stopu WE43 w pierwszej kolejności można

zauważyć 120-krotny wzrost rozmiaru ziarna. Stop poddany procesowi wymrażania po przesycaeniu z kolei charakteryzował się około 100-krotnym powiększeniem powierzchni ziaren. Obliczenia ilościowe mikrostruktury wykazały, że po przesycaeniu większość wydzieleni rozpuszczała się w osnowie ich udział zmniejszał się 5-krotnie, a w przypadku przesycaenia połączonego z wymrażaniem ponad 10-krotnie w stosunku do stopu w stanie wyjściowym, inaczej niż w przypadku stopu WE54 badanego w naszych poprzednich artykułach, gdzie takiego wpływu nie było. Na dyfraktogramach XRD zidentyfikowano fazy α -Mg (ICDD PDF: 04-004-8048) oraz $\text{La}_{0.5}\text{RE}_{0.5}$ (ICDD PDF: 04-001-0370). Również spektroskopia składu chemicznego oraz obserwacje map dystrybucji pierwiastków wskazują na jednolity skład stopu WE43 po procesie przesycaenia.

Wprowadzenie do procesu utwardzania wydzieleniowego obróbki kriogenicznej dla temperatur starzenia 175°C - $225^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$ prowadziło do spadku rozmiaru ziarna w stosunku do próbek niepoddawanych temu procesowi. Badając z kolei próbki starzone w temperaturze $250^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$ można zauważyć, że rozmiar ziaren wzrasta znacznie w porównaniu do temp. $225^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$ dla obu rodzajów obróbki cieplnej. Analizując wpływ temperatury starzenia na mikrostrukturę należy przede wszystkim zwrócić uwagę na ilość i rodzaj wydzieleni umacniających fazy β . Dla temperatur starzenia 175°C - 225°C zaobserwowano wraz ze wzrostem temperatury starzenia maksymalnie 5-krotny wzrost ilości wydzieleni w stosunku do stopu po przesycaeniu i wymrażaniu. Wydzielenia te ponadto są drobne, a tylko takie mogą powodować umocnienie materiału. Najkorzystniejsze wyniki uzyskano dla stopu starzonego w temperaturze $225^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$ poddanego głębokiej obróbce kriogenicznej. Dla stopu starzonego w temperaturze $250^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$ obserwuje się największą ilość wydzieleni, ale wzrasta znacznie ich rozmiar i długość co wraz ze wzrostem rozmiaru ziarna może świadczyć o przestarzeniu stopu. Podczas badań XRD zidentyfikowano takie fazy jak: Mg (ICDD PDF: 04-004-8048), $\text{La}_{0.5}\text{RE}_{0.5}$ (ICDD PDF: 04-001-0370), Mg_3RE (ICDD PDF: 04-001-1242), Mg_2Nd (ICDD PDF: 04-002-0742), MgRE (ICDD PDF: 04-006-1598), MgY (ICDD PDF: 01-076-8837), $\text{Y}_{0.65}\text{RE}_{0.35}$ (ICDD PDF: 04-001-0126). Mikroanaliza składu fazowego (EDS) potwierdziła również obecność faz z itrem oraz obszarów bogatych



w cyrkon. Dzięki obniżeniu temperatury starzenia do 225°C, a także zbadanemu wcześniej i zmniejszonemu z 48 h do 24 h czasie starzenia uzyskiwanemu przez zastosowanie wymrażania, wykazałem, że można efektywnie wspomóc proces wydzieleniowy, a także zapobiegać ponownemu rozrostowi ziaren również dla stopu WE43 o obniżonej zawartości itru.

Obniżenie temperatury starzenia, a w konsekwencji uzyskane pozytywne zmiany w strukturze stopu WE43, wpłynęły w znaczący sposób na zmiany właściwości mikromechanicznych zaobserwowanych podczas testów mikroindentacji instrumentalnej. Analiza wyników badań mikromechanicznych wykazała, że wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej i dobranie odpowiedniej temperatury starzenia stopu WE43 prowadzi przede wszystkim do zwiększenia twardości stopu. Trend wzrostowy obserwuje się dla temperatur od 175°C do 225°C. Wyniki wskazują, że dla stopu magnezu starzonego w temperaturze 250°C następuje zmniejszenie twardości w porównaniu do temperatury 225°C. Można również zauważyć, że głęboka obróbka kriogeniczna wprowadzona do procesu obróbki przy każdej temperaturze starzenia również powoduje zwiększenie twardości. Najkorzystniejsze wyniki odnotowano dla stopu przesyconego w temperaturze 545°C/8 h, starzonego w temperaturze 225°C przez okres 24 h z zastosowaniem głębokiej obróbki kriogenicznej DCT. Twardość dla tego wariantu (1,157 GPa) wzrosła około 30% w stosunku do stopu w stanie wyjściowym (0,908 GPa). Podwyższenie temperatury starzenia do 250°C zapewnia tylko około 15% wzrost twardości w stosunku do stopu w stanie dostawy [C7-C8]. Wprowadzenie wymrażania z kolei podwyższa twardość o ok. 8% w stosunku do stopu poddawanego obróbce cieplnej bez DCT. W przypadku modułu Young'a obserwowane są podobne zależności. Podwyższanie temperatury starzenia w zakresie 175°C-225°C powoduje stopniowy wzrost modułu Young'a, maksymalnie 10% w stosunku do materiału w stanie dostawy. Z przeprowadzonej analizy wynika również, że odpowiednio dobrana temperatura starzenia stopu WE43 powoduje wzrost odporności na odkształcenia. Wzrost ten obserwowany jest przez zmianę parametrów takich jak głębokość penetracji wgłębnika, powierzchnia oraz objętość odcisku, co bezpośrednio prowadzi do spadku wartości całkowitej pracy



indentacji. Poprawa właściwości stopu WE43 obserwowana przy odpowiednio dobranych parametrach obróbki cieplnej takich jak temperatura oraz czas przesycań i starzenia połączonego z głęboką obróbką kriogeniczną DCT jest skuteczną metodą poprawy właściwości stopu magnezu z metalami ziem rzadkich – WE43.

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem było wprowadzenie procesu głębokiej obróbki kriogenicznej, której efektem było przyspieszenie efektu utwardzania wydzieleniowego dla stopu WE43. Stwierdziłem, że parametry obróbki kriogenicznej i cieplnej dobrane dla stopu WE54 prowadzą do przestarzenia stopu WE43. Dobrałem odpowiedni czas wymrażania i temperaturę starzenia dla stopu z obniżoną zawartością itru. Następnie określiłem wpływ czasu obróbki kriogenicznej na właściwości stopów WE43 i WE54 podczas próby ściskania, badań mikromechanicznych i tribologicznych, wykazując, że twardość, moduł Younga i wytrzymałość na ściskanie rosną wraz z wydłużeniem czasu wymrażania (od 2 do 24 h) oraz następuje znaczne obniżenie zużycia tribologicznego. Najlepsze wyniki uzyskałem po 24 godzinach wymrażania, dalsze wymrażanie prowadziło do pogorszenia wszystkich właściwości.

Po dobraniu odpowiedniego czasu wymrażania dobrałem temperaturę i czas przesycań stopu WE43 oraz przeprowadziłem proces starzenia w zakresie 175-250°C. Wykonałem złożoną obróbkę cieplną łączącą przesycań i starzenie z głęboką obróbką kriogeniczną. Badania mikrostruktury wykazały, że stop WE43 charakteryzuje się drobnoziarnistą strukturą roztworu stałego α -Mg z wydzieleniami faz $Mg_{41}Nd_5$, $Mg_{46.1}Y_{6.25}RE_{3.45}$ i $Mg_{24}Y_5$. Metoda spektroskopii energii dyspersji EDS oraz mapy dystrybucji elementów potwierdziły występowanie pierwiastków stopowych w ilości zgodnej z certyfikatem producenta.

