

Uniwersytet Śląski
Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych

dr inż. Krzysztof Aniolek

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.	3
4. Omówienie osiągnięć, o których mowa w art. 219 ust. 1 pkt. 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2021 r. poz. 478 z późn. zm.).....	4
4.1. Wykaz publikacji będących podstawą osiągnięcia naukowego	4
4.2. Omówienie celu naukowego i osiągniętych wyników	10
4.2.1. Wprowadzenie	10
4.2.2. Omówienie najważniejszych wyników badań	13
4.2.3. Podsumowanie	33
5. Informacja o wykazywaniu się istotną aktywnością naukową albo artystyczną realizowaną w więcej niż jednej uczelni, instytucji naukowej lub instytucji kultury, w szczególności zagranicznej.....	35
6. Informacja o osiągnięciach dydaktycznych, organizacyjnych oraz popularyzujących naukę lub sztukę.....	44
7. Inne informacje dotyczące kariery zawodowej	47

1. Imię i nazwisko

Krzysztof Aniołek

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

- 2009 Doktor nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa
Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katowice
Tytuł pracy doktorskiej: *Wpływ morfologii perlitu w stali na odporność na zużycie ściernie kształowników klockowych stosowanych w rozjazdach kolejowych*
Promotor: dr hab. inż. Jerzy Herian, prof. PŚ
Recenzent: prof. dr hab. inż. Jerzy Okrajni
Recenzent: dr hab. inż. Zbigniew Stradomski, prof. PCz
Data uzyskania stopnia doktora: 17.11.2009
- 2003 Magister inżynier w zakresie inżynierii materiałowej, specjalność: inżynieria powierzchni
Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katowice
Temat pracy dyplomowej magisterskiej: *Technologia wytwarzania powłok zanurzeniowych w kąpielach 55% Al-Zn*
Promotor: dr inż. Jacek Mendala
Data uzyskania tytułu magistra inżyniera: 22.12.2003

3. Informacja o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych lub artystycznych

- 2010–obecnie Uniwersytet Śląski
Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych
Instytut Inżynierii Materiałowej
Stanowisko: adiunkt
- 2016–obecnie Akademia WSB
Wydział Nauk Stosowanych
Stanowisko: wykładowca (umowa cywilnoprawna)
- 2005–2009 Politechnika Śląska
Wydział Transportu
Katedra Transportu Szynowego
Stanowisko: doktorant

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

Osiągnięciem naukowym, uzyskanym po otrzymaniu stopnia doktora, stanowiącym znaczny wkład w rozwój dyscypliny naukowej inżynieria materiałowa, jest jednotematyczny cykl publikacji zatytułowany:

„Modyfikacja powierzchni tytanu Grade 2 oraz stopów Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI w procesach utleniania izotermicznego i cyklicznego”

Cykl ten tworzy 11 oryginalnych publikacji naukowych (w tym jedna monoautorska).

4.1. Wykaz publikacji będących podstawą osiągnięcia naukowego

(* autorstwo korespondencyjne dr inż. K. Aniołek)

A1. K. Aniołek*,

The influence of thermal oxidation parameters on the growth of oxide layers on titanium,

Vacuum 144 (2017) 94–100.

<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.07.023>

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

Publikacja monoautorska

Ustalono wpływ parametrów temperaturowo-czasowych na proces wzrostu, grubość, właściwości mechaniczne oraz chropowatość warstw tlenkowych otrzymanych na tytanie Grade 2. Stwierdzono, że twardość warstw tlenkowych rosła wraz ze wzrostem temperatury i wydłużeniem czasu utleniania, natomiast malała wraz z oddalaniem się od powierzchni. Wykazano, że podwyższona twardość poniżej wytworzonych zgorzelin związana była z obecnością tzw. dyfuzyjnej strefy przejściowej. Ponadto stwierdzono, że wzrost temperatury utleniania był czynnikiem intensywnie zwiększającym chropowatość powierzchni.

Byłem pomysłodawcą koncepcji badań. Wykonałem obserwacje na mikroskopie świetlnym oraz badania kinetyki utleniania. Określiłem grubość warstw tlenkowych. Uczestniczyłem w badaniach XRD. Wykonałem pomiary nanotwardości oraz chropowatości powierzchni. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji.

A2. **K. Aniołek***, M. Kupka, A. Barylski, G. Dercz,

Mechanical and tribological properties of oxide layers obtained on titanium in the thermal oxidation process,

Applied Surface Science 357 (2015) 1419–1426.

<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.09.245>

MNiSW: 35; IF₂₀₁₅: 3,150; 5-letni IF₂₀₁₅: 2,982

Opisano kinetykę utleniania tytanu Grade 2 w zakresie temperatury 600-800°C. Wyznaczono wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p oraz energii aktywacji. Określono różnice morfologiczne pomiędzy wytworzonymi warstwami tlenkowymi. Na podstawie wyników analizy rentgenowskiej wykazano, że dominującym tlenkiem w utworzonych warstwach powierzchniowych był TiO_2 (rutyl). Stwierdzono, że obecność warstw tlenkowych na powierzchni tytanu w sposób znaczący poprawiła odporność na zużycie ściernie.

Byłem pomysłodawcą badań oraz autorem ich planu. Dobrałem parametry procesu oraz wykonałem badania kinetyki utleniania metodą grawimetryczną. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych oraz rentgenowskich. Wykonałem pomiary twardości oraz badania tribologiczne. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Swoją udział procentowy szacuję na 70%.

A3. **K. Aniołek***, A. Barylski, M. Kupka,

Modelling the structure and mechanical properties of oxide layers obtained on biomedical Ti-6Al-7Nb alloy in the thermal oxidation process,

Vacuum 154 (2018) 309–314.

<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.05.028>

MNiSW: 25; IF₂₀₁₈: 2,515; 5-letni IF₂₀₁₈: 2,053

Kształtowano strukturę i właściwości warstw tlenkowych otrzymanych na stopie Ti-6Al-7Nb. Dobrano optymalne warunki utleniania. Wykazano, że proces utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-7Nb przebiegał zgodnie z parabolicznym prawem utleniania. Stwierdzono, że istotniejszy wpływ na intensywność tworzenia się warstw tlenkowych miała temperatura. Wykazano, że wzrostowi temperatury utleniania stopu Ti-6Al-7Nb towarzyszyło stopniowe obniżanie parametrów wytrzymałościowych i plastycznych.

Byłem pomysłodawcą badań eksperymentalnych. Wykonałem badania kinetyki utleniania. Uczestniczyłem w badaniach na skaningowym mikroskopie elektronowym. Określiłem grubość warstw tlenkowych. Wykonałem badania właściwości mechanicznych (nanotwardość, statyczna próba rozciągania). Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem

uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój wkład w powstanie tej publikacji wynosi 75%.

A4. **K. Aniołek***, M. Kupka,

Mechanical, tribological and adhesive properties of oxide layers obtained on the surface of the Ti-6Al-7Nb alloy in the thermal oxidation process,

Wear 432–433 (2019) 202929.

<https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.202929>

MNiSW: 200; IF₂₀₁₉: 4,108; 5-letni IF₂₀₁₉: 4,169

Wyznaczono charakterystyki mechaniczne, tribologiczne i adhezyjne warstw tlenkowych otrzymanych na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb do zastosowań medycznych. W badaniach wykazano związek pomiędzy parametrami temperaturowo-czasowymi procesu utleniania, przyczepnością warstw tlenkowych, a odpornością na zużycie ściernie. Stwierdzono, że największą odpornością na zużycie ściernie charakteryzowała się warstwa tlenkowa o najlepszej przyczepności, którą uzyskano po utlenianiu w temperaturze 700°C. Wykazano, że obecność warstw tlenkowych na badanym stopie miała również korzystny wpływ na ograniczenie do 86% zużycia kulek ZrO₂, stanowiących przeciwpróbkę w testach tribologicznych.

Byłem pomysłodawcą badań. Wykonałem pomiary twardości oraz testy tribologiczne. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych, adhezyjnych, rentgenowskich oraz struktury geometrycznej powierzchni. Wykonałem zdjęcia powierzchni rys po teście zarysowania na mikroskopie świetlnym. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój wkład w powstanie tej publikacji szacuję na 85%.

A5. **K. Aniołek***, A. Barylski, M. Kupka, J. Tylka,

The influence of thermal oxidation parameters on structural, friction, and wear characteristics of oxide layers produced on the surface of Ti-6Al-7Nb alloy,

Journal of Tribology 141 (2019) 031605-1-031605-9.

<https://doi.org/10.1115/1.4042001>

MNiSW: 100; IF₂₀₁₉: 1,829; 5-letni IF₂₀₁₉: 1,887

W pracy kształtowano charakterystyki tribologiczne warstw tlenkowych otrzymanych na biomedycznym stopie Ti-6Al-7Nb. Wykazano, że proces utleniania izotermicznego umożliwił zmniejszenie zużycia liniowego i objętościowego stopu Ti-6Al-7Nb (nawet o 83%). Obecność

zgorzeliny tlenkowej na powierzchni badanego stopu miała również korzystny wpływ na redukcję zużycia kulek Al_2O_3 (do 90%).

Opracowałem koncepcję badań. Uczestniczyłem w obserwacjach mikroskopowych. Wykonałem pomiary twardości oraz określiłem grubość warstw tlenkowych. Przeprowadziłem badania tribologiczne. Uczestniczyłem w badaniach struktury geometrycznej powierzchni śladów zużycia. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Swoją udział procentowy szacuję na 70%.

A6. **K. Aniołek***, M. Kupka,

Surface characterization of thermally oxidized Ti–6Al–7Nb alloy,
Materials Chemistry and Physics 171 (2016) 374–378.

<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.01.031>

MNiSW: 30; IF₂₀₁₆: 2,084; 5-letni IF₂₀₁₆: 2,283

Przedstawiono analizę strukturalną, mechaniczną i adhezyjną warstw tlenkowych otrzymanych na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb w procesie utleniania izotermicznego. W badaniach wykonanych techniką nanoindentacji wykazano, że wytworzone warstwy tlenkowe cechowały się ponad dwukrotnie większą twardością oraz wyższym modulem sprężystości w porównaniu do stopu Ti-6Al-7Nb w stanie wyjściowym. Po utlenianiu izotermicznym stwierdzono ponadto zmniejszenie wartości stosunku E_r/H .

Opracowałem koncepcję badań. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych, adhezyjnych, rentgenowskich oraz nanoindentacji. Wykonałem zdjęcia mikroskopowe powierzchni rys po testach adhezyjnych. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Swoją udział procentowy szacuję na 90%.

A7. **K. Aniołek***, A. Barylski, P. Kowalewski, S. Kaptacz,

Investigation of dry sliding friction, wear and mechanical behavior of the Ti–6Al–7Nb alloy after thermal oxidation,
Materials 15 (2022) 3168.

<https://doi.org/10.3390/ma15093168>

MEiN: 140; IF₂₀₂₂: 3,4; 5-letni IF₂₀₂₂: 3,8

Określono charakterystyki mikromechaniczne i tribologiczne stopu Ti-6Al-7Nb dla szerokiego zakresu parametrów temperaturowo-czasowych procesu utleniania izotermicznego. W badaniach wykazano dodatnią korelację pomiędzy twardością, modulem sprężystości a temperaturą utleniania. Stwierdzono niewielką tendencję do spadku twardości wraz

z rosnącymi cyklami obciążenia. Wykazano, że proces utleniania izotermicznego pozwala w szerokim zakresie regulować charakterystyki tarciovo-zużyciowe stopu Ti-6Al-7Nb w różnych skojarzeniach ciernych (Al_2O_3 , ZrO_2 , stal 100Cr6).

Byłem pomysłodawcą badań oraz autorem ich planu. Wykonałem badania mikromechaniczne i tribologiczne. Uczestniczyłem w badaniach struktury geometrycznej powierzchni śladów zużycia. Wyznaczyłem wskaźnik zużycia po testach tribologicznych. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój udział procentowy w pracy szacuję na 70%.

A8. **K. Aniołek***, B. Łosiewicz, J. Kubisztal, P. Osak, A. Stróż, A. Barylski, S. Kaptacz,
Mechanical properties, corrosion resistance and bioactivity of oxide layers formed by isothermal oxidation of Ti-6Al-7Nb alloy,
Coatings 11 (2021) 505.

<https://doi.org/10.3390/coatings11050505>

MEiN: 100; IF₂₀₂₁= 3,236; 5-letni IF₂₀₂₁: 3,312

Opisano wpływ procesu utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-7Nb na odporność korozyjną oraz bioaktywność w środowisku biologicznym. Stwierdzono, że obecność warstw tlenkowych otrzymanych na badanym stopie znacząco poprawiła odporność na korozję. Ponadto wykazano, że stop Ti-6Al-7Nb po utlenianiu izotermicznym charakteryzował się mniejszą podatnością na korozję wżerową oraz wykazywał zdolność do tworzenia hydroksyapatytu (HAp) po zanurzeniu w symulowanym płynie ustrojowym (SBF).

Opracowałem plan badań niniejszej pracy. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych oraz określiłem grubość warstw tlenkowych. Brałem udział w badaniach mechanicznych, korozyjnych, bioaktywności oraz struktury geometrycznej powierzchni. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem znaczną część uzyskanych wyników oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój udział procentowy w pracy szacuję na 60%.

A9. **K. Aniołek***, A. Barylski, J. Rak,
Effect of temperature on thermal oxidation behavior of Ti-6Al-4V ELI alloy,
Materials 17 (2024) 4129.

<https://doi.org/10.3390/ma17164129>

MNiSW: 140; IF₂₀₂₃: 3,1; 5-letni IF₂₀₂₃: 3,4

Zbadano charakterystyki morfologiczne, mikromechaniczne oraz tribologiczne stopu Ti-6Al-4V ELI po utlenianiu izotermicznym. Wykazano, że stop Ti-6Al-4V ELI w stanie utlenionym

charakteryzował się większą odpornością na odkształcenia. W porównaniu do materiału w stanie dostawy stwierdzono spadek wartości całkowitej pracy indentacji W_{total} (o ok. 10-22%). Jednocześnie wykazano, że proces utleniania izotermicznego prowadził do wzrostu wartości pracy odkształcenia sprężystego W_{elast} (max. wzrost o ok. 32%). Wytworzenie ochronnych warstw tlenkowych na powierzchni stopu Ti-6Al-4V ELI prowadziło również do poprawy charakterystyk tribologicznych, zarówno podczas testów w warunkach tarcia suchego jak i w roztworze Ringera. W styku smarowanym stwierdzono większy stopień redukcji zużycia (o ok. 30-50%) w porównaniu do testów w warunkach tarcia suchego. Wykazano, że chropowatość powierzchni rosła wraz ze wzrostem temperatury utleniania.

Byłem pomysłodawcą badań oraz autorem ich planu. Wykonałem badania mikromechaniczne, tribologiczne oraz chropowatości powierzchni. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój udział procentowy w pracy wynosi 80%.

A10. **K. Aniołek***, A. Barylski, M. Kupka, G. Dercz,

Cyclic oxidation of titanium Grade 2,

Materials 13 (2020) 5431.

<https://doi.org/10.3390/ma13235431>

MNiSW: 140; IF₂₀₂₀: 3,623; 5-letni IF₂₀₂₀: 3,920

W pracy utleniano cyklicznie tytan Grade 2 w temperaturach 600°C, 650°C i 700°C. Określono kinetykę utleniania, wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p oraz energii aktywacji. Stwierdzono, że proces utleniania cyklicznego charakteryzował się większą intensywnością, a otrzymane warstwy tlenkowe posiadały większą grubość w porównaniu do metody utleniania izotermicznego. W badaniach składu fazowego wykazano, że wytworzone warstwy tlenkowe złożone były tylko z tlenku TiO_2 (rutylu).

Byłem pomysłodawcą koncepcji modyfikacji powierzchni tytanu Grade 2 w procesie utleniania cyklicznego. Opracowałem plan badań eksperymentalnych. Wykonałem badania kinetyki utleniania. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych oraz rentgenowskich. Określiłem grubość warstw tlenkowych. Wykonałem badania twardości z różnymi wartościami obciążeń wgłębnika. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój udział procentowy w pracy szacuję na 70%.

A11. **K. Aniołek***, M. Kupka, G. Dercz,

Cyclic oxidation of Ti-6Al-7Nb alloy,

Vacuum 168 (2019) 108859.

<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2019.108859>

MNiSW: 70; IF₂₀₁₉: 2,906; 5-letni IF₂₀₁₉: 2,425

Określono kinetykę utleniania cyklicznego stopu Ti-6Al-7Nb. Wyznaczono wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p oraz energii aktywacji. Wykazano, że proces utleniania cyklicznego przyczynił się do uzyskania większych wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p w porównaniu do metody utleniania izotermicznego. W badaniach składu fazowego stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu cyklicznym wykazano obecność trzech faz: α -Ti, TiO_2 (rutyl) oraz Al_2O_3 . Tlenek Al_2O_3 miał tendencję do tworzenia się w pobliżu podłoża, natomiast rutyl obserwowano głównie w części zewnętrznej warstwy.

Byłem pomysłodawcą koncepcji modyfikacji powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb w procesie utleniania cyklicznego. Opracowałem plan badań. Przeprowadziłem badania kinetyki procesu utleniania metodą grawimetryczną. Uczestniczyłem w badaniach mikroskopowych, na podstawie których określiłem morfologię i grubość warstw tlenkowych. Uczestniczyłem w analizach SEM EDS oraz XRD. Kierowałem całością prac eksperymentalnych, opracowałem uzyskane wyniki oraz przygotowałem tekst publikacji. Mój udział procentowy w pracy wynosi 75%.

Dane bibliograficzne cyklu publikacji stanowiących osiągnięcie naukowe

Całkowita liczba publikacji:	11
Suma punktów MNiSW/MEiN:	1005
Sumaryczny IF wg listy JCR (zgodnie z rokiem opublikowania):	32,018
Sumaryczny 5-letni IF wg listy JCR (zgodnie z rokiem opublikowania):	32,098
Liczba cytowań wg Web of Science*:	180 (141)
Liczba cytowań wg Scopus*:	212 (174)
Liczba cytowań wg Google Scholar*:	265 (231)

*wartości w nawiasach przedstawiają cytowania z wyłączeniem autocytowań (dane na dzień 14.11.2024)

4.2. Omówienie celu naukowego i osiągniętych wyników

4.2.1. Wprowadzenie

Dynamiczny rozwój techniki i medycyny wymusza poszukiwanie nowych, bądź ulepszanie istniejących materiałów, które będą w stanie sprostać nieustannie rosnącym wymaganiom w zakresie właściwości użytkowych. Wymagania te wymuszają stosowanie

coraz to bardziej zaawansowanych materiałów wykazujących korzystniejsze charakterystyki mechaniczne i zmęczeniowe, zwiększoną odporność na korozję oraz na zużycie w warunkach tarcia. Perspektywicznym kierunkiem są również prace badawcze mające na celu podwyższenie właściwości użytkowych materiałów inżynierskich i biomedycznych poprzez modyfikację warstwy wierzchniej lub wytwarzanie powłok o korzystnych właściwościach fizykochemicznych i mechanicznych.

Tytan i jego stopy należą do grupy materiałów metalicznych cechujących się wyjątkowymi właściwościami użytkowymi. Połączenie niskiej gęstości, dobrej odporności korozyjnej z dobrą plastycznością i właściwościami mechanicznymi, jest atutem prowadzącym do zwiększenia zastosowań praktycznych tych materiałów. Przewyższają one pod wieloma względami dotychczas stosowane materiały konstrukcyjne i znajdują zastosowanie zarówno w technice jak i medycynie. O przydatności tytanu i jego stopów w branży biomedycznej decyduje ich bardzo dobra odporność korozyjna w środowisku tkankowym oraz wiążąca się z tym najlepsza spośród materiałów metalicznych biokompatybilność.

Jednym z podstawowych ograniczeń w zastosowaniach technicznych i biomedycznych materiałów na bazie tytanu są ich niewystarczające właściwości tribologiczne, co znacznie ogranicza lub w niektórych przypadkach całkowicie wyklucza zastosowanie w węzłach tarcia. Zasadniczym problemem jest wysoki i niestabilny współczynnik tarcia oraz skłonność do zużycia adhezyjnego. Efektem tego może być awaria we wczesnym etapie eksploatacji. Z kolei w zastosowaniach biomedycznych, niska odporność na zużycie ściernie jest zjawiskiem wysoce niekorzystnym prowadzącym m.in. do obluzowania endoprotez stawów. Procesy degradacji spowodowane zużyciem tribologicznym są częstą przyczyną operacji rewizyjnych implantów.

Analiza wyników dotychczasowych prac badawczych wskazuje, że został już osiągnięty pewien pułap optymalizacji właściwości biologicznych, mechanicznych i tribologicznych materiałów tytanowych przez opracowanie optymalnego składu chemicznego i fazowego oraz wykorzystanie metod obróbki plastycznej i cieplnej. W celu uzyskania dalszej poprawy rezultatów aplikacyjnych, konieczna jest implementacja osiągnięć inżynierii powierzchni, co sprzyja generowaniu nowych jakościowo rozwiązań technicznych oraz podwyższa niezawodność implantów wytwarzanych z tradycyjnych biomateriałów metalicznych. Rozwój i zastosowanie metod z zakresu inżynierii powierzchni tworzy zupełnie nowe obszary potencjalnych zastosowań dla tytanu i jego stopów. Zagadnienia związane z modyfikacją powierzchni tych materiałów w dalszym ciągu pozostają otwarte i wymagają szczegółowych

badan obejmujących strukturalną charakterystykę otrzymanych warstw wierzchnich oraz ich właściwości użytkowe.

W celu poprawy właściwości mechanicznych, tribologicznych, odporności korozyjnej oraz biogodności tytanu i jego stopów, wykorzystuje się różne metody uszlachetniania powierzchni, które pozwalają na wytwarzanie powłok o szerokim spektrum właściwości. Najczęściej stosowanymi technikami inżynierii powierzchni są: anodowanie, implantacja jonów, azotowanie jarzeniowe, obróbka laserowa, metody natryskiwania cieplnego, PVD (Physical Vapour Deposition), CVD (Chemical Vapour Deposition) oraz metody typu zol-żel.

Jak wynika z danych literaturowych, jednymi z najskuteczniejszych technik, umożliwiających poprawę zarówno biokompatybilności jak i właściwości mechanicznych oraz tribologicznych tytanu i jego stopów są procesy utleniania izotermicznego i cyklicznego. Wyniki badań naukowych jednoznacznie wskazują, że procesy te mogą zapewnić w pewnych warunkach bardziej skuteczną ochronę przed zużyciem tribologicznym materiałów tytanowych niż np. azotowanie jarzeniowe. Obydwie techniki wykorzystują zjawisko dyfuzji tlenu w podwyższonych temperaturach i umożliwiają utwardzanie warstwy wierzchniej poprzez wytworzenie stosunkowo grubej warstwy tlenku TiO_2 nad tzw. dyfuzyjną strefą przejściową. Dzięki ukonstytuowaniu się warstw tlenkowych na powierzchni tytanu i jego stopów możliwe jest uzyskanie znacznej poprawy zarówno odporności na korozję, biogodności, aktywności biologicznej, topografii powierzchni, jak również właściwości mechanicznych i tribologicznych.

Jednym z najbardziej istotnych zagadnień w procesach izotermicznego i cyklicznego utleniania tytanu i jego stopów jest dobór optymalnych parametrów obróbki cieplnej, które powinny umożliwić uzyskanie warstw tlenkowych o odpowiedniej grubości, morfologii oraz wymaganych właściwościach użytkowych. Analiza literatury wykazała, że intensywność procesu utleniania jest często indywidualną cechą materiału tytanowego, co jest szczególnie zauważalne w przypadku stopów tytanu zawierających dodatki stopowe takie jak np. niob czy aluminium. Niewłaściwe parametry utleniania mogą skutkować otrzymaniem warstw tlenkowych nie tylko o niedostatecznej grubości, które nie zapewniają odpowiednich właściwości ochronnych, ale również uzyskaniem rozwarstwionych i zdelaminowanych warstw o słabej adhezji, skłonnych do łuszczenia i wykruszania. Jakość uzyskiwanych warstw tlenkowych ma znaczący wpływ na trwałość eksploatacyjną tytanu i jego stopów w zastosowaniach inżynierskich i biomedycznych. Dobór optymalnych warunków utleniania ma również decydujący wpływ na właściwości użytkowe tytanu Grade 2 oraz stopów

Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI, co potwierdziły wyniki badań zestawione jako cykl monotematycznych artykułów będących przedmiotem rozprawy habilitacyjnej.