Przesycań spowodowało zmiany strukturalne stopu WE43 prowadzące do znacznego wzrostu rozmiaru ziaren. Ilościowe obliczenia mikrostruktury wykazały, że przesycań zmniejszyło udział wydzieleni 5-krotnie, a przesycań z wymrażaniem ponad 10-krotnie w stosunku do stanu wyjściowego. Analizując wpływ temperatury starzenia na mikrostrukturę, stwierdziłem, że starzenie w 225°C przez 24 h połączone z obróbką kriogeniczną dawało najlepsze wyniki, powodując 5-krotny wzrost ilości

wydzieleń w stosunku do procesu przesycania. Badania mikroindentacji wykazały 30% wzrost twardości i 10% wzrost modułu Younga w stosunku do stanu dostawy. Odpowiednio dobrana temperatura starzenia (225°C/24h) i czas wymrażania (24h) powodowały wzrost odporności na odkształcenia, co prowadziło do zmniejszenia wartości całkowitej pracy indentacji i jej składowych.

Badania tribologiczne stopów WE43 i WE54 dla różnych skojarzeń materiałowych

W oparciu o dotychczas otrzymane wyniki oraz uzyskane wnioski w zakresie doboru odpowiednich warunków obróbki cieplnej dla obu stopów magnezu z metalami ziem rzadkich [C1-C8], podjąłem dalsze badania tribologiczne na dużej macierzy próbek w celu potwierdzenia skuteczności zaproponowanej metody głębokiej obróbki kriogenicznej połączonej z utwardzaniem wydzieleniowym. Wykonano badania zużycia tribologicznego stopów WE43 i WE54 dla czterech różnych skojarzeń materiałowych (stopy WE43, WE54 - AISI 316-L, Si₃N₄, WC oraz ZrO₂) [C9]. Należy podkreślić, iż badania te stanowią uzupełnienie stanu wiedzy zarówno w temacie badań stopów magnezu z metalami ziem rzadkich jak i samych badań tribologicznych w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym. Podczas pomiarów profilografometrycznych zaproponowałem m.in. modyfikację zaleceń norm ASTM G133 i ASTM D7755 w zakresie pomiarów średniej powierzchni śladów wytarcia, co stanowi jedno z osiągnięć pracy. Dla obu stopów temperatura przesycania wynosiła 545°C, czas przesycania 8 h. Temperatura starzenia dla stopu WE43 wynosiła 225°C, a dla stopu WE54 ustalono ją na 250°C. Czas starzenia 24 h. Proces utwardzania wydzieleniowego połączono z głęboką obróbką kriogeniczną przeprowadzaną w czasie 24h w temperaturze ciekłego azotu (-196°C) przed i po procesie starzenia. Testy tribologiczne przeprowadzono na tribometrze TRN (Anton Paar, Corcelles-Cormondrèche, Szwajcaria) w układzie kula-powierzchnia w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym. Zbadano 40 różnych wariantów. Zużycie badano w warunkach tarcia technicznie suchego w temperaturze pokojowej $21 \pm 1^\circ\text{C}$ i wilgotności $40 \pm 5\%$, zgodnie z zaleceniami noty technicznej VAMAS oraz norm ASTM G99 i ASTM G133. Po wykonaniu testów tribologicznych określono następujące parametry: średnia powierzchnia śladu zużycia P, specyficzny wskaźnik zużycia k i średni współczynnik



tarcia μ . Analizę statystyczną testów tribologicznych przeprowadzono przy użyciu jednoczynnikowej analizy wariancji $p < 0,05$ (one-way ANOVA), a następnie testu Tukey'a. Średnią powierzchnię śladu wytarcia P określano za pomocą profilografometru Form Talysurf Series 2 - 50i według zmodyfikowanej normy ASTM G133 i ASTM D7755. Modyfikacja ta polegała na rozszerzeniu ilości mierzonych profili z sugerowanych przez normę 4 do 8, co pozwoliło na znaczne zmniejszenie błędu pomiarowego w porównaniu do standardowej procedury. Ślady zużycia powstałe podczas testów tribologicznych zobrazowano poprzez izometryczne obrazy 3D badanej powierzchni wraz z mapą zmiany kolorów. Morfologię śladów wytarcia oraz produktów zużycia zbadano z kolei na skaningowym mikroskopie elektronowym.

Wyniki badań wykazały, że w każdym z czterech zbadanych skojarzeń materiałowych (AISI 316-L; ZrO_2 ; Si_3N_4 ; WC) w stanie wyjściowym stopy magnezu WE43 i WE54 charakteryzowały się niewielką odpornością na zużycie ściernie [C9]. Średnia objętość śladu zużycia V w stanie wyjściowym dla stopu WE43 wynosiła od 0,572 do 0,591 [mm^3], natomiast dla stopu WE54 od 0,516 do 0,553 [mm^3]. Specyficzny wskaźnik zużycia k dla stopu WE43 mieścił się w granicach $2,29-2,36 \cdot 10^{-3}$ [mm^3/Nm] oraz $2,06-2,21 \cdot 10^{-3}$ [mm^3/Nm] dla WE54. Wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej (DCT) oraz złożonej obróbki cieplnej w postaci utwardzania wydzieleniowego przeprowadzonego w odpowiednio dobranej temperaturze połączonego z wymrażaniem obu stopów, pozwoliło na około 20-45% ograniczenie specyficznego wskaźnika zużycia dla stopu WE43 i około 10-47% dla stopu WE54. W przypadku stopu WE43 najkorzystniejsze wyniki uzyskano podczas tarcia ze stalą AISI 316-L dla próbek poddanych przesycaniu w temperaturze 545 °C w czasie 8h, następnie wymrażaniu w temperaturze -196°C w czasie 24 h i starzeniu w temperaturze 225°C w czasie 24 h ($V = 0,332$ [mm^3], $k = 1,33 \cdot 10^{-3}$ [mm^3/Nm]). Stop WE54 także wykazywał najlepsze właściwości tribologiczne przy zastosowaniu kulek wykonanych ze stali AISI 316-L, zbliżone wyniki uzyskano także w skojarzeniu, gdzie przeciwpróbką była kulka wykonana z ZrO_2 . Wyniki takie uzyskano po przesycaniu w temperaturze 545°C w czasie 8 h, wymrażaniu w ciekłym azocie w temperaturze -196°C w czasie 24 h, starzeniu w temperaturze 250°C w czasie 24 h, a następnie



ponownym wymrażaniu w czasie 24 h ($V = 0,304 \text{ [mm}^3\text{]}$, $k = 1,22 \cdot 10^{-3} \text{ [mm}^3\text{/Nm]}$). W stosunku do stopu o niższej zawartości itru w składzie (WE43) dla uzyskania najkorzystniejszych właściwości tribologicznych zmienia się ilość poszczególnych etapów złożonej obróbki cieplnej i temperatura starzenia. Podczas tarcia w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym stop WE54 ma korzystniejsze właściwości tribologiczne po wymrażaniu zastosowanym przed i po starzeniu, natomiast stop WE43 po głębokiej obróbce kriogenicznej wykonanej przed starzeniem. Na spadek zużycia tribologicznego miało również wpływ obniżenie współczynnika tarcia. Średni ustabilizowany współczynnik tarcia μ_{mean} dla obu badanych stopów w zależności od zastosowanej obróbki cieplnej oraz od skojarzenia materiałowego ulegał obniżeniu o około 10 do 20%. Badania morfologii śladów wytarcia oraz morfologii produktów zużycia dostarczyły informacji na temat mechanizmów zużycia oraz rodzajów produktów zużycia tworzących się podczas tarcia suchego stopów WE43 i WE54. Stwierdzono, że w obu przypadkach dominującym mechanizmem degradacji powierzchni jest zużycie ściernie. Charakteryzuje się ono formowaniem licznych rowków oraz bruzd, które układają się równoległe do kierunku ruchu ślizgowego. Te obserwacje są zgodne z ogólnie przyjętymi modelami tribologicznymi opisującymi interakcje między powierzchniami w ruchu względnym. Dodatkowo, na powierzchniach tarcia zidentyfikowano obszary mikrobruzdowania i mikroskrawania oraz adhezji, które były szczególnie wyraźne na krańcach śladów wytarcia. Warto nadmienić, że obszary te formowały się w momencie zmiany kierunku ruchu, co sugeruje, że dynamika procesu tribologicznego ma złożony charakter, a interakcje między powierzchniami są ściśle związane z kierunkiem działania sił tarcia. Aby lepiej poznać i zrozumieć mechanizm zużycia stopów magnezu WE43 i WE54 przeprowadzono również badania morfologii śladów zużycia. Zidentyfikowano cząstki zużycia w kształcie wstążki (ribbon-like strip debris), które mają charakterystykę obróbki wiórowej. Cząstki te były gładkie z jednej strony i ząbkowane po przeciwnej. Wskazuje to na ścierny mechanizm mikroskrawania. Na zdjęciach mikroskopowych wykonanych przy dużych powiększeniach uwidaczniają się równoległe prążki, które wskazują na powstawanie pasm ścinania. Podczas badań

zidentyfikowano także cząstki zużycia w kształcie listków, łat (lathy-shaped debris), które również wskazują na mechanizm zużycia ściernego są to jednak w tym przypadku cząstki zużycia, które podczas tarcia zostały oddzielone od powierzchni stopu magnezu ulegając przy tym pękaniu. Zaobserwowano również produkty zużycia w postaci pyłu (co mogło wskazywać na efekt utleniania). Głęboka obróbka kriogeniczna wprowadzona do procesu utwardzania wydzieleniowego badanych stopów magnezu poprzez ograniczenie zużycia również ogranicza powstawanie produktów zużycia, których występowanie w węźle tarcia ma wpływ na pogorszenie właściwości tribologicznych [C9].

Najważniejszym osiągnięciem tej części pracy było przeprowadzenie testów zużycia i pomiarów współczynnika tarcia w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym dla czterech skojarzeń materiałowych (AISI 316-L, Si₃N₄, WC, ZrO₂). Określiłem średnią powierzchnię śladu zużycia, specyficzny wskaźnik zużycia i średni współczynnik tarcia.

Zaproponowałem modyfikację norm ASTM G133 i ASTM D7755 w zakresie pomiarów profilografometrycznych, zwiększając ilość mierzonych profili z 4 do 8, co znacznie zmniejszyło błąd pomiarowy. Wykazałem, że w stanie wyjściowym stopy WE43 i WE54 miały niską odporność na zużycie ściernie. Wprowadzenie głębokiej obróbki kriogenicznej i utwardzania wydzieleniowego zmniejszyło specyficzny wskaźnik zużycia o 20-45% dla WE43 i 10-47% dla WE54.

Kombinacja przesycania i wymrażania wprowadzonego przed starzeniem prowadziła do uzyskania najkorzystniejszych wyników badań tribologicznych - największego ograniczenia zużycia. Badania morfologii śladów zużycia wykazały, że dominującym mechanizmem było zużycie ściernie, z równoległymi do kierunku ruchu rowkami i bruzdami. Konsekwencją powyższego było występowanie mikromechanizmów mikrobruzdowania, mikroskrawania i adhezji obserwowanej zwłaszcza na krańcach śladów wytarcia.

Badania morfologii produktów zużycia wykazały obecność cząstek w kształcie wstążek i listków, wskazując na mechanizm mikroskrawania i ścierania. Głęboka obróbka kriogeniczna wprowadzona do procesu utwardzania wydzieleniowego



stopów magnezu z metalami ziem rzadkich ograniczyła powstawanie produktów zużycia, poprawiając właściwości tribologiczne obu stopów. Testy statystyczne potwierdziły istotność badań, wykazując skuteczność metody dla wszystkich badanych skojarzeń materiałowych. Ograniczenie zużycia rokuje na wydłużenie trwałości eksploatacyjnej stopów WE43 i WE54.

Podsumowanie

Działania naukowe skupione wokół monotematycznego kierunku działalności naukowo-badawczej opisane w pracach [C1-C9] koncentrowały się na poprawie trwałości eksploatacyjnej węzłów tarcia stopów magnezu z metalami ziem rzadkich WE43 i WE54 kształtowanych przez złożoną obróbkę cieplną w postaci przesycania i starzenia połączoną z głęboką obróbką kriogeniczną z myślą o zastosowaniu ich unikalnych właściwości nie tylko w sektorze przemysłowym, samochodowym czy lotniczym, ale również biomedycznym (m.in. w ortopedii oraz implantach układu sercowo-naczyniowego). Głównym problemem w zastosowaniach przemysłowych i medycznych stanowi duży stopień degradacji spowodowany niską odpornością na zużycie tribologiczne oraz niewielką odpornością korozyjną.

Zaproponowana głęboka obróbka kriogeniczna (DCT) jest jedną z metod prowadzącą do poprawy właściwości zarówno mechanicznych jak i tribologicznych materiałów inżynierskich. Przeprowadzana jest najczęściej w temperaturze ciekłego azotu (-196°C). Wpływ obróbki kriogenicznej na właściwości stali czy stopów aluminium jest dość dobrze udokumentowany w literaturze przedmiotu. Niewiele doniesień naukowych dotyczy, jednakże stopów magnezu z metalami ziem rzadkich. Dlatego działania w ramach tego cyklu badawczego skupione były na ocenie możliwości zastosowania głębokiej obróbki kriogenicznej w połączeniu z obróbką cieplną w postaci utwardzania wydzieleniowego w celu uzyskania odpowiednio zaprojektowanej struktury, która będzie miała wpływ na poprawę właściwości użytkowych badanych stopów magnezu. W ramach prowadzonych prac badawczych [C1-C9] ustalono warunki przesycania, starzenia oraz kolejności wprowadzania wymrażania dla stopów magnezu WE43 i WE54. Następnie skorzystano z wielu metod



badawczych takich jak mikroskopia optyczna z analizą ilościową mikrostruktury, skaningowa mikroskopia elektronowa wraz z analizą spektroskopii dyspersyjnej energii EDS i mapą dystrybucji elementów, badania składu fazowego przy użyciu dyfrakcji rentgenowskiej XRD. Wykonano szereg charakterystyk mechanicznych, mikromechanicznych, sklerometrycznych, profilografometrycznych oraz tribologicznych w trzech różnych rodzajach ruchu (obrotowy, posuwisto-zwrotny po okręgu i posuwisto-zwrotny liniowy) dla różnych obciążeń i różnych rodzajów skojarzeń materiałowych. Określono dla każdego ruchu także morfologię śladów wytarcia i zidentyfikowano główne mechanizmy zużycia. Ponadto wykonano badania morfologii śladów zużycia jak i kulek przeciwpróbek. Wszystkie te działania miały na celu potwierdzenie skuteczności opracowanej metody złożonej obróbki cieplnej w celu poprawy trwałości eksploatacyjnej stopów magnezu z metalami ziem rzadkich, co stanowi jedno z osiągnięć mojej pracy habilitacyjnej.