Celem badań było poszerzenie istniejącego stanu wiedzy o zjawiskach zachodzących w warstwie wierzchniej tytanu i jego stopów podczas procesów utleniania izotermicznego i cyklicznego oraz poszukiwanie nowych związków i zależności pomiędzy strukturą a właściwościami wytworzonych warstw tlenkowych. Analiza stanu literatury, a także wstępnych wyników badań własnych wykazała zasadność podjęcia prac nad wytworzeniem warstw tlenkowych na tytanie Grade 2 oraz stopach Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI metodami utleniania izotermicznego i cyklicznego, w celu określenia ich morfologii, składu fazowego, a także właściwości mechanicznych, adhezyjnych, korozyjnych i tribologicznych.

Przyjęto zatem hipotezę badawczą, w myśl której założono, że zastosowanie procesów utleniania izotermicznego i cyklicznego prowadzić będzie do znaczącej poprawy charakterystyk mechanicznych, adhezyjnych, korozyjnych i tribologicznych, umożliwiając redukcję zużycia ściernego tytanu i jego stopów.

Doświadczalne potwierdzenie tej hipotezy wymagało ustalenia optymalnych parametrów utleniania, gwarantujących otrzymanie stabilnych i ściśle przylegających warstw tlenkowych do podłoża. Podstawą doboru odpowiednich warunków utleniania były badania kinetyki utleniania wykonane metodą grawimetryczną. Na ich podstawie wytworzono warstwy tlenkowe na powierzchni badanych materiałów tytanowych. Następnie określono morfologię powierzchni, skład fazowy oraz charakterystyki mechaniczne, adhezyjne, korozyjne i tribologiczne otrzymanych warstw tlenkowych.

4.2.2. Omówienie najważniejszych wyników badań

Badania eksperymentalne prowadzono na tytanie Grade 2 oraz biomedycznych stopach tytanu: Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI (Extra Low Interstitial). W badaniach metalograficznych wykazano, że badane materiały różniły się mikrostrukturalnie. Tytan Grade 2 charakteryzował się strukturą ziarnistą, o wielkości ziarna według skali ASTM równej 9. Natomiast stopy tytanu Ti-6Al-7Nb oraz Ti-6Al-4V ELI posiadały strukturę dwufazową ($\alpha+\beta$).

Analizę składu chemicznego tytanu Grade 2 oraz stopów Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI przeprowadzono w Instytucie Metalurgii Żelaza w Gliwicach (obecnie Sieć Badawcza Łukasiewicz – Górnośląski Instytut Technologiczny). W badaniach wykorzystano następujące techniki badawcze: ICP-OES (Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry), HFIR (High Frequency Infra Red) oraz ekstrakcję wysokotemperaturową (do badania zawartości gazów) [A1]. Skład chemiczny badanych materiałów przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Skład chemiczny tytanu Grade 2 oraz stopów Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI.

Materiał	Skład chemiczny (% wag.)								
	C	Fe	H	N	O	Al	Nb	V	Ti
Tytan Grade 2	0,008	0,130	0,0019	0,0100	0,18	-	-	-	Reszta
Ti-6Al-7Nb	0,020	0,026	0,0019	0,0058	0,18	6,39	7,27	-	Reszta
Ti-6Al-4V ELI	0,021	0,220	-	0,0200	0,12	6,09	-	4,11	Reszta

Skład chemiczny tytanu Grade 2 oraz stopów Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI był zgodny z atestami dostarczonymi przez producentów. Tytan Grade 2 oraz stop Ti-6Al-7Nb zawierały 0,18% tlenu, co korzystnie wpływa na poprawę właściwości mechanicznych. Stop Ti-6Al-4V ELI charakteryzował się niższą zawartością tlenu, co jest charakterystyczne dla tej odmiany stopu (max. 0,13%). Stopy Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI spełniały również wymagania dotyczące zawartości dodatków stopowych, takich jak aluminium oraz niob/wanad.

Podstawą doboru optymalnych parametrów temperaturowo-czasowych procesu utleniania izotermicznego tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb były badania kinetyki utleniania. W celu określenia szybkości zmian przyrostu masy próbek podczas utleniania wykorzystano metodę grawimetryczną. Badania kinetyki utleniania realizowano w temperaturach 500°C, 600°C, 700°C oraz 800°C, w czasie od 20 min do 72 h. W celu scharakteryzowania przebiegu procesu utleniania wykorzystano prawo wykładnicze opisane równaniem [A2]:

$$\left(\frac{\Delta W}{A}\right)^n = k_n t \quad (1)$$

gdzie: ΔW – przyrost masy próbki, A – powierzchnia próbki, t – czas utleniania, k_n – stała wykładnicza szybkości utleniania.

Wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p otrzymano z nachylenia linii prostej dopasowanej metodą regresji liniowej do zależności $(\Delta W/A)^2$ względem czasu t . Energię aktywacji procesu utleniania wyznaczono z równania Arrheniusa korelującego wartość stałej K_p z temperaturą T [A2]:

$$K_p = K_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

gdzie: Q – energia aktywacji procesu utleniania, K_0 – czynnik przedeksponencjalny, R – stała gazowa (8,3144 Jmol⁻¹K⁻¹), T – temperatura bezwzględna.

Po utlenianiu w temperaturze 500°C nie stwierdzono przyrostu masy na badanych materiałach, dlatego ten wariant temperaturowy odrzucono w dalszych badaniach. Wykazano,

że temperatura była najważniejszym parametrem determinującym intensywność procesu utleniania izotermicznego zarówno na tytanie Grade 2 jak i biomedycznym stopie Ti-6Al-7Nb. Na podstawie analizy krzywych kinetycznych stwierdzono, że tytan Grade 2 utleniał się intensywniej w porównaniu do stopu Ti-6Al-7Nb dla każdego analizowanego wariantu temperaturowo-czasowego. Wykazano, że im wyższa była temperatura, tym większe były różnice w intensywności utleniania pomiędzy oboma materiałami. Mniejsza intensywność utleniania stopu Ti-6Al-7Nb była głównie związana z obecnością niobu w składzie badanego materiału. Stwierdzono, że przebieg procesu utleniania izotermicznego obu materiałów był zgodny z parabolicznym prawem utleniania [A1, A2, A3].

Po utlenianiu w temperaturze 600°C maksymalne przyrosty masy wynosiły 0,53 mg/cm² (tytan Grade 2) oraz 0,32 mg/cm² (Ti-6Al-7Nb). Podwyższenie temperatury utleniania do 700°C spowodowało niespełna 4-krotny wzrost intensywności utleniania. Jednak w przypadku stopu Ti-6Al-7Nb stwierdzono, że przyrosty masy były o ok. 35% mniejsze w porównaniu do tytanu Grade 2. Największa intensywność procesu utleniania izotermicznego występowała w temperaturze 800°C, w szczególności dla tytanu. Podwyższenie temperatury utleniania do 800°C powodowało ok. 10-krotne (o ok. 17,9 mg/cm²) zwiększenie przyrostu masy na próbkach z tytanu Grade 2. Natomiast w przypadku stopu Ti-6Al-7Nb uzyskano tylko ok. 2,5-krotne (o ok. 1,8 mg/cm²) zwiększenie przyrostu masy. Porównując intensywność utleniania badanych materiałów w temperaturze 800°C stwierdzono, że tytan Grade 2 charakteryzował się ponad 6-krotnie większym przyrostem masy w porównaniu do stopu Ti-6Al-7Nb [A2, A3].

W kolejnym etapie badań wykazano, że wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p rosły wraz z temperaturą. Następnie wartości stałej K_p skorelowano z temperaturą utleniania przy wykorzystaniu równania Arrheniusa. Wyznaczono wartość energii aktywacji procesu utleniania tytanu Grade 2, która wyniosła 278,0 kJ/mol [A2]. Wysoka wartość tej energii dla tytanu Grade 2 potwierdziła, że szybkość reakcji utleniania silnie zależała od temperatury. Ponadto należy wziąć pod uwagę, że przebieg utleniania tytanu i jego stopów jest złożony, ponieważ równolegle z tworzeniem się zgorzeliny następuje rozpuszczanie tlenu w metalu. W efekcie tworzy się międzywęzłowy roztwór stały tlenu w tytanie. Wyjątkowo duża rozpuszczalność tlenu w czystym tytanie miała istotny wpływ na sumaryczną wartość energii aktywacji procesu utleniania izotermicznego tytanu Grade 2.

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem z tego zakresu prac eksperymentalnych było wykazanie, że temperatura była dominującym parametrem determinującym intensywność procesu utleniania izotermicznego. Stwierdzono, że

przebieg procesu utleniania tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb zachodził zgodnie z parabolicznym prawem utleniania. Wykazano, że wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p rosły wraz z temperaturą. Stwierdzono, że wzrost temperatury powodował większą rozbieżność pomiędzy intensywnością utleniania tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb. Ponadto wykazano, że obecność niobu w stopie Ti-6Al-7Nb miała wpływ na zmniejszenie intensywności utleniania.

Na podstawie wyników badań wstępnych oraz analizy krzywych kinetycznych ustalono optymalne parametry procesu utleniania izotermicznego tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb. Utlenianie izotermiczne przeprowadzono w temperaturach 600°C, 700°C i 800°C w czasie do 72 h. Dobrane parametry umożliwiły zróżnicowanie morfologii, grubości oraz właściwości użytkowych otrzymanych warstw tlenkowych. Proces utleniania przeprowadzono dla obu materiałów w analogicznych warunkach, w laboratoryjnym piecu komorowym, w atmosferze powietrza.

Badania morfologii powierzchni przeprowadzone za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego wykazały, że warstwy tlenkowe wytworzone w procesie utleniania izotermicznego na tytanie Grade 2 oraz stopie Ti-6Al-7Nb charakteryzowały się ciągłością powierzchni, bez śladów wykruszania i łuszczenia. Stwierdzono ponadto zróżnicowaną morfologię powierzchni wytworzonych tlenków w zależności od przyjętych parametrów temperaturowo-czasowych procesu utleniania. Po utlenianiu w temperaturze 600°C ciągłą warstwę tlenkową, pokrywającą w całości powierzchnię, otrzymano jedynie na tytanie Grade 2. Po utlenianiu w tych samych warunkach, powierzchnia stopu Ti-6Al-7Nb była pokryta warstwą tlenkową nierównomiernie (szczególnie przy krótkich czasach utleniania). Proces utleniania realizowany w temperaturze 700°C pozwolił na uzyskanie warstw tlenkowych w całości pokrywających powierzchnię badanych materiałów. Zgorzeliny tlenkowe otrzymane w temperaturze 700°C składały się z drobnych, skupionych cząstek tlenków. Po utlenianiu w temperaturze 800°C, morfologię warstwy tlenkowej zbadano tylko na stopie Ti-6Al-7Nb. Stwierdzono, że warstwa tlenkowa wytworzona na stopie tytanu charakteryzowała się dobrą jakością, mimo wysokiej temperatury utleniania. Jednocześnie zaobserwowano, że tworzące się cząstki tlenków były wyraźnie większe (powierzchnia cząstek tworzących się tlenków była w tym przypadku najbardziej rozwinięta). Duże ziarna tlenków powstawały prawdopodobnie w wyniku konsolidacji mniejszych ziaren [A2, A3].

Najważniejszym osiągnięciem prac badawczych z tego zakresu było wykazanie, że zmiana parametrów temperaturowo-czasowych procesu utleniania izotermicznego wpłynęła znacząco na zróżnicowanie morfologii otrzymanych warstw tlenkowych.

Stwierdzono również, że temperatura utleniania determinowała wielkość tworzących się cząstek tlenków.