Z myślą o zastosowaniach biomedycznych, dalsze działania badawcze po zakończeniu tego cyklu badań powinny koncentrować się na poprawie właściwości korozyjnych stopu i uzyskaniu w pełni sterowanego procesu degradacji. Pomimo wielu zalet niski standardowy potencjał elektrody wynoszący dla Mg $-2,372$ V i w związku z tym zwiększona tendencja do korozji w środowisku wodnym stanowi duże wyzwanie dla zespołów badawczych na całym świecie. W ramach pracy inżynierskiej wykonanej i obronionej w 2024 roku pod moim kierunkiem zatytułowanej: „Wpływ temperatury starzenia i obróbki kriogenicznej na właściwości tribologiczne stopu WE43” wykonano wstępne badania tribologiczne w warunkach tarcia suchego oraz tarcia płynnego z zastosowaniem wody destylowanej oraz roztworu Ringer’a dozowanych w ilości 45 ml/test. Analiza wyników badań zużycia oraz morfologii śladów zużycia wykazała, że zastosowanie zaproponowanej w cyklu badawczym [C1-C9] złożonej obróbki cieplnej (utwardzanie-wymrażanie) pozwoliła również na znaczne zmniejszenie zużycia tribologicznego podczas tarcia smarowanego. Należy nadmienić, iż największe korzyści w tym przypadku uzyskano jednak dla tarcia suchego. Po zastosowaniu smarowania powierzchnia śladu wytarcia zmniejszyła się o 25-40% w stosunku do stopu w stanie dostawy. Złożona obróbka cieplna pozwala na



tyle poprawić odporność stopu na zużycie, że jest ono porównywalne z wartościami uzyskiwanymi dla tarcia smarowanego. Na zmniejszenie zużycia tribologicznego podczas testów tribologicznych z użyciem wody destylowanej i roztworu Ringer'a miało wpływ około 35% obniżenie średniego ustabilizowanego współczynnika tarcia μ_{mean} w stosunku do stopu w stanie dostawy poddanemu tarcia suchemu. Na obrazach morfologii podczas testów tribologicznych w środowisku płynnym zwłaszcza chlorkowym (roztwór Ringer'a) zaobserwowano obszary korozji wżerowej powodujące rozwarstwienia, pęknięcia powierzchni stopu i powstawanie dodatkowych produktów zużycia. Do współpracy tribologicznej w środowisku wodnym i chlorkowym należy rozważyć wprowadzenie dodatkowej warstwy ochronnej pozwalającej na zabezpieczenie stopów WE43 i WE54 przed tego typu zjawiskami, co będzie przedmiotem prowadzonych przeze mnie dalszych badań, testów i analiz.

Bibliografia

1. Kainer KU, von Buch F. The current state of technology and potential and further development of magnesium alloy. In: Kainer KU, ed. Magnesium Alloys and Technologies. Wiley-VCH; 2003:1-22. doi:10.1002/3527602046.
2. Mordike B, Ebert T. Magnesium Properties – applications – potential. Mater Sci Eng A. 2001;302:37-45. doi:10.1016/S0921-5093(00)01351-4.
3. Mehta DS, Masood SH, Song WQ. Investigation of wear properties of magnesium and aluminum alloys for automotive applications. J Mater Process Technol. 2004;155:1526-1531. doi:10.1016/j.jmatprotec.2004.04.247.
4. He SM, Zeng XQ, Peng LM, et al. Microstructure and strengthening mechanism of high strength Mg-10Gd-2Y-0.5Zr alloy. J Alloys Compd. 2007;427:316-323. doi:10.1016/j.jallcom.2006.03.015.
5. Naqvi RB, Joya YF, Karim MRA. Next-generation biomaterials for bone-tissue regeneration: Mg-Alloys on the move. Key Eng Mater. 2018;778:306-315.
6. Witte F, Kaese V, Haferkamp H, et al. In vivo corrosion of four magnesium alloys and the associated bone response. Biomaterials. 2005;26:3557-3563.
7. Pruitt LA, Chakravartula AM. Mechanics of Biomaterials: Fundamental Principles for Implant Design. Cambridge University Press; 2011. ISBN 9780521762212.
8. Nagels J, Stokdijk M, Rozing PM. Stress shielding and bone resorption in shoulder arthroplasty. J Shoulder Elbow Surg. 2003;12:35-39.



9. Riggs BL, Melton LJ III. The worldwide problem of osteoporosis: Insights afforded by epidemiology. *Bone*. 1995;17:505-511.
10. Purusothaman M, Sasikumar M. Processing/properties and applications of Magnesium based metal matrix composites: A review. *Int J Intellect Advanc Resear Engineer Computat*. 2017;5:1995-2007.
11. Krause A, Von Der Höh N, Bormann D, et al. Degradation behaviour and mechanical properties of magnesium implants in rabbit tibiae. *J Mater Sci*. 2010;45:624-632.
12. Hort N, Huang Y, Fechner D, et al. Magnesium alloys as implant materials – principles of property design for Mg-RE alloys. *Acta Biomater*. 2010;6:1714-1725. doi:10.1016/j.actbio.2009.11.012.
13. Torroni A, Xiang C, Witek L, Rodriguez ED, Coelho PG, Gupta N. Biocompatibility and degradation properties of WE43 Mg alloys with and without heat treatment: In vivo evaluation and comparison in a cranial bone sheep model. *J Cranio-Maxillofac Surg*. 2017;45:2075-2083. doi:10.1016/j.jcms.2017.09.016.
14. Chaya A, Yoshizawa S, Verdelis K, Myers N, Costello BJ, Chou DT, Pal S, Maiti S, Kumta PN, Sfeir C. In vivo study of magnesium plate and screw degradation and bone fracture healing. *Acta Biomater*. 2015;18:262-269. doi:10.1016/j.actbio.2015.02.010.
15. Marukawa E, Tamai M, Takahashi Y, Hatakeyama I, Sato M, Higuchi Y, Kakidachi H, et al. Comparison of magnesium alloys and poly-L-lactide screws as degradable implants in a canine fracture model. *J Biomed Mater Res B*. 2016;104:1282-1289. doi:10.1002/jbm.b.33470.
16. Zhao D, Wang T, Kuhlmann J, Dong Z, Chen S, Joshi M, Salunke P, et al. In vivo monitoring the biodegradation of magnesium alloys with an electrochemical H₂ sensor. *Acta Biomater*. 2016;36:361-368. doi:10.1016/j.actbio.2016.03.039.
17. Oshida Y. *Magnesium Materials: From Mountain Bikes to Degradable Bone Grafts*. De Gruyter: Berlin, Germany; Boston, MA, USA, 2021. ISBN 3110676923.
18. Avedisian MM, Baker H. *Magnesium and Magnesium Alloys*. ASM International; 1999. ISBN 9780871706577.
19. Xu L, Yu G, Zhang E, et al. In vivo corrosion behavior of Mg-Mn-Zn alloy for bone implant application. *J Biomed Mater Res*. 2007;83A:703-711. doi:10.1002/jbm.a.31273.
20. Ye C, Xi T, Zheng Y, et al. In vitro corrosion and biocompatibility of phosphating modified WE43 magnesium alloy. *Trans Nonferrous Met Soc China*. 2013;23(4):996-1001. doi:10.1016/S1003-6326(13)62558-3.
21. Mao L, Yuan G, Wang S, et al. A novel biodegradable Mg-Nd-Zn-Zr alloy with uniform corrosion behavior in artificial plasma. *Mater Lett*. 2012;88:1-4. doi:10.1016/j.matlet.2012.08.012.
22. Satya Prasad SV, Prasad SB, Verma K, et al. The role and significance of Magnesium in modern day research – A review. *J Magnesium Alloys*. 2022;10:1-61.
23. Ganesan S, Yaghoobi M, Githens A, et al. The effects of heat treatment on the response of WE43 Mg alloy: crystal plasticity finite element simulation and SEM-DIC experiment. *Int J Plast*. 2021;137:102917. doi:10.1016/j.ijplas.2020.102917.



24. Bednarczyk I, Mrugała A, Tomaszewska A. Influence of plastic deformation process on the structure and properties of alloy WE43. *Arch Metall Mater.* 2016;61(1):389-392. doi:10.1515/amm-2016-0071.
25. Bednarczyk I, Kuc D, Tkocz M, Tomaszewska A. The influence of deformation method on the microstructure and properties of magnesium alloy WE43. *Arch Metall Mater.* 2018;63(4):1975-1980. doi:10.24425/amm.2018.125132.
26. Sankara Narayanan TSN, Park IS, Lee MH. *Surface Modification of Magnesium and Its Alloys for Biomedical Applications Volume II: Modification and Coating Techniques.* Woodhead Publishing; 2015. doi:10.1016/C2013-0-16448-3.
27. Chen YA, Jin L, Fang D, et al. Effects of calcium, samarium addition on microstructure and mechanical properties of AZ61 magnesium alloy. *J Rare Earths.* 2015;33:86-92. doi:10.1016/S1002-0721(14)60387-2
28. Wu DG, Yan SH, Wang ZQ, et al. Effect of samarium on microstructure and corrosion resistance of aged as-cast AZ92 magnesium alloy. *J Rare Earths.* 2014;32:663-671. doi:10.1016/S1002-0721(14)60123-X
29. Wang ZX, Xie JX, Liu XF, Li Y, Zhang DF, Pan FS. Effects of deformation and aging on microstructure and mechanical property of AZ91 magnesium alloy. *Acta Metall Sin.* 2007;43:920-924.
30. Yan H, Wan J, Nie Q. Wear Behavior of Extruded Nano-SiCp Reinforced AZ61 Magnesium Matrix Composites. *Adv Mech Eng.* 2013:1-5. doi:10.1155/2013/489528
31. Huang WJ, Du CH, Li ZF, et al. Tribological characteristics of magnesium alloy using N-containing compounds as lubricating additives during sliding. *Wear.* 2006;260:140-148. doi:10.1016/j.wear.2004.12.039
32. An J, Li RG, Lu Y, et al. Dry sliding wear behavior of magnesium alloys. *Wear.* 2008;265:97-104. doi:10.1016/j.wear.2007.08.021
33. Dobrzański LA. *Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo.* Wydawnictwo Naukowo - Techniczne; 2002.
34. Kushwaha R, Choudhari V, Dash P, et al. Mechanism of precipitation distribution in WE43 alloy. *Materials Characterisation.* 2023.
35. Sonar T, Lomte S, Gogte C. Cryogenic Treatment of Metal –A Review. *Mater Today Proc.* 2018;5:25219–25228.
36. Öteyaka MÖ, Karahisar B, Öteyaka HC. The Impact of Solution Treatment Time (T6) and Deep Cryogenic Treatment on the Microstructure and Wear Performance of Magnesium Alloy AZ91. *J. Materi Eng Perform.* 2020;29:5995–6001.
37. Preciado M, Bravo PM, Alegre JM. Effect of Low Temperature Tempering Prior Cryogenic Treatment on Carburized Steels. *J Mater Process Technol.* 2006;176(1):41–44.
38. Mohan Lal D, Renganarayanan S, Kalanidhi A. Cryogenic Treatment to Augment Wear Resistance of Tool and Die Steels. *Cryogenics.* 2001;41(3):149–155.

39. Da Silva FJ, Franco SD, Machado ÁR, et al. Performance of cryogenically treated HSS tools. *Wear*. 2006;261:674–685.
40. Liu J, Li G, Chen D, et al. Effect of Cryogenic Treatment on Deformation Behavior of As-cast AZ91 Mg Alloy. *Chin J Aeronaut*. 2012;25(6):931–936.
41. Amini K, Akhbarizadeh A, Javadpour S. Investigating the Effect of Quench Environment and Deep Cryogenic Treatment on the Wear Behavior of AZ91. *Mater Des*. 2014;54:154–160.
42. Liu Y, Shao S, Xu C, et al. Dry Sliding Wear Behavior of Mg-Zn-Gd Alloy before and after Cryogenic Treatment. *Tribol Trans*. 2014;57:275–282.
43. Yuan J, Li T, Zhang K, et al. Precipitation Behavior of Mg-7Gd-3Y-2Zn-0.5Zr Alloy during Isothermal Aging at 240 °C. *Trans Nonferrous Met Soc China*. 2019;29:2047–2055.
44. Liu Y, Jin B, Shao S, et al. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of Mg-1.5Zn-0.15Gd magnesium alloy. *Mater Sci Eng A*. 2013;588:76–81. doi:10.1016/j.msea.2013.09.018.
45. Rong W, Wu Y, Zhang Y, et al. Characterization and strengthening effects of γ' precipitates in a high-strength casting Mg-15Gd-1Zn-0.4Zr (wt.%) alloy. *Mater Charact*. 2017;126:1–9.
46. Liu W, Du ZW, Li T, Zhang K, Han XL, Peng YG, Zhang J, Yuan JW, Liu SF, Pang Z. Precipitate evolution in Mg-7Gd-3Y-1Nd-1Zn-0.5Zr alloy during isothermal ageing at 240 °C. *Trans Nonferrous Met Soc China*. 2019;29(10):2047-2055.
47. Liu Y, Shao S, Xu CS, Zeng XS, Yang XJ. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of Mg-1.5Zn-0.15Gd magnesium alloy. *Mater Sci Eng A*. 2013;588:76-81. doi:10.1016/j.msea.2013.09.018

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

Poza działalnością badawczą skoncentrowaną na poprawie trwałości eksploatacyjnej stopów magnezu z metalami ziem rzadkich wykazaną jako główne osiągnięcie naukowe podjąłem współpracę z wieloma grupami badawczymi z zagranicznych i krajowych ośrodków naukowych zarówno o charakterze naukowym jak i dydaktycznym. Nawiązałem współpracę z szwajcarskim Institute of Primary Care, University of Zurich, z Uniwersytetem Hradec Kralove w Czechach oraz z Ivan Franko National University of Lviv, Ukraina. Efektem współpracy były wspólne publikacje naukowe. Współpraca z uczelnią szwajcarską skupiła się na analizie właściwości termicznych, mechanicznych i tribologicznych napromieniowanego

elektronami PTFE z dodatkiem grafitu. Odkryto, że taka modyfikacja może zwiększyć trwałość materiału, np. w elementach ślizgowych pod dużym obciążeniem, wyniki opisano w czasopiśmie *Polymers*: **A. Barylski**, A. Swinarew, K. Aniołek, S. Kaptacz, J. Gabor, A. Stanula, Z. Waśkiewicz, B. Knechtle. *Tribological and Mechanical Behavior of Graphite Composites of Polytetrafluoroethylene (PTFE) Irradiated by the Electron Beam*, *Polymers* 12(8) (2020) 1676. <https://doi.org/10.3390/polym12081676>; **MNiSW: 100; IF₂₀₂₀: 4,329; 5-letni IF₂₀₂₀: 4,493**

Współpraca z Uniwersytetem w Hradec Kralove koncentrowała się na badaniu wpływu prędkości drukowania na mikrostrukturę, morfologię i właściwości mechaniczne produktów z filamentu PETG, używając technologii FFF. Stwierdzono, że wyższe prędkości drukowania przyczyniają się do tworzenia defektów morfologicznych, co zaowocowało publikacją w czasopiśmie *Polymer Testing* (IF₂₀₂₂=5,1): J. Loskot, D. Jezbera, R. Loskot, D. Busovsky, **A. Barylski**, K. Glowka, P. Duda, K. Aniołek, K. Voglova, M. Zubko. *Influence of print speed on the microstructure, morphology, and mechanical properties of 3D-printed PETG products*, *Polymer Testing* 123 (2023) 108055. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2023.108055>; **MNiSW: 100; IF₂₀₂₂: 5,1; 5-letni IF₂₀₂₂: 4,6**

Współpraca z Ivan Franko National University of Lviv dotyczyła badań amorficznego stopu metalu $Al_{87}(Ni,Fe)_8(REM)_5$ w wyniku krótkotrwałego wyżarzania. Stwierdzono, że po wygrzewaniu w stabilnej temperaturze dochodzi do wzrostu nanokryształów i powstaje struktura amorficzna z ułamkiem objętościowym nieuporządkowanych faz nanokrystalicznych. Zbadano także wpływ wyżarzania na właściwości mechaniczne amorficznych stopów na bazie aluminium przy użyciu metody Olivera-Pharr'a i stwierdzono, że modyfikacja termiczna w wyniku obróbki cieplnej w czasie od 5 do 15 min powoduje wzrost mikrotwardości, a po wydłużeniu obróbki cieplnej do 60 min w temperaturach $T_3 = 645 \pm 5$ K, 647 ± 5 K maleje. Badania opublikowano w czasopiśmie: K. Khrushchyyk, **A. Barylski**, K. Aniołek, M. Karolus, L. Boichyshyn: *Mechanical properties of amorphous metal alloy $Al_{87}(Ni,Fe)_8(REM)_5$ system as a result of short-term annealing*, *Physics and Chemistry of Solid State* 25(1) (2024) 178-184. <https://doi.org/10.15330/pcss.25.1.178-184>; **MNiSW: 20; IF₂₀₂₂: 0,7; 5-letni IF₂₀₂₂: 0,5**



Odbyłem również wizytę studyjną na kampusie Politechniki w Ostrawie (Czechy), a w ramach międzynarodowego projektu dydaktycznego Materials Science Ma(s)ters, nawiązałem współpracę z Afyon Kocatepe University, Afyonkarahisar z Turcji w jej ramach opracowałem moduł e-learningowy Experimental Methods in Tribology i zaprezentowałem go podczas wizyty partnerów zagranicznych: 19-20 luty 2024.