Skład fazowy wytworzonych warstw tlenkowych określono metodą rentgenowskiej analizy fazowej. Stwierdzono, że podczas utleniania w temperaturze 600°C i 700°C, na tytanie Grade 2 tworzyły się tlenki: TiO_2 (rutyl) oraz Ti_3O . Po utlenianiu w temperaturze 800°C stwierdzono natomiast obecność samego rutylu [A2]. Skład fazowy warstw tlenkowych wytworzonych na stopie Ti-6Al-7Nb był bardziej złożony, co miało ścisły związek z głównymi dodatkami stopowymi takimi jak aluminium oraz niob. Po utlenianiu w temperaturze 600°C stwierdzono obecność tlenku TiO_2 w polimorficznych odmianach: rutylu i anatazu. Ponadto w wytworzonej warstwie tlenkowej występowała faza NbO. Analiza fazowa wykazała również obecność linii dyfrakcyjnych pochodzących od α -Ti, związanych z głębokością penetracji wiązki rentgenowskiej. Po utlenianiu w temperaturze 700°C na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb stwierdzono obecność tylko tlenku TiO_2 (rutyl) oraz refleksów dyfrakcyjnych pochodzących od fazy α -Ti. W warstwie tlenkowej utworzonej w wyniku utleniania w temperaturze 800°C stwierdzono występowanie faz rutylu oraz tlenku α - Al_2O_3 [A4].

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem z tego zakresu było wykazanie, że parametry procesu utleniania izotermicznego tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb determinują oczekiwany skład fazowy warstw tlenkowych. Ponadto stwierdzono, że warstwy tlenkowe na stopie Ti-6Al-7Nb były wielofazowe.

Zróznicowane parametry temperaturowo-czasowe procesu utleniania izotermicznego pozwoliły w szerokim zakresie uzyskać wpływ na grubość wytworzonych pokryw tlenkowych na obu badanych materiałach. Warstwy tlenkowe wytworzone na tytanie Grade 2 posiadały grubość od 0,40 μm do 1,37 μm oraz od 1,53 μm do 6,01 μm , odpowiednio po utlenianiu w temperaturze 600°C i 700°C [A1]. Na stopie Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 600°C otrzymano warstwy tlenkowe o znacznie mniejszej grubości (max. 0,22 μm). Podwyższenie temperatury utleniania do 700°C spowodowało wzrost grubości warstw tlenkowych (od 0,32 μm do 1,05 μm). Warstwy tlenkowe o największej grubości (od 1,56 μm do 5,42 μm) uzyskano na stopie Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 800°C [A3]. W badaniach stwierdzono, że warstwy tlenkowe otrzymane na tytanie Grade 2 w temperaturze 600°C i 700°C były ok. 6-krotnie grubsze. Otrzymane wyniki potwierdzają znaczny wpływ dodatków stopowych (głównie niobu) na zmniejszenie intensywności utleniania stopu Ti-6Al-7Nb w porównaniu do tytanu Grade 2.

Podsumowując, istotnym osiągnięciem prac badawczych z tego obszaru było wykazanie, że parametry temperaturowo-czasowe procesu utleniania izotermicznego

pozwoliły w szerokim zakresie regulować grubość wytworzonych warstw tlenkowych na tytanie Grade 2 oraz stopie Ti-6Al-7Nb. Ze względu na większą intensywność procesu utleniania, warstwy tlenkowe o większej grubości otrzymano na tytanie Grade 2. W badaniach stwierdzono pozytywny wpływ niobu na wzrost odporności na utlenianie stopu Ti-6Al-7Nb.

Badania twardości tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb przed i po utlenianiu izotermicznym wykonano przy wykorzystaniu różnych technik pomiarowych. W pierwszym etapie pomiary twardości przeprowadzono na mikrotwardościomierzu Vickersa dla różnych wartości obciążeń wgłębnika. Pomiary wykonane na próbkach będących w stanie wyjściowym wykazały, że wyższą twardość posiadał stop tytanu (352,8 HV). Twardość tytanu Grade 2 była niższa (308,5 HV). Proces utleniania izotermicznego w znaczący sposób zwiększył twardość powierzchniową obu materiałów. Po utlenianiu w temperaturze 600°C (przy niższych obciążeniach wgłębnika) wyższą twardość (1261 HV) posiadał tytan Grade 2. Twardość badanego stopu była znacząco niższa i wynosiła 803 HV. Jednocześnie stwierdzono, że wraz z rosnącym obciążeniem wgłębnika występowała coraz mniejsza różnica pomiędzy twardością obu materiałów. Wyższa twardość tytanu Grade 2 po utlenianiu w temperaturze 600°C (przy niższych obciążeniach wgłębnika) mogła być związana z większą intensywnością procesu utleniania, co prowadziło do powstania warstwy tlenkowej o większej grubości w porównaniu do stopu Ti-6Al-7Nb. Przy wyższych wartościach obciążeń wgłębnika stop Ti-6Al-7Nb charakteryzował się wyższą twardością. Mogło to wynikać z faktu, iż wraz z rosnącym obciążeniem coraz większy wpływ na wynik pomiaru miało podłoże, a mniejszy warstwa tlenkowa. Po utlenianiu w temperaturze 700°C stwierdzono, że większą twardość posiadał tytan Grade 2 (1265 HV). Natomiast stop tytanu charakteryzował się twardością niższą o ok. 15%, szczególnie w zakresie małych obciążeń wgłębnika. Jednocześnie wykazano, że wraz z rosnącym obciążeniem wgłębnika obserwowano łagodniejszy spadek twardości, co miało związek z większą grubością warstw tlenkowych wytworzonych w temperaturze 700°C. Najwyższą twardość (ok. 1375 HV przy obciążeniu 245 mN) uzyskano dla stopu Ti-6Al-7Nb utlenionego w temperaturze 800°C. Wykazano, że po utlenianiu w tym wariantcie temperaturowym występował najłagodniejszy spadek twardości wraz z rosnącym obciążeniem wgłębnika. Przyczyną takiego stanu była grubość warstw tlenkowych wytworzonych w procesie utleniania zachodzącym z największą intensywnością. Wraz z podwyższeniem temperatury utleniania występował większy rozrzut wyników pomiarów twardości. Mogło to być spowodowane niejednorodnością mikrostruktury oraz wzrostem chropowatości powierzchni po utlenianiu [A2, A5].

Pomiary twardości stopu Ti-6Al-7Nb przed i po utlenianiu izotermicznym wykonano również techniką nanoindentacji. W badaniach wykorzystano urządzenie Hysitron TI-950, wyposażone we wgłębnik Berkovicha, o kącie rozwarcia 65° . Podczas testów wyznaczono twardość (H) oraz zredukowany moduł Younga (E_r). Ze względu na problemy metodyczne pomiary wykonano tylko na próbkach w stanie wyjściowym oraz po utlenianiu w temperaturze 600°C . Na zarejestrowanych krzywych indentacji ($P-h$) nie zaobserwowano żadnych nieciągłości podczas wgniatania wgłębnika, które mogłyby świadczyć o wystąpieniu uszkodzeń czy odprysków warstw tlenkowych. W badaniach wykazano, że obecność zgorzelin tlenkowych na powierzchni badanego stopu prowadziła do znacznego ograniczenia głębokości penetracji wgłębnika. Ponadto stwierdzono, że twardość stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu izotermicznym była ponad 2-krotnie wyższa (14,9 GPa) w porównaniu do materiału w stanie dostawy (6,3 GPa). Z kolei wartość zredukowanego modułu Younga (E_r) dla utlenionego stopu Ti-6Al-7Nb wynosiła 160,1 GPa (dla materiału w stanie dostawy $E_r=116,8$ GPa). Zaobserwowano tym samym zmniejszenie wartości stosunku E_r/H (o ok. 57%). W literaturze wykazano, że stosunek E_r/H jest bardziej miarodajnym parametrem w zakresie prognozowania odporności na zużycie ścierne niż sama twardość. Niższa wartość stosunku E_r/H oznacza, że utleniona powierzchnia stopu Ti-6Al-7Nb charakteryzowała się również niższym wskaźnikiem zużycia. Fakt ten również potwierdziły wyniki badań tribologicznych [A6].

W kolejnym etapie, pomiary twardości przeprowadzono również metodą nanoindentacji na przekroju poprzecznym warstw tlenkowych otrzymanych na tytanie Grade 2 oraz stopie Ti-6Al-7Nb. Stwierdzono, że proces utleniania izotermicznego powodował wytworzenie zgorzelin tlenkowych cechujących się wysoką twardością. Twardość warstw tlenkowych (w pobliżu powierzchni zewnętrznej) wytworzonych na tytanie Grade 2 w temperaturze 600°C wynosiła od 4,9 do 9,5 GPa [A1]. W przypadku stopu Ti-6Al-7Nb maksymalna twardość zgorzeliny była zdecydowanie niższa i wynosiła 5,3 GPa [A3]. Po utlenianiu tytanu w temperaturze 700°C twardość warstw tlenkowych (przy powierzchni zewnętrznej) mieściła się w zakresie od 9,8 do 13,7 GPa [A1]. Natomiast w przypadku stopu Ti-6Al-7Nb zakres twardości był nieco niższy i wynosił od 8,9 do 11,3 GPa. Najwyższą twardość (14,2 GPa) uzyskano na próbkach ze stopu Ti-6Al-7Nb utlenionych w temperaturze 800°C w czasie 72 h [A3]. W przypadku obu badanych materiałów obserwowano systematyczny spadek twardości wraz z odległością od powierzchni. Jednocześnie stwierdzono, że poniżej warstw tlenkowych występował obszar o podwyższonej twardości w stosunku do rdzenia próbki, co świadczyło o obecności tzw. dyfuzyjnej strefy przejściowej. Strefa ta charakteryzowała się pośrednią twardością pomiędzy warstwą tlenkową a rdzeniem. W zależności od przyjętych parametrów

temperaturowo-czasowych procesu utleniania obserwowano bardziej gwałtowny lub łagodny spadek twardości, co miało związek ze zróżnicowaną grubością warstw tlenkowych i rosnącym wpływem podłoża.

Badania mikromechaniczne stopu Ti-6Al-7Nb w stanie dostawy oraz po utlenianiu izotermicznym realizowano również w warunkach narastającego obciążenia (10 cykli). Analiza wyników wykazała, że wszystkie segmenty krzywych indentacji uzyskane przy różnych obciążeniach szczytowych dobrze nakładały się na siebie, co wskazuje na powtarzalność testów mechanicznych. W badaniach określono wartość wykładnika n , który pozwala ustalić charakter przebiegu krzywych obciążenie-odciążenie dla poszczególnych segmentów obciążenia. Otrzymane wartości wykładnika n były zbliżone do ok. 2, co świadczy, że krzywe indentacji miały przebieg zbliżony do parabolicznego. Największą wartość zagłębienia wgłębnika (ok. 2,5 μm) otrzymano dla stopu Ti-6Al-7Nb w stanie nieutlenionym. Po utlenianiu izotermicznym obserwowano zawężenie krzywych indentacji (o ok. 1 μm), co miało ścisły związek ze wzrostem twardości warstwy wierzchniej. Jednocześnie wykazano, że wartość zagłębienia wgłębnika spadała wraz ze wzrostem temperatury utleniania [A7].

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem z tego zakresu prac eksperymentalnych było wykazanie, że proces utleniania izotermicznego w znaczący sposób zwiększył twardość warstwy wierzchniej tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb. Stwierdzono, że podwyższenie temperatury utleniania przekładało się na zróżnicowanie wyników pomiarów twardości. Poniżej warstw tlenkowych wykazano obecność tzw. dyfuzyjnej strefy przejściowej o podwyższonej twardości. Ponadto stwierdzono korzystne zmniejszenie wartości stosunku E_r/H po utlenianiu stopu Ti-6Al-7Nb.