Staż naukowy [Zał. 7.1] zrealizowałem w laboratorium firmy Technolutions z Łowicza w roku 2015 (miesięczny) i w 2020 (dwutygodniowy), a efektem współpracy było zapoznanie się pod nadzorem wykwalifikowanej kadry laboratorium z metodyką badawczą oraz możliwościami pomiarowymi takich urządzeń jak tribometry, nano i mikrotwardościomierze, testery zarysowania powierzchni. Dodatkowo podczas stażu naukowego przeprowadziłem część badań stopu magnezu WE54 do publikacji wymienionych w głównym osiągnięciu badawczym [C1-C3], w których wykorzystano sprzęt laboratoryjny firmy Technolutions (nanohardness tester, NHT²). Rezultatem odbytego stażu było również zaplanowanie, organizacja oraz zbudowanie i wyposażenie kierowanego przeze mnie laboratorium Badań Warstwy Wierzchniej (obecnie laboratorium badań mikromechanicznych, odporności na zarysowanie i zużycie), poprzez zakup w 2015 roku testerów tribologicznych i w 2020 roku zakup mikro-kombi-testera – MCT³ (środki pozyskano z funduszu IBDA - infrastruktura badawczo-dydaktyczo-artystyczna). Pracownia wyposażona jest ponadto w profilografometr Mitutoyo SurfTest SJ-500, mikroskop Olympus GX-51 z kamerą SC30, mikrotwardościomierz Vickersa Wolpert Wilson Instruments model 401MVD, wagę laboratoryjną Radwag AS 310, myjkę ultradźwiękową i dodatkowy sprzęt niezbędny do prowadzenia kompleksowych badań i pomiarów oraz zapewnienia odpowiednich warunków środowiskowych (temperatura, wilgotność powietrza). Zbudowane przeze mnie laboratorium znacznie rozszerzyło możliwości badawcze Instytutu Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego m.in. o badania tribologiczne, mikromechaniczne oraz odporności warstw na zarysowanie, a także przyczyniło się do znacznego wzrostu jakości i ilości publikacji - również tych najwyższej punktowanych - 200 pkt MNiSW.



Prowadzę również współpracę naukową z wieloma krajowymi ośrodkami badawczymi, m in.: Uniwersytet Śląski (Instytut Fizyki, Instytut Chemii, Instytut Inżynierii Biomedycznej, Instytut Biologii, Biotechnologii i Ochrony Środowiska); Politechnika Śląska (Katedra Fizykochemii i Technologii Polimerów); Instytut Chemii i Techniki Jądrowej w Warszawie; Akademia Wychowania Fizycznego w Katowicach (Instytut Nauk o Sporcie); Uniwersytet im. Jana Długosza w Częstochowie (Wydział Matematyki i Nauk Przyrodniczych, Instytut Historii); Narodowe Centrum Badań Jądrowych w Świerku; Politechnika Poznańska (Instytut Technologii Mechanicznej); Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania w Krakowie; Politechnika Wrocławska.

Efektom podjętej współpracy było również współuczestnictwo w projektach naukowych takich jak: Preludium-12 [Załącznik 7.2], Opus-18 [Załącznik 7.3], Sonata-Bis [Załącznik 7.4], oraz z firmą Cardio-Care [Załącznik 7.5] w ramach projektu RPMP.01.02.01-12-0059/10-00, współfinansowanym ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w ramach Regionalnego Programu Operacyjnego Województwa Małopolskiego. Z tego zakresu powstało wiele prac naukowych w renomowanych czasopismach (m.in. Bioelectrochemistry, Electrochemistry Communications, Materials). Jako współautor otrzymałem również w 2022 złoty medal oraz tytuł Best International INEX award, na targach INEX - India International Innovation and Invention EXPO 2022 za innowację *Functional Grade Material based on titanium and titanium-based alloys produced for potential individual implants*, Goa, Indie [Załącznik 7.6]. W 2023 roku – nagrodę IEI 2023 Best Young Polish Innovator - Stowarzyszenie Promocji Polskiej Nauki, Techniki i Innowacji, jako współautor pracy: *„Functional Grade Material based on titanium and titanium-based alloys produced for potential individual implants”* Częstochowa, Polska [Załącznik 7.7].

Poza badaniami prowadzonymi w ramach projektów uczestniczyłem również w zleceniach komercyjnych: W latach 2021-2023 z firmą Medintech sp. z o.o. *„Usługa opracowania materiału elastomerowego przeznaczonego do wytwarzania materiałów barierowych wykorzystywanych w sektorze medycznym”* jako wykonawca badań mechanicznych oraz w roku 2023 jako współwykonawca ekspertyzy: *„Dobór stali austenitycznych do instalacji dostarczającej wodór”* z firmą 3MKR sp. z o.o.



Dotychczasowe działania naukowe wykonywane w Instytucie Inżynierii Materiałowej (2013 – nadal) oraz w Katedrze Materiałoznawstwa Uniwersytetu Śląskiego (2008 - 2013) obejmowały szerokie spektrum materiałów oraz zastosowanych metod badawczych. Na uwagę zasługują badania nakierowane na opracowanie metody oraz procedury analizy efektywności podwyższenia odporności na zużycie polimerów dla endoprotezoplastyki wykonywane w ramach doktoratu. Opracowana innowacyjna metoda przyniosła znaczące rezultaty w postaci wielokrotnego wzrostu odporności na zużycie masowe i liniowe, co zostało docenione nagrodami naukowymi – w 2014 roku praca zdobyła I nagrodę za najlepszą pracę doktorską obronioną w 2013 roku w międzynarodowym konsorcjum Progres 3 zrzeszającym 14 uczelni wyższych z Polski, Czech i Słowacji [Zał. 7.8]. W 2015 roku została doceniona przez JM Rektora Uniwersytetu Śląskiego [Zał. 7.9]. Z tego zakresu opublikowałem jako autor i współautor 21 publikacji naukowych oraz uczestniczyłem w 11 konferencjach międzynarodowych i krajowych. Doktorat ten był również podstawą do uzyskania przeze mnie stypendium doktoranckiego JM Rektora UŚ w latach 2008-2013; stypendium w ramach projektu UPGOW zad. nr 55, podzadanie 481 w latach 2009-2012 [Zał. 7.10] i stypendium w ramach projektu „DoktoRIS – program stypendialny na rzecz innowacyjnego śląska” – 200183/6/2013 – w latach 2012-13 [Zał. 7.11].

Inny kierunek badań prowadzonych przeze mnie badań dotyczył wpływu napromieniowania strumieniem elektronów na politetrafluoroetylen (PTFE) i jego kompozyty. Badania wykazały, że napromieniowanie prowadzi do znaczącej poprawy ich właściwości termicznych, mechanicznych i tribologicznych. Określona została również graniczna dawka promieniowania, powyżej której materiał PTFE ulegał degradacji. Z tego zakresu powstało 7 artykułów [Zał. 4 pkt II.4 poz. 26, 34, 39, 46, 48, 50, 56] i 3 wystąpienia konferencyjne [Zał. 4. pkt. II.7 poz. 14, 17, 22].

Aktywnie uczestniczę również w badaniach prowadzonych w ramach projektu grupy badawczej. Prace w tym projekcie koncentrują się na ulepszaniu właściwości stopów tytanu poprzez procesy utleniania izotermicznego i cyklicznego, które prowadzą do powstawania warstw powierzchniowych poprawiających takie parametry jak odporność na korozję, biogodność, aktywność biologiczną, topografię



powierzchni oraz właściwości mechaniczne i tribologiczne. Jestem z tego zakresu współautorem 17 publikacji naukowych w tym m.in. za 200 pkt MNiSW [Załącznik 4 pkt II.4 poz. 25, 27-28, 30, 32, 37, 41, 43-45, 47, 49, 51, 54-55, 62, 69] i 7 wystąpień konferencyjnych [Załącznik 4. pkt. II.7 poz. 12, 15, 18, 21, 23, 29, 33].

W ramach prac w Instytucie Inżynierii Materiałowej realizuję również własną ścieżkę badawczą nakierowaną na poprawę właściwości mechanicznych i tribologicznych oraz zwiększenie trwałości eksploatacyjnej węzłów tarcia stopów magnezu z metalami ziem rzadkich. W ramach tych badań opracowałem autorską metodę głębokiej obróbki kriogenicznej i utwardzania wydzieleniowego opisaną w publikacjach cyklu [C1-C9]. Na realizację tych badań pozyskałem finansowanie z funduszu NCN w ramach projektu MINIATURA-4: „Kształtowanie struktury i właściwości stopu magnezu WE43 z metalami ziem rzadkich w procesie głębokiej obróbki kriogenicznej w połączeniu z obróbką cieplną” [Załącznik 4. pkt. II.9 poz. 1]. Rezultaty badań były podstawą dziewięciu wysoko punktowanych publikacji, w tym w czasopiśmie *Wear* za 200 pkt MNiSW [C4].

Na wyżej wymienione badania otrzymywałem dotacje dla Młodych Naukowców na finansowanie badań naukowych i prac rozwojowych w latach 2011-2017. W 2021 roku otrzymałem dotację z programu Inicjatywa Badawcza – otwarty dostęp na publikację wyników badań [Załącznik 4. pkt. V.1].

Współpracowałem również w zakresie badań mikromechanicznych i testów zarysowania powłok ceramicznych w ramach dwóch przewodów doktorskich: dr inż. Izabeli Matuły – „*Porowate materiały na bazie tytanu do potencjalnego zastosowania w medycynie*” obrona 22.06.2023 oraz dr inż. Jagody Barczyk – „*Multifunkcjonalne powłoki ceramiczne wytworzone na β -stopie tytanu do zastosowań medycznych otrzymywane metodą PS-PVD*” – obrona 29.11.2023. Obie wyróżnione prace wykonywane były pod promotorstwem dr hab. Grzegorza Dercza, Prof. UŚ.

Moje doświadczenie w prowadzeniu badań własnych oraz opracowaniu publikacji naukowych uzyskało uznanie gremium międzynarodowego, które w latach 2020-2024 powierzyło mi recenzowanie publikacji naukowych w czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym i krajowym. Wykonałem łącznie 23 recenzje publikacji [Załącznik 4 pkt. II.13], min.: *Wear, Journal of Alloys and Compounds, Metals, ChemistrySelect,*



Journal of Zhejiang University-SCIENCE A, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part J Journal of Engineering Tribology, Materials, Coatings, Lubricants, Tribologia. Od 2020 roku jestem członkiem redakcji czasopisma „Materials” jako redaktor tematyczny oraz członkiem rady recenzentów czasopisma „Metals”. Aktywnie działam również w portalach społecznościowych i naukowych takich, jak orcid.org, researchgate.net, webofscience.com, scopus.com.

Opisane działania badawcze pokazują jak istotne jest łączenie wiedzy teoretycznej z praktycznymi aplikacjami inżynierskimi. Warto podkreślić, że realizowane przeze mnie projekty oraz badania naukowe, nie tylko odpowiadają na aktualne potrzeby przemysłu i medycyny, ale także przyczyniają się do rozwoju nauki o materiałach i inżynierii materiałowej. Udział w międzynarodowym środowisku naukowym, potwierdzony zarówno licznymi publikacjami, recenzjami w międzynarodowych czasopismach jak i współpracą projektową oraz komercyjną, dodatkowo podkreślają znaczenie prowadzonych przeze mnie badań. W kontekście powyższego, zarówno liczba publikacji, cytowań, jak i indeks Hirscha, świadczą o uznaniu w międzynarodowej społeczności naukowej oraz o wpływie prowadzonych badań na rozwój dyscypliny. Byłem również autorem i współautorem 40 wystąpień konferencyjnych [Zał. 4 pkt. II.7 poz. 1-40] o zasięgu międzynarodowym oraz krajowym. Moja działalność naukowa została również doceniona poprzez wiele nagród, wyróżnień i dodatków projakościowych [Zał. 7.6-7.9, Zał. 7.12-7.15].

Dane bibliograficzne wszystkich publikacji naukowych autora:

Całkowita liczba publikacji (liczba rozdz. monografii):	80 (4)
Suma punktów MNiSW (zgodnie z r. publ.):	4209
Sumaryczny IF wg listy JCR (zgodnie z r. publ.):	123,086
Sumaryczny 5-letni IF wg listy JCR (zgodnie z r. publ.):	125,729
Liczba cytowań wg Web of Science*:	350 (305); h=10
Liczba cytowań wg Scopus*:	408 (354); h=11 (10)
Liczba cytowań wg Google Scholar*:	616 (466); h=12 (11)

*wartości w nawiasach przedstawiają cytowania z wyłączeniem autocytowań (dane na dzień 25.05.2024 r.)



Dane bibliograficzne cyklu publikacji [C1-C9] stanowiących główne osiągnięcie naukowe:

Całkowita liczba publikacji:	9
Suma punktów MNiSW (zgodnie z r. publ.):	885
Sumaryczny IF wg listy JCR (zgodnie z r. publ.):	21,058
Sumaryczny 5-letni IF wg listy JCR (zgodnie z r. publ.):	22,407
Liczba cytowań wg Web of Science*:	56 (43)
Liczba cytowań wg Scopus*:	59 (46)
Liczba cytowań wg Google Scholar*:	88

*wartości w nawiasach przedstawiają cytowania z wyłączeniem autocytowań (dane na dzień 25.05.2024 r.)

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

Działalność dydaktyczna

Pracę dydaktyczną na Uniwersytecie Śląskim w Katowicach rozpocząłem w 2009 roku, początkowo jako doktorant później jako pracownik naukowo-dydaktyczny. Prowadziłem zajęcia dla studentów I i II stopnia studiów stacjonarnych na kierunkach edukacja techniczno-informatyczna, inżynieria materiałowa (w języku polskim i angielskim), inżynieria biomedyczna, mechatronika oraz zajęcia w języku angielskim dla studentów uczestniczących w programie Erasmus+. Opracowałem i prowadziłem 9 autorskich wykładów [Zał. 4 pkt. V.4]: *Wytrzymałość materiałów I, Wytrzymałość materiałów II, Metody tribologiczne w analizie warstwy wierzchniej materiałów, Metody badań biomateriałów i tkanek, Modelowanie i symulacja systemów mechatronicznych, Sterowniki programowalne, Materials Manufacturing Technologies, Materials Testing Methods II, Mechanics and strength of materials*. Prowadziłem także zajęcia laboratoryjne i ćwiczenia w ramach 24 modułów: *Podstawy konstrukcji i eksploatacji maszyn, Mechanika techniczna, Termodynamika techniczna, Technologie wytwarzania materiałów, Mechanika z elementami biomechaniki, Kształtowanie struktury i własności materiałów inżynierskich, Technologie i przetwórstwo materiałów, Wytrzymałość materiałów I, Wytrzymałość materiałów II, Metody tribologiczne w analizie warstwy wierzchniej materiałów, Metody badań*



biomateriałów i tkanek, Materiały inżynierskie, Zasady projektowania i doboru materiałów, Technologie informacyjne, Modelowanie i symulacja systemów mechatronicznych, Rysunek inżynierski, Implanty i sztuczne narządy, Sterowniki programowalne, Oprogramowanie użytkowe, *Mechanics and strength of materials*, *Materials Technologies and Processing*, *Engineering designing and graphics*, *Materials Manufacturing Technologies*, *Pracownia inżynierska* dla których opracowałem treści dydaktyczne, instrukcje ćwiczeń i zorganizowałem część stanowisk laboratoryjnych. W przypadku 8 przedmiotów byłem koordynatorem modułu. Zajęcia dydaktyczne, które prowadziłem na Wydziale są bardzo dobrze oceniane przez studentów, co jest potwierdzone corocznie wysoką oceną w procesie ankietyzacji przeprowadzanej przez Uniwersytet Śląski. Średnia wyników z ankiet od studentów za lata 2015-2024 wynosiła 4,91/5,00.