Badania charakterystyk tribologicznych przeprowadzono w dwóch etapach. W pierwszym etapie testy realizowano na stanowisku tribologicznym T-01 w układzie typu kula-tarcza. W badaniach stosowano tarcze z tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb niepokryte oraz pokryte warstwami tlenkowymi. W charakterze przeciwpróbek stosowano kulki Al_2O_3 o średnicy 10 mm. Określono współczynnik tarcia oraz zużycie liniowe i objętościowe badanego węzła tribologicznego. Stwierdzono, że tytan Grade 2 w stanie nieutlenionym cechował się nieco wyższą wartością współczynnika tarcia (0,58) w porównaniu do stopu Ti-6Al-7Nb (0,49). Wykazano, że wytworzenie na powierzchni tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb warstw tlenkowych metodą utleniania izotermicznego, prowadziło do podwyższenia wartości współczynnika tarcia, szczególnie w początkowym etapie testów tribologicznych. Jest to niezgodne z niektórymi danymi literaturowymi, w których

obserwowano, że zgorzeliny tlenkowe zmniejszają wartość oraz amplitudę współczynnika tarcia [A2, A5].

Testy tarciovo-zużyciowe tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb w stanie nieutlenionym i utlenionym pozwoliły na wyznaczenie parametrów zużycia liniowego i objętościowego. Na podstawie analizy wyników zużycia liniowego, obejmującego sumaryczne zużycie współpracującej pary trącej stwierdzono, że większa intensywność zużycia występowała w skojarzeniu tribologicznym Ti-6Al-7Nb—Al₂O₃ (zarówno dla stopu w stanie nieutlenionym jak i utlenionym). Wykazano, że zużycie liniowe układu tribologicznego tytan—Al₂O₃ w stanie nieutlenionym oraz po utlenianiu w temperaturze 600°C było niższe od 38% do 47% [A2, A5]. Jednocześnie stwierdzono, że wraz ze wzrostem temperatury utleniania rosła odporność na zużycie ściernie badanych par trących. Najniższą wartość zużycia liniowego otrzymano podczas testów tribologicznych stopu Ti-6Al-7Nb poddanego procesowi utleniania w temperaturze 800°C [A5].

Innymi charakterystykami tribologicznymi charakteryzowało się zużycie objętościowe. Stwierdzono, że tytan Grade 2 w stanie nieutlenionym zużywał się intensywniej w porównaniu do stopu Ti-6Al-7Nb. Wykazano tym samym, że obecność dodatków stopowych korzystnie wpłynęła na wzrost odporności na zużycie ściernie badanego stopu. Po utlenianiu w temperaturze 600°C zaobserwowano istotny spadek tego parametru tylko dla tytanu Grade 2 (o 47 % w porównaniu do powierzchni nieutlenionej) [A2]. Natomiast w przypadku stopu Ti-6Al-7Nb zużycie objętościowe było porównywalne z wartością otrzymaną na powierzchni nieutlenionej, co oznacza, że warstwa tlenkowa nie posiadała odpowiedniej grubości do zastosowań tribologicznych [A5]. Powierzchniowe warstwy tlenkowe otrzymane w temperaturze 700°C pozwoliły ograniczyć zużycie ściernie badanych materiałów w jeszcze większym stopniu, choć ich skuteczność w ochronie tribologicznej była większa na tytanie Grade 2 (ponad dwukrotne zmniejszenie zużycia objętościowego w porównaniu do materiału w stanie dostawy) [A2]. Najlepszą odpornością na zużycie ściernie charakteryzowała się jednak warstwa tlenkowa otrzymana na stopie Ti-6Al-7Nb w temperaturze 800°C. W tym przypadku zaobserwowano blisko 6-krotną redukcję zużycia objętościowego, co było ściśle związane z grubością warstwy tlenkowej (5,42 μm). W badaniach wykazano, że obecność zgorzelin tlenkowych na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb miała również korzystny wpływ na redukcję zużycia objętościowego kulek Al₂O₃ stosowanych jako przeciwpróbki. Podczas współpracy tribologicznej z warstwami tlenkowymi uzyskani w temperaturze 700°C i 800°C redukcja zużycia objętościowego kulek wynosiła ok. 90% [A5].

W drugim etapie badań tribologicznych przeprowadzono rozszerzone testy tarciovo-zużyciowe stopu Ti-6Al-7Nb. Względem pierwszego etapu badawczego, zmodyfikowano warunki testów (obciążenie, średnicę kulek, zastosowano kulki z różnych materiałów) oraz wykorzystano inne urządzenie - TRN Tribometer (Anton Paar). Ponadto testy tribologiczne przeprowadzono dla rozszerzonego zakresu parametrów temperaturowo-czasowych procesu utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-7Nb (temperatura: 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 800°C; czas: 24 h, 72 h). Wszystkie eksperymenty przeprowadzono przy obciążeniu 5 N i prędkości 0,1 m/s. Droga tarcia wynosiła 1000 m. W charakterze przeciwpróbek zastosowano kulki o średnicy 6 mm wykonane z tlenku aluminium (Al_2O_3), tlenku cyrkonu (ZrO_2) oraz stali łożyskowej (100Cr6). Skojarzenia materiałowe Ti-6Al-7Nb— $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ dobrano ze względu na zastosowania medyczne badanych węzłów tribologicznych. Natomiast stal łożyskowa 100Cr6 stanowiła materiał porównawczy względem tworzyw ceramicznych (Al_2O_3 , ZrO_2). Maksymalne naprężenia Hertza dla skojarzenia tribologicznego Ti-6Al-7Nb— Al_2O_3 wynosiły 0,89 GPa. Natomiast w przypadku par materiałowych Ti-6Al-7Nb— ZrO_2 oraz Ti-6Al-7Nb—100Cr6 wartość tych naprężeń była niższa (0,76 GPa). Otrzymane wyniki potwierdziły uzyskanie wzorcowego standardu obciążenia do realizacji testów tribologicznych (naprężenia kontaktowe powyżej 0,6 GPa) [A7].

W badaniach wykazano, że intensywność procesów tribologicznych była ściśle zależna od parametrów utleniania oraz zastosowanego skojarzenia materiałowego. Największą wartość wskaźnika zużycia objętościowego stwierdzono dla stopu Ti-6Al-7Nb w stanie dostawy dla każdej z analizowanych par ciernych. Stwierdzono, że największe zużycie występowało podczas współpracy ciernej nieutlenionego stopu Ti-6Al-7Nb z kulkami Al_2O_3 . Wykazano, że podczas współpracy tribologicznej z kulkami ZrO_2 oraz 100Cr6 wskaźnik zużycia objętościowego stopu tytanu był od 25% do 35% niższy. Różnice w intensywności zużycia tarczy ze stopu Ti-6Al-7Nb po współpracy z kulkami Al_2O_3 i ZrO_2 mogły być związane z różną twardością oraz wielkością ziarna obydwu materiałów ceramicznych [A7].

Po utlenianiu izotermicznym stwierdzono, że poprzez zmianę parametrów temperaturowo-czasowych w szerokim zakresie można wpływać na budowę warstwy, a poprzez jej właściwości, regulować charakterystyki tarciovo-zużyciowe stopu Ti-6Al-7Nb. Wykazano, że oprócz parametrów utleniania, istotny wpływ na intensywność procesów tribologicznych badanego stopu, miały również materiały zastosowane w charakterze przeciwpróbek. Właściwości tribologiczne stopu Ti-6Al-7Nb podczas współpracy ciernej z kulkami Al_2O_3 znacznie poprawiły się po utlenianiu izotermicznym. Jednocześnie wykazano, że zgorzeliny tlenkowe wytworzone w temperaturach 600°C, 750°C i 800°C zapewniały nieco

słabszą ochronę przed zużyciem ściernym. Optymalne charakterystyki tarciovo-zużyciowe stopu Ti-6Al-7Nb podczas współpracy cierniej z kulkami Al_2O_3 uzyskano po utlenianiu w temperaturach 650°C i 700°C w czasie 24 h i 72 h (redukcja zużycia objętościowego nawet o ok. 99%). Z kolei najlepsze właściwości tribologiczne stopu Ti-6Al-7Nb w skojarzeniu ciernym z kulkami ZrO_2 zapewniły warstwy tlenkowe otrzymane w temperaturach 700°C oraz 750°C (redukcja zużycia objętościowego nawet o ok. 88%). Zupełnie odmienne charakterystyki tarciovo-zużyciowe otrzymano podczas testów utlenionego stopu Ti-6Al-7Nb z kulkami ze stali 100Cr6. W skojarzeniu ze stalą nie wykazano obecności zużycia ściernego (w przyjętych warunkach badań) na tarczy utlenionej w zakresie temperatur 600°C-750°C. Jedynie podczas testów stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 800°C, wykazano obecność zużycia ściernego o niewielkim nasileniu. Najlepsze rezultaty testów tribologicznych otrzymane dla utlenionego stopu Ti-6Al-7Nb w skojarzeniu z kulkami ze stali 100Cr6 mogły wynikać z niższej twardości kulek stalowych w porównaniu do kulek ceramicznych (Al_2O_3 , ZrO_2). Po utlenianiu w temperaturze 800°C charakterystyki tribologiczne stopu Ti-6Al-7Nb uległy pogorszeniu w skojarzeniu ze wszystkimi materiałami zastosowanymi w charakterze przeciwpróbek (Al_2O_3 , ZrO_2 , 100Cr6). Przyczynami tego zjawiska była pogarszająca się adhezja warstw tlenkowych oraz większe naprężenia kontaktowe par ciernych, co przełożyło się na wzrost intensywności zużycia [A7].

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem z tego zakresu prac eksperymentalnych było wykazanie, że poprzez zmianę parametrów temperaturowo-czasowych w szerokim zakresie można wpływać na zmianę charakterystyk tarciovo-zużyciowych tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb. Stwierdzono, że obecność warstw tlenkowych na badanych materiałach prowadziła do znaczącej redukcji zużycia liniowego i objętościowego (dla niektórych wariantów testów tribologicznych redukcja zużycia objętościowego wynosiła nawet ponad 90%). Ponadto wykazano, że na intensywność procesów tribologicznych oprócz parametrów utleniania, istotny wpływ miały również materiały zastosowane w charakterze partnerów tribologicznych (Al_2O_3 , ZrO_2 , 100Cr6).

Badania struktury geometrycznej śladów zużycia powstałych w trakcie tarcia na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb przeprowadzono przy wykorzystaniu profilografometru stykowego 3D. Analiza otrzymanych przekrojów i obrazów izometrycznych prowadzi do wniosku, że ślady zużycia utworzone na powierzchni nieutlenionej cechowały się największą szerokością oraz powierzchnią przekroju poprzecznego. Wykazano, że wraz ze wzrostem temperatury utleniania, pole przekroju poprzecznego śladów zużycia ulegało wyraźnemu

zmniejszeniu i tym samym powstałe ślady odznaczały się mniejszą szerokością oraz głębokością [A5].

W badaniach tribologicznych wykazano tendencję do tworzenia się zjawiska zużycia fałstego na stopie Ti-6Al-7Nb, charakteryzującego się wystąpieniem na powierzchni tarcia naprzemianległych obszarów o kształcie elipsoidalnym. Na podstawie analizy obrazów izometrycznych 3D stwierdzono, że największe zagłębienia tworzyły się w środkowej części tych obszarów i to właśnie w tych miejscach gromadziły się liczne produkty zużycia. Jednocześnie wykazano, że warstwy tlenkowe wytworzone na stopie Ti-6Al-7Nb zapobiegały wystąpieniu tego niekorzystnego zjawiska [A7].

Istotnym osiągnięciem z tego zakresu prac badawczych było wykazanie, że obecność warstw tlenkowych na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb otrzymanych w procesie utleniania izotermicznego skutecznie eliminowała zjawisko zużycia fałstego, co jest nowością nieopisywaną wcześniej w literaturze.