W latach 2015-2024 byłem promotorem sześciu prac (inżynierskich i magisterskich), opiekunem dwóch prac i recenzentem trzech prac.

Oprócz działalności dydaktycznej w macierzystej jednostce w latach 2016-2018 współpracowałem z Akademią WSB w Dąbrowie Górniczej. Prowadziłem autorskie wykłady i ćwiczenia z przedmiotów: *Mechanika stosowana i podstawy tribologii* oraz *Mechanika* na Wydziale Nauk Stosowanych w Dąbrowie Górniczej oraz Wydziale Zamiejscowym w Krakowie. W latach 2010-2014 pracowałem także na stanowisku nauczyciela przedmiotów zawodowych w Zespole Szkół Ponadgimnazjalnych Nr 1 im. gen. Jerzego Ziętka w Mysłowicach.

Poza prowadzeniem zajęć uczestniczyłem w 2015 roku w zespole ds. opracowania nowej specjalizacji Recykling – opracowałem nowy przedmiot – *Recykling metali i stopów*. W 2015 roku w zespole ds. opracowania nowej specjalizacji - obrazowanie i modelowanie materiałów do zastosowań biomedycznych – opracowałem przedmiot - *Metody tribologiczne w analizie warstwy wierzchniej biomateriałów*. W 2021 roku w ramach w ramach Wydziałowego Projektu do wniosku Społeczna Odpowiedzialność Nauki przygotowałem wykład - *Metody badań tribologicznych i mikromechanicznych w badaniu biomateriałów*. W latach 2022-2023 uczestniczyłem również w zespole ds. modyfikacji programu nauczania w ramach Nowej Koncepcji Studiów wprowadzonej na Uniwersytecie Śląskim dla kierunku Inżynieria Materiałowa, współtworzyłem moduły "*Podstawy konstrukcji maszyn*" i "*Innowacyjne materiały inżynierskie*".



W latach 2022-2024 byłem jednym z członków realizujących międzynarodowy projekt dydaktyczny - *Materials Science Ma(s)ters – developing a new master’s degree*. W ramach tej współpracy: Przygotowałem propozycję wykładu oraz ćwiczeń laboratoryjnych dla nowego przedmiotu *Green Tribology* oraz stworzyłem sylabus i przewodnik; przygotowałem ćwiczenia w formie e-learningu - *Experimental Methods in Tribology – ball-on-disk test* oraz *Advanced Mechanical Surface Testing Instrumented Indentation Tests and Scratch Tests* dla przedmiotu *Material Testing and Characterization*; opracowałem i stworzyłem przewodnik metodyczny oraz sylabus do lekcji blended learning: *Experimental Methods in Tribology* oraz *Advanced Mechanical Surface Testing Instrumented Indentation Tests and Scratch Tests*, nawiązałem także współpracę międzynarodową z *Afyon Kocatepe University, Afyonkarahisar, Turcja* [Załącznik 7.16].

Współpracowałem również w latach 2013-2023 w projektach krajowych takich jak: *Inżynier materiałów – materiał na inżyniera*, „*Spółeczna Odpowiedzialność Nauki*” Ministra Edukacji i Nauki, *Popularyzacja i Nauka: PIN UŚ - Kod do przyszłości* [Załącznik 4 pkt. II.14 poz. 2-4]. Uczestniczyłem również w 15 różnych kursach, szkoleniach i seminariach podnoszących moje kwalifikacje w zakresie dydaktyki m.in.: *Autodesk Inventor Professional poziom I i II*, *Autodesk Autocad poziom I*, *Autodesk Fusion 360 – poziom I*, *ZwCAD - certyfikat*, *Egzamin IC3*, *Szkolenie Esprit Cam*, *Szkolenie z modelowania 3D w środowisku CAD (Solid Works 2020) i umiejętności czytania dokumentacji technicznej maszynowej*, *Certyfikat Solid Works CSWA – Mechanical Design – associate*, *Seminarium „Needs and barriers in didactics of Materials Science and Engineering Seminar”*, *Planowanie dydaktyki akademickiej: opis modułu a jego indywidualna aktualizacja w postaci sylabusu – Szkolenie online w ramach Międzynarodowego Kongresu Jakości Kształcenia (ICEQ.pl)*, *Sztuczna inteligencja (AI) w działalności badacza - Szkolenie online organizowane przez SpinUŚ*, *Międzynarodowa Konferencja Dydaktyczna – Good Practises in Materials Engineering Didactics*, *Sztuczna Inteligencja jako partner w edukacji akademickiej: możliwości i wyzwania - Szkolenie online organizowane przez Centrum e-Learningu i Innowacyjnej Dydaktyki AGH*, *Międzynarodowa Konferencja Dydaktyczna – Materials Science Ma(s)ters* [Załącznik 7.17].

Od 2012 roku jestem członkiem Polskiego Towarzystwa Tribologicznego [Załącznik 7.18].



Działalność organizacyjna i popularyzatorska

Od 2015 roku pełnię funkcję kierownika Laboratorium Badań Warstwy Wierzchniej (obecnie Laboratorium badań mikromechanicznych, odporności na zarysowanie i zużycie) w Instytucie Inżynierii Materiałowej, które zbudowałem od podstaw. Laboratorium zostało dzięki moim działaniom wyposażone w najnowocześniejszy sprzęt do badań tribologicznych, mikromechanicznych i zarysowania powierzchni materiałów inżynierskich m.in. z środków IBDA (infrastruktura badawczo-dydaktyczno-artystyczna) - kwota pozyskanego dofinansowania - 580 tyś zł.

Od 2023 roku jestem członkiem Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej. Byłem m.in. członkiem Wydziałowej Komisji Wyborczej 2014-2015, w latach 2015-2018 byłem członkiem Uniwersyteckiej Komisji ds. Studentów Niepełnosprawnych i Wydziałowym Koordynatorem ds. Studentów Niepełnosprawnych, w latach 2017-2019 pełniłem funkcję wydziałowego koordynatora programu Erasmus+ dla ówczesnych Instytutów Nauki o Materiałach i Technologii i Mechatroniki. W 2023 roku uczestniczyłem w zespole ds. modyfikacji programu nauczania w ramach Nowej Koncepcji Studiów na kierunku Inżynieria Materiałowa i wcześniej wielu innych zespołów opracowujących programy nowych kierunków czy specjalizacji.

W ramach działalności popularyzatorskiej prowadziłem szereg warsztatów naukowych, wykładów oraz prezentacji mających na celu popularyzację inżynierii materiałowej oraz promocję Instytutu Inżynierii Materiałowej dla studentów i uczniów. Działalność w powyższym zakresie była realizowana między innymi podczas: Śląskiego Festiwalu Nauki, Chorzowskiego Festiwalu Naukowego, Święta Liczby Pi, Dnia Inżynierii Materiałowej, Dni otwartych Instytutu Inżynierii Materiałowej, Szkole Letniej, Tygodniu Nowych Technologii Europejskiego Miasta Nauki.

Staram się, aby moja działalność naukowa oraz organizacyjna znacząco przyczynia się do rozpoznawalności Instytutu Inżynierii Materiałowej w sferze naukowej jak i w otoczeniu społeczno-gospodarczym.



Z poważaniem:

Adrian Barylski

.....
(podpis wnioskodawcy)