Badania przyczepności warstw tlenkowych do podłoża stopu Ti-6Al-7Nb przeprowadzono przy pomocy próby zarysowania (scratch-test). Wykazano, że dobrane parametry procesu utleniania zapewniały wytworzenie warstw tlenkowych dobrej jakości i o wymaganych właściwościach adhezyjnych. Stwierdzono, że otrzymane warstwy cechowały się zróżnicowaną odpornością na zarysowanie zależną od parametrów procesu utleniania. W badaniach określono krytyczne wartości sił (L_{c1} , L_{c2} i L_{c3}), przy których dochodziło do uszkodzeń warstw tlenkowych. Przyjęto, że siła krytyczna L_{c1} określa obszar, w którym dochodziło do pierwszego uszkodzenia warstwy tlenkowej. Jako obciążenie krytyczne L_{c2} przyjęto miejsce zasadniczego uszkodzenia zgorzeliny tlenkowej, natomiast, jako siłę krytyczną L_{c3} , przyjęto miejsce, w którym następowało całkowite oderwanie warstwy od podłoża. Najniższą odpornością na zarysowanie charakteryzowała się warstwa tlenkowa wytworzona na stopie Ti-6Al-7Nb w temperaturze 600°C. Obciążenie krytyczne (L_{c3}) odpowiadające całkowitej delaminacji warstwy wynosiło 54 N. Po osiągnięciu obciążenia L_{c3} zaobserwowano zmianę przebiegu współczynnika tarcia oraz siły oporu stawianego wgłębnikowi Ft. Przyczyną szybkiego uszkodzenia warstwy tlenkowej była jej niewielka grubość. Najlepszą odpornością na zarysowanie charakteryzowała się warstwa tlenkowa wytworzona w temperaturze 700°C ($L_{c3} = 76,6$ N). Z kolei po utlenianiu stopu Ti-6Al-7Nb w temperaturze 800°C, pierwsze uszkodzenie warstwy zaobserwowano przy najwyższej wartości obciążenia L_{c1} (20,5 N). Mogło to być związane z największą grubością warstwy tlenkowej otrzymanej w tym wariantcie temperaturowym. Jednak jej ogólna odporność na zarysowanie była gorsza w porównaniu do warstwy otrzymanej w temperaturze 700°C

(obciążenie $L_{c3}=54,1$ N). W badaniach wykazano ponadto związek pomiędzy parametrami temperaturowo-czasowymi procesu utleniania, przyczepnością warstw tlenkowych, a odpornością na zużycie ścierne. Stwierdzono, że największą odpornością na zużycie ścierne charakteryzowała się warstwa tlenkowa o najlepszej przyczepności (uzyskana po utlenianiu w temperaturze 700°C) [A4].

Obserwacje obrazów izometrycznych rys przy wykorzystaniu profilografometru stykowego 3D wykazały, że wgłębnik uległ największemu zagłębieniu na próbce nieutlenionej (ok. 100 μm). W końcowej fazie scratch-testu zaobserwowano wypłynięcia materiału. Stwierdzono, że proces utleniania izotermicznego znacznie ograniczył maksymalną głębokość penetracji wgłębnika do ok. 55-60 μm , co potwierdza wzrost odporności na zarysowanie. Analiza badań profilografometrycznych potwierdziła, że najlepszą odporność na zarysowanie posiadała warstwa tlenkowa otrzymana w temperaturze 700°C. W przypadku próbki utlenionej w temperaturze 800°C zaobserwowano nieliczne odpryski warstwy tlenkowej występujące wzdłuż powstałej rysy [A4].

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem z tego zakresu prac badawczych było wykazanie istnienia związku pomiędzy parametrami temperaturowo-czasowymi procesu utleniania, przyczepnością warstw tlenkowych, a odpornością na zużycie ścierne. Stwierdzono, że odpowiednio dobrane parametry procesu utleniania stopu Ti-6Al-7Nb umożliwiają wytworzenie warstw tlenkowych o wysokiej jakości i wymaganych właściwościach adhezyjnych.

W następnym etapie badań eksperymentalnych określono wpływ procesu utleniania izotermicznego na poprawę odporności korozyjnej biomedycznego stopu Ti-6Al-7Nb w środowisku biologicznym w warunkach in vitro. Badaniom poddano stop Ti-6Al-7Nb przed i po procesie utleniania izotermicznego w temperaturach 600°C, 700°C i 800°C w czasie 72 h. Badania odporności na korozję elektrochemiczną przeprowadzono w odpoietrzonym roztworze soli fizjologicznej o pH równym 7,4 w temperaturze 37°C stosując metodę potencjału obwodu otwartego oraz pomiary potencjodynamiczne. Do wstępnej oceny wpływu warstw tlenkowych otrzymanych w wyniku utleniania izotermicznego na odporność korozyjną stopu Ti-6Al-7Nb posłużył potencjał obwodu otwartego (E_{OC}), który wyznaczono w otwartej pętli potencjostatu bez stosowania przepływu prądu w układzie elektrochemicznym. Zastosowane warunki in vitro pomiaru E_{OC} były bardzo zbliżone do warunków in vivo panujących w organizmie ludzkim. W badaniach wykazano, że wartość E_{OC} znacząco rosła wraz ze wzrostem temperatury utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-7Nb. Równowaga jonowo-elektronowa na granicy międzyfazowej elektroda | elektrolit została osiągnięta po 2 h

zanurzenia. Wartość E_{OC} zmieniała się w zakresie od -336 mV dla stopu Ti-6Al-7Nb z samopasywną warstwą tlenkową na powierzchni do 275 mV dla stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 800°C . Obserwowany charakter zmian E_{OC} wynikał ze wzrostu grubości otrzymanych warstw tlenkowych. Uzyskane wyniki wskazują, że warstwy tlenkowe otrzymane na stopie Ti-6Al-7Nb w procesie utleniania izotermicznego posiadały lepsze właściwości barierowe i były bardziej stabilne termodynamicznie w porównaniu do samorzutnej warstwy pasywnej [A8].

Jednym z podstawowych parametrów pozwalających na porównawczą ocenę odporności korozyjnej różnych materiałów w tym samym środowisku korozyjnym oraz określenie potencjału, przy którym rozpoczną się procesy destrukcyjne jest E_{cor} . Średnia wartość E_{cor} wyznaczona dla nieutlenionego stopu Ti-6Al-7Nb na podstawie krzywych polaryzacji wynosiła -296 mV. Stwierdzono, że zastosowanie procesu utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-7Nb wpłynęło na przesunięcie średniej wartości E_{cor} w kierunku potencjałów anodowych, co wskazuje na wzrost odporności korozyjnej spowodowany barierowymi właściwościami ochronnymi wytworzonych warstw tlenkowych. Najwyższą wartość E_{cor} równą $207,9$ mV otrzymano dla stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 800°C [A8].

Otrzymane średnie wartości parametru kinetycznego R_p wskazują na wzrost odporności na korozję elektrochemiczną stopu Ti-6Al-7Nb wraz ze wzrostem temperatury utleniania izotermicznego. Wykazano, że średnia wartość R_p wynosząca $2,2 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}^2$ dla stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu izotermicznym w temperaturze 800°C była aż około 110 razy wyższa w porównaniu do badanego stopu przed utlenianiem. Uzyskane wyniki korelują ze średnimi wartościami CR wyznaczonymi w E_{cor} dla stopu Ti-6Al-7Nb przed i po utlenianiu izotermicznym. Wykazano, że średnia wartość szybkości korozji nieutlenionej elektrody Ti-6Al-7Nb zachodzącej w roztworze soli fizjologicznej wynosiła $3,14 \times 10^{-5} \text{ mm} \cdot \text{yr}^{-1}$. Wartość parametru CR oznaczająca zużycie materiału w skali roku zmniejszała się wraz ze wzrostem temperatury izotermicznego utleniania, co wskazuje na wolniejsze rozpuszczanie warstw tlenkowych. Najmniejszą wartością CR równą $3,58 \times 10^{-7} \text{ mm} \cdot \text{yr}^{-1}$ charakteryzowała się elektroda Ti-6Al-7Nb po utlenianiu izotermicznym w temperaturze 800°C , co wskazuje, że morfologia warstwy tlenkowej oraz jej skład fazowy prowadziły do zmniejszenia szybkości korozji elektrochemicznej [A8].

Wpływ przeprowadzonej modyfikacji powierzchni w procesie utleniania izotermicznego na podatność stopu Ti-6Al-7Nb na korozję wżerową został określony na podstawie anodowych krzywych polaryzacji. W przeprowadzonych badaniach wykazano, że

stop Ti-6Al-7Nb po utlenianiu izotermicznym cechował się mniejszą podatnością na korozję wżerową, o czym świadczył potencjał przebicia (E_{bp}) około 8 V, który przyjmował blisko dwukrotnie większą wartość w porównaniu do E_{bp} materiału w stanie dostawy. Najlepszą fizyczną i chemiczną barierę przed działaniem agresywnych jonów chlorkowych stanowiła warstwa tlenkowa otrzymana na stopie Ti-6Al-7Nb w temperaturze 800°C. Prawdopodobną przyczyną zwiększonej odporności na korozję wżerową utlenionego stopu Ti-6Al-7Nb była obecność dodatku stopowego w postaci niobu, który stabilizował warstwę tlenkową i zapobiegał jej penetracji przez elektrolit, znacznie spowalniając inicjację wżerów. Kationy Nb^{5+} wykazują zdolność do poprawy właściwości pasywacyjnych warstw tlenkowych na tytanie i jego stopach poprzez obniżanie stężenia wakansów anionowych generowanych przez obecność kationów tytanu na niższym stopniu utlenienia. Dwuetapowy mechanizm inicjacji i propagacji wżerów na powierzchni warstw tlenkowych otrzymanych na stopie Ti-6Al-7Nb w roztworze soli fizjologicznej oparto o adsorpcję agresywnych jonów chlorkowych w lokalnych obszarach, w których mogły wystąpić nieciągłości budowy warstw tlenkowych. W proponowanym mechanizmie cząsteczki wody były zastępowane jonami Cl^- , a łączenie się jonów Cl^- z metalem utrudniało wbudowywanie jonów metalu w warstwę tlenkową ułatwiając ich przechodzenie do roztworu soli fizjologicznej, co skutkowało brakiem repasywacji [A8].

Kolejnym etapem badań w tym zakresie było określenie wpływu procesu utleniania izotermicznego na poprawę bioaktywności *in vitro* stopu Ti-6Al-7Nb. Przed badaniami bioaktywności stop Ti-6Al-7Nb w stanie dostawy oraz po procesie utleniania poddano obróbce alkalicznej i cieplnej w celu wytworzenia porowatej warstwy żelowej anatazu. Testy bioaktywności przeprowadzono poprzez zanurzenie próbek w bezkomórkowym symulowanym płynie ustrojowym (SBF) o składzie chemicznym podobnym do składu ludzkiego osocza w temperaturze 36,6°C przez 7 dni. Obecność utworzonego apatyty na powierzchni próbek potwierdzono wynikami badań prowadzonych za pomocą SEM/EDS oraz ATR-FTIR. W przeprowadzonych badaniach wykazano zróżnicowaną zdolność do tworzenia apatyty na stopie Ti-6Al-7Nb po utlenianiu izotermicznym. Podczas obserwacji mikroskopowych powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 600°C zaobserwowano liczne kuliste cząstki tworzące aglomeraty na dużej powierzchni. Stwierdzono, że zdolność do tworzenia apatyty na tej próbce była najwyższa. Wzrost temperatury utleniania do 700°C zmniejszył zdolność do tworzenia apatyty na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb. Wykazano, że nastąpił znaczny spadek liczby i wielkości utworzonych kryształów w porównaniu ze stopem Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 600°C. Najmniejszą zdolność do tworzenia apatyty stwierdzono dla stopu Ti-6Al-7Nb po utlenianiu w temperaturze 800°C [A8].

W celu identyfikacji związków wytrącających się na powierzchni utlenionego stopu Ti-6Al-7Nb po zanurzeniu w SBF przez 1 i 7 dni przeprowadzono porównawczą analizę widm ATR-FTIR dla badanych materiałów przed i po teście bioaktywności. Na każdym widmie ATR-FTIR obserwowano m.in. piki wskazujące na utworzenie hydroksyapatytu (HAp) na powierzchni materiałów poddanych wcześniejszej obróbce alkalicznej i cieplnej, co świadczyło o bioaktywności badanych powierzchni. Intensywność pików silnie wzrastała wraz z wydłużeniem czasu ekspozycji w płynie SBF. Uzyskane wyniki wykazały, że zidentyfikowany HAp posiadał budowę zbliżoną do naturalnego apatytu będącego składnikiem kości. Uzyskane wyniki potwierdziły, że jednoetapowa obróbka alkaliczna jest wystarczająca do zwiększenia bioaktywności stopu Ti-6Al-7Nb [A8].

Podsumowując, najważniejszym osiągnięciem z tego obszaru prac eksperymentalnych było wykazanie, że obecność warstw tlenkowych na stopie Ti-6Al-7Nb, uzyskanych metodą utleniania izotermicznego, korzystnie wpłynęła na poprawę charakterystyk odporności korozyjnej. Ponadto stwierdzono, że stop Ti-6Al-7Nb po utlenianiu charakteryzował się mniejszą podatnością na korozję wżerową oraz wykazywał zdolność do tworzenia hydroksyapatytu (HAp) po zanurzeniu w symulowanym płynie ustrojowym (SBF).

W kolejnym etapie badań eksperymentalnych określono charakterystyki morfologiczne, mikromechaniczne i tribologiczne stopu Ti-6Al-4V ELI przed i po utlenianiu izotermicznym. Stop Ti-6Al-4V ELI poddano utlenianiu w temperaturach 575°C, 625°C oraz 675°C w czasie 50 h (w publikacji A9 stosowano skalę Kelwina). Parametry utleniania dobrano na podstawie badań wstępnych (kinetyki utleniania). Analiza zmian wielkości i liczby ziaren tlenków w funkcji temperatury utleniania pozwoliła na określenie mechanizmu tworzenia się warstw tlenkowych na stopie Ti-6Al-4V ELI. Podczas utleniania w temperaturze 575°C, w wyniku absorpcji cząsteczek tlenu z atmosfery, na powierzchni stopu Ti-6Al-4V ELI konstituowały się małe ziarna tlenków o zwartej strukturze. Ze względu na niską intensywność procesu utleniania, tworząca się warstwa tlenkowa pokrywała w całości powierzchnię stopu Ti-6Al-4V ELI, lecz w sposób nierównomierny. W badaniach mikroskopowych wykazano obecność skupisk cząstek tlenków o nieregularnych kształtach. Poza tymi obszarami obserwowano występowanie bardzo drobnych cząstek tlenków. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem temperatury utleniania małe ziarna tlenków poddane zostały procesowi wzrostu i tworzyły się w ten sposób duże ziarna. Proces utleniania realizowany w temperaturach 625°C i 675°C pozwolił również na uzyskanie lepszego stopnia równomierności pokrycia powierzchni stopu Ti-6Al-4V ELI warstwami tlenkowymi [A9].

Na podstawie przebiegu krzywych indentacji wyznaczono pracę odkształcenia całkowitego W_{total} oraz jej składowe (pracę odkształcenia plastycznego W_{plast} oraz pracę odkształcenia sprężystego W_{elast}). Proces utleniania izotermicznego przyczynił się do wzrostu twardości stopu Ti-6Al-4V ELI, co z kolei zwiększyło jego odporność na odkształcenia (spadek wartości całkowitej pracy indentacji W_{total}). Wykazano, że wartość parametru W_{total} zmniejszała się wraz ze wzrostem temperatury utleniania (spadek o ok. 10-22% w porównaniu do materiału w stanie dostawy). Podobną tendencję zaobserwowano w przypadku pracy odkształcenia plastycznego W_{plast} (max. spadek o ok. 33%). Stwierdzono natomiast, że proces utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-4V ELI realizowany w temperaturach 575°C oraz 625°C prowadził do wzrostu wartości pracy odkształcenia sprężystego W_{elast} (max. wzrost o ok. 32%). Jedynie po utlenianiu w temperaturze 675°C zaobserwowano spadek wartości parametru W_{elast} , co mogło być związane z wytworzeniem warstwy tlenkowej o wysokiej twardości i tym samym mniejszej podatności do odkształceń sprężystych. Podobną zależność wykazano w przypadku procentowego udziału pracy odkształcenia sprężystego η_{IT} [A9].

Testy tribologiczne stopu Ti-6Al-4V ELI w stanie dostawy oraz po utlenianiu izotermicznym wykonano w warunkach tarcia suchego oraz w styku smarowanym (roztwór Ringera). Testy realizowano w ruchu posuwisto-zwrotnym liniowym. W charakterze przeciwpróbek zastosowano kulki o średnicy 6 mm wykonane z tlenku cyrkonu (ZrO_2). Na podstawie wyników testów tribologicznych przeprowadzonych w warunkach tarcia suchego wykazano, że stop Ti-6Al-4V ELI w stanie dostawy charakteryzował się najmniejszą odpornością na zużycie ściernie. Po utlenianiu izotermicznym stwierdzono wyraźną poprawę charakterystyk tribologicznych. Wykazano, że odporność tribologiczna stopu Ti-6Al-4V ELI zwiększała się wraz ze wzrostem temperatury utleniania. Największą odpornością na ścieranie charakteryzowała się warstwa tlenkowa wytworzona w temperaturze 675°C (redukcja zużycia objętościowego o ok. 78% w porównaniu do materiału w stanie dostawy). W warunkach smarowania (roztwór Ringera) uzyskano dalszą poprawę charakterystyk tribologicznych. Dla stopu Ti-6Al-4V ELI w stanie nieutlenionym zaobserwowano znaczącą redukcję zużycia objętościowego (o ok. 50%) w porównaniu do eksperymentu prowadzonego w warunkach tarcia suchego. Po utlenianiu izotermicznym stopu Ti-6Al-4V ELI odporność na zużycie ściernie w styku smarowanym zwiększała się również wraz ze wzrostem temperatury utleniania. Jednak w porównaniu do testów w styku suchym, stwierdzono znacznie większy stopień redukcji zużycia dla każdego analizowanego wariantu temperaturowego. Po utlenianiu stopu Ti-6Al-4V ELI w temperaturach 575°C i 625°C zużycie objętościowe było niższe o ok. 50% w porównaniu do testów bez smarowania. W testach tribologicznych realizowanych na

próbkach utlenionych w temperaturze 675°C wykazano mniejszą redukcję zużycia w porównaniu do testów w styku suchym (o ok. 30%). Był to najlepszy wynik spośród wszystkich badanych próbek. Proces utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-4V ELI wpłynął również korzystnie na redukcję zużycia kulek ZrO₂ [A9].

Poprawa właściwości tribologicznych stopu Ti-6Al-4V ELI po utlenianiu izotermicznym związana była z uformowaniem się twardych warstw tlenkowych o specyficznych właściwościach tribologicznych. Podstawowym składnikiem w tego typu warstwach był tlenek TiO₂ cechujący się wysoką twardością oraz odpornością na ścieranie. Obecność warstw tlenkowych prowadziła do ograniczenia odkształcenia plastycznego, a tym samym do zmniejszenia objętości materiału usuniętego w wyniku tarcia. Ponadto warstwy tlenkowe wytworzone na powierzchni stopu Ti-6Al-4V ELI pełniły rolę bariery ochronnej, która redukowała bezpośredni kontakt współpracujących tribologicznie materiałów. Kolejnym czynnikiem wpływającym na redukcję zużycia była niższa skłonność do adhezji po utlenianiu, co zmniejszyło ryzyko spawania na zimno podczas kontaktu tribologicznego. Z kolei poprawa charakterystyk tribologicznych po testach w roztworze Ringera związana była z obecnością dodatkowego medium, które przyczyniło się do utworzenia filmu smarowego pomiędzy współpracującymi powierzchniami. W ten sposób utworzyła się cienka warstwa, która rozdzielała elementy tworzące węzeł tarcia (Ti-6Al-4V ELI—ZrO₂), jednocześnie redukując ich bezpośredni kontakt [A9].

W oparciu o wyniki badań stwierdzono, że współczynnik tarcia statycznego μ_s oraz dynamicznego μ_d podczas testów tribologicznych zarówno w styku suchym jak i smarowanym (roztwór Ringera) osiągał wysokie wartości, co nie przełożyło się na wzrost intensywności zużycia. Wyniki testów tribologicznych stopu Ti-6Al-4V ELI dla stanu nieutlenionego wykazały, że współczynnik tarcia statycznego μ_s w styku niesmarowanym był relatywnie wysoki i wynosił ok. 1,7. Proces utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-4V ELI w temperaturze 575°C pozwolił na obniżenie wartości współczynnika tarcia pary trącej do 1,4, co związane było z utworzeniem cienkiej warstwy tlenkowej (działającej jak smar stały) charakteryzującej się niską chropowatością powierzchni. Podwyższenie temperatury utleniania do 625°C i 675°C skutkowało ponownym wzrostem wartości współczynnika tarcia statycznego μ_s do ok. 1,8. Wzrost wartości współczynnika μ_s związany był ze wzrostem chropowatości powierzchni warstw tlenkowych. Po przeprowadzeniu testów w roztworze Ringera, uzyskano zbliżone wartości współczynnika tarcia statycznego μ_s , co wskazuje na podobne mechanizmy współpracy tribologicznej jak przy tarcu suchym [A9].

Współczynnik tarcia dynamicznego μ_d osiągał niższe wartości niż współczynnik tarcia statycznego μ_s , co jest typowe po przełamaniu statycznego oporu tarcia. Współczynnik μ_d pary ciernej Ti-6Al-4V ELI (nieutleniony)—ZrO₂ podczas testów w styku suchym wynosił ok. 1,0. Po utlenianiu w temperaturze 575°C stwierdzono obniżenie wartości współczynnika tarcia dynamicznego μ_d do ok. 0,8. Otrzymane wyniki badań wskazują na synergistyczne oddziaływanie warstwy tlenkowej o niskiej chropowatości powierzchni na obniżenie wartości współczynnika tarcia dynamicznego μ_d . Po utlenianiu w temperaturach 625°C i 675°C współczynnik tarcia dynamicznego μ_d wzrósł odpowiednio do wartości 1,3 i 1,5, co podobnie jak przy tarciu statycznym, związane było ze wzrostem chropowatości powierzchni stopu Ti-6Al-4V ELI. W badaniach nie stwierdzono wpływu roztworu Ringera na obniżenie wartości współczynnika tarcia dynamicznego μ_d [A9].

Najważniejszym osiągnięciem z tego obszaru prac eksperymentalnych było wykazanie, że proces utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-4V ELI umożliwia wytworzenie warstw tlenkowych o korzystnych charakterystykach mikromechanicznych i tribologicznych. Po utlenianiu stopu Ti-6Al-4V ELI stwierdzono, że wartość całkowitej pracy indentacji W_{total} uległa obniżeniu, co wskazuje na wzrost odporności na odkształcenia. Jednocześnie wykazano, że proces utleniania realizowany w temperaturach 575°C i 625°C prowadził do wzrostu wartości pracy odkształcenia sprężystego W_{elast} . Stwierdzono, że obecność warstw tlenkowych prowadziła do ograniczenia odkształcenia plastycznego, a tym samym do zmniejszenia objętości materiału usuniętego w wyniku tarcia. W warunkach smarowania (roztwór Ringera) otrzymano lepsze rezultaty badań tribologicznych w porównaniu do testów prowadzonych w styku suchym (redukcja zużycia objętościowego większa o ok. 30-50%).

W ramach prowadzonych prac badawczych opracowano również modyfikację metody utleniania izotermicznego. Zastosowana procedura polegała na utlenianiu tytanu Grade 2 oraz stopu Ti-6Al-7Nb w 6-godzinnych etapach (cyklach) utleniania. Po zakończeniu każdego etapu proces utleniania był przerywany (próbki wyciągano z pieca i chłodzono na powietrzu). Celem opracowanej modyfikacji było otrzymanie w procesie utleniania cyklicznego warstw tlenkowych o większej grubości i twardości zarówno na tytanie Grade 2 jak i biomedycznym stopie Ti-6Al-7Nb.

Proces utleniania cyklicznego tytanu Grade 2 realizowano w temperaturach 600°C, 650°C oraz 700°C, natomiast stop Ti-6Al-7Nb utleniano cyklicznie w 600°C, 700°C i 800°C. Parametry procesu dobrano uwzględniając różnice w intensywności utleniania badanych materiałów. Proces utleniania cyklicznego realizowano w 12 cyklach. Czas wygrzewania dla

1 cyklu wynosił 6 h, a całkowity czas utleniania 72 h (czas utleniania był identyczny jak w przypadku utleniania izotermicznego). Stwierdzono, że wytworzone w ten sposób warstwy tlenkowe charakteryzowały się ciągłością powierzchni oraz zróżnicowaną morfologią, zależną od temperatury utleniania i liczby cykli. W badaniach kinetyki utleniania cyklicznego wykazano, że na intensywność przyrostu masy większy wpływ miała temperatura niż liczba cykli. Największą intensywność procesu utleniania tytanu Grade 2 stwierdzono w temperaturze 700°C [A10]. Z kolei stop Ti-6Al-7Nb najintensywniej utleniał się w temperaturze 800°C. Proces utleniania stopu Ti-6Al-7Nb przerwano jednak po 4. cyklu (po 24 h) ze względu na pogarszającą się jakość warstwy tlenkowej. Podobnego zjawiska nie zaobserwowano podczas utleniania izotermicznego [A11].

Proces utleniania cyklicznego przyczynił się do uzyskania większych wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p w porównaniu do metody utleniania izotermicznego. Obliczone wartości stałej K_p skorelowano następnie z temperaturą przy wykorzystaniu równania Arrheniusa. Energia aktywacji procesu utleniania cyklicznego tytanu Grade 2 wynosiła 205,3 kJ/mol i była niższa w porównaniu do utleniania izotermicznego (278,0 kJ/mol) [A10]. Należy jednak podkreślić, że obliczenia energii aktywacji procesu utleniania izotermicznego i cyklicznego prowadzono w innych przedziałach temperaturowych. Z kolei energia aktywacji procesu utleniania cyklicznego stopu Ti-6Al-7Nb wynosiła 175,4 kJ/mol [A11].

W badaniach wykazano, że proces utleniania cyklicznego umożliwił wytworzenie warstw tlenkowych o większej grubości. Po utlenianiu cyklicznym tytanu Grade 2 w temperaturze 600°C (12 cykli) otrzymano warstwę tlenkową o grubości 2,12 μm . Grubość tej warstwy była większa o ok. 0,75 μm w porównaniu do utleniania izotermicznego. Po 12 cyklach utleniania w temperaturze 700°C otrzymano warstwę tlenkową o kilkukrotnie większej grubości wynoszącej 9,45 μm (o ok. 57% większa grubość zgorzeliny w porównaniu do metody utleniania izotermicznego). Po utlenianiu cyklicznym stopu Ti-6Al-7Nb (12 cykli) w temperaturze 600°C otrzymano warstwę tlenkową o 2-krotnie większej grubości (0,44 μm), a w temperaturze 700°C grubość wytworzonej warstwy zwiększyła się o ok. 55% (1,63 μm) w porównaniu z procesem utleniania izotermicznego [A10, A11].

Badania składu fazowego po utlenianiu cyklicznym tytanu Grade 2 wykazały, że niezależnie od temperatury utleniania, warstwy były uformowane jedynie z rutylu [A10]. Skład fazowy warstw tlenkowych wytworzonych na stopie Ti-6Al-7Nb był bardziej złożony. Po utlenianiu w temperaturach 600°C i 700°C wykazano obecność trzech faz: α -Ti, TiO_2 (rutyl)

oraz Al_2O_3 . Tlenek Al_2O_3 miał tendencję do tworzenia się w pobliżu podłoża, natomiast rutyl obserwowano głównie w części zewnętrznej warstwy [A11].

Najważniejszym osiągnięciem z tego obszaru prac badawczych było wykazanie, że na intensywność utleniania większy wpływ miała temperatura niż liczba cykli. Stwierdzono, że proces utleniania cyklicznego przyczynił się do uzyskania warstw tlenkowych o zwiększonej grubości. Po utlenianiu w warunkach cyklicznych uzyskano również większe wartości stałej parabolicznej szybkości utleniania K_p w porównaniu do metody utleniania izotermicznego.

4.2.3. Podsumowanie

Podstawowy kierunek mojej działalności naukowo-badawczej koncentrował się na zagadnieniach poprawy trwałości eksploatacyjnej tytanu i jego stopów o charakterze wielofunkcyjnym, obejmującym charakterystyki strukturalne, mechaniczne, adhezyjne, korozyjne i tribologiczne. Uzyskane wyniki badań wykazały w pełni zasadność wykorzystania procesów utleniania izotermicznego i cyklicznego jako metod modyfikacji warstwy wierzchniej materiałów tytanowych.

Podjęcie wybranego tematu badawczego wynikało z przesłanek inżynierskich i medycznych oraz szerokiej analizy literatury dotyczącej problematyki trwałości eksploatacyjnej tytanu i jego stopów. Jak powszechnie wiadomo, materiały te cechują się relatywnie słabymi właściwościami tribologicznymi, ale jednocześnie skłonnością do intensywnego utleniania w temperaturze powyżej 500°C , co można pozytywnie wykorzystać w celu poprawy właściwości użytkowych tytanu i jego stopów. Celem badań było poszerzenie istniejącego stanu wiedzy o zjawiskach zachodzących podczas utleniania tytanu i jego stopów oraz poszukiwanie nowych związków i zależności pomiędzy strukturą, a właściwościami wytworzonych warstw tlenkowych. Wytworzenie warstw tlenkowych na tytanie i jego stopach o określonej morfologii i składzie fazowym, kontrolowanej topografii powierzchni oraz zwiększonej odporności na zużycie ścierne i korozję, miało szczególne znaczenie zarówno pod względem poznawczym, jak i użytkowym. Uzyskane wyniki badań mogą przyczynić się do zwiększenia trwałości zarówno biomateriałów przeznaczonych na implanty, jak i elementów konstrukcyjnych wykorzystywanych w technice.

W badaniach wykazano, że zmieniając odpowiednio parametry technologiczne utleniania izotermicznego i cyklicznego otrzymywać można warstwy tlenkowe na tytanie Grade 2 oraz biomedycznych stopach Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI, które charakteryzują się zróżnicowaną grubością, twardością i morfologią powierzchni. Co istotne, wykazano, że wraz

ze wzrostem temperatury utleniania następuje zwiększenie ciągłości pokrycia, a tworzące się cząstki tlenków charakteryzowały się bardziej rozwiniętą powierzchnią. Uzyskano kilkukrotne zwiększenie twardości warstwy wierzchniej, co skutkowało znaczną poprawą charakterystyk tribologicznych. Wykazano, że poprzez wytworzenie warstw tlenkowych na materiałach tytanowych w procesie utleniania izotermicznego można uzyskać znaczną redukcję zużycia liniowego (pary trącej) i objętościowego. Obecność warstw tlenkowych prowadziła do redukcji zużycia ściernego nawet o ponad 90%. W badaniach wykazano istnienie związku pomiędzy adhezją, a właściwościami tribologicznymi otrzymanych warstw tlenkowych. Stwierdzono, że warstwy o najlepszej adhezji charakteryzowały się jednocześnie najlepszą odpornością na zużycie ściernie. Na podstawie analizy izometrycznych obrazów 3D powierzchni tarcia, wykazano, że obecność warstw tlenkowych na tytanie Grade 2 oraz stopie Ti-6Al-7Nb znacząco wpłynęła na wielkość i charakter śladów zużycia. Stwierdzono, że wraz ze wzrostem temperatury utleniania ślady zużycia miały mniejszą powierzchnię przekroju poprzecznego oraz cechowały się występowaniem łagodniejszych rys na powierzchni tarcia. **Należy wskazać, że w wyniku przeprowadzonych prac badawczych, po raz pierwszy w literaturze wykazano, że warstwy tlenkowe otrzymane na powierzchni stopu Ti-6Al-7Nb skutecznie eliminują niekorzystne zjawisko zużycia falistego.** Po utlenianiu izotermicznym stopu Ti-6Al-7Nb stwierdzono również poprawę charakterystyk odporności korozyjnej. Ponadto wykazano, że utleniony stop Ti-6Al-7Nb posiadał zdolność do tworzenia hydroksyapatytu (HAp) po zanurzeniu w symulowanym płynie ustrojowym (SBF). Zastosowane parametry procesu utleniania izotermicznego stopu Ti-6Al-4V ELI umożliwiły wytworzenie warstw tlenkowych o ulepszonych charakterystykach mikromechanicznych i tribologicznych. Po utlenianiu stopu Ti-6Al-4V ELI stwierdzono redukcję całkowitej pracy indentacji (W_{total}), co wskazuje na wzrost odporności materiału na odkształcenia. Obecność warstw tlenkowych na powierzchni stopu Ti-6Al-4V ELI przyczyniła się tym samym do zmniejszenia zużycia objętościowego. Testy tribologiczne w styku smarowanym (roztwór Ringera) wykazały większą redukcję zużycia objętościowego w porównaniu do testów w styku suchym (o ok. 30-50%).

Przeprowadzone badania dowiodły, że zastosowanie odpowiednio dobranych parametrów utleniania poprawiło właściwości użytkowe tytanu i jego stopów, co przełożyło się na poszerzenie możliwości ich praktycznego zastosowania zarówno w technice, jak i medycynie.

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

Przed uzyskaniem stopnia doktora

W 1998 roku rozpocząłem studia magisterskie na Politechnice Śląskiej na ówczesnym Wydziale Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, na kierunku: Inżynieria Materiałowa. Studia ukończyłem w 2003 roku broniąc pracę magisterską pt. „*Technologia wytwarzania powłok zanurzeniowych w kąpielach 55% Al-Zn*” wykonaną pod kierunkiem dr. inż. Jacka Mendali. Celem pracy było określenie wpływu szybkości chłodzenia na budowę i grubość wytworzonych powłok cynkowo-aluminiowych. Realizacja pracy magisterskiej przyczyniła się do zdobycia praktycznego doświadczenia z zakresu doboru składu kąpeli do metalizacji, procesu przygotowania powierzchni, opracowania parametrów technologicznych procesu wytwarzania oraz budowy otrzymanych powłok.

Po ukończeniu studiów magisterskich odbyłem 8-miesięczny staż w Katedrze Transportu Szynowego na Wydziale Transportu Politechniki Śląskiej [Zał. 4, pkt II.6, poz. 3/Zał. 8.01]. Podczas stażu naukowego poszerzyłem wiedzę z zakresu infrastruktury kolejowej, konstrukcji oraz eksploatacji pojazdów szynowych, a także materiałów inżynierskich stosowanych w kolejowym systemie transportowym. Ponadto wykorzystałem zaawansowane narzędzia symulacyjne w obliczeniach układu koło-szyna oparte na metodach numerycznych. Opracowałem parametry i warunki niezbędne w modelowaniu interakcji układu koło-rozjazd kolejowy z zastosowaniem metody elementów skończonych (MES). Oprócz tego wykorzystałem systemy komputerowego wspomagania projektowania w procesie weryfikacji elementów konstrukcji rozjazdów. Brałem także udział w pracach naukowo-badawczych realizowanych dla przemysłu. Efektem odbytego stażu oprócz zdobytego doświadczenia i wiedzy były publikacje naukowe [Zał. 4, pkt II.12.2, poz. 1-8, 10, 11 (przed uzyskaniem stopnia doktora)]. W 2005 roku rozpocząłem studia doktoranckie na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej z zakresu „nowych materiałów i technologii w budowie maszyn”. W tym samym roku rozpocząłem badania do pracy doktorskiej. Prace eksperymentalne prowadziłem na Wydziale Transportu oraz Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej. W trakcie badań koncentrowałem się głównie nad kształtowaniem morfologii perlitu w stali wysokowęglowej R260 w procesie wyżarzania izotermicznego. Tematyka pracy miała interdyscyplinarny charakter naukowy obejmujący

zagadnienia z zakresu inżynierii materiałowej, transportu szynowego, a także modelowania numerycznego przy wykorzystaniu metody elementów skończonych.

W ramach realizacji pracy doktorskiej pozyskałem grant promotorski pt. *„Wpływ morfologii perlitu na odporność na zużycie ścierne kształowników klockowych stosowanych w rozjazdach kolejowych”* nr NN 507446333. Projekt został zakończony w 2009 roku [Zał. 4, pkt II.4].

W badaniach określiłem temperatury przemian fazowych A_{c1} i A_{c3} podczas nagrzewania oraz temperatury A_{r3} i A_{r1} podczas chłodzenia stali R260. Na tej podstawie dobrałem parametry procesu wyżarzania izotermicznego. Następnie określiłem związki pomiędzy strukturą materiału, a w szczególności morfologią perlitu i czynnikami eksploatacyjnymi takimi jak obciążenie i poślizg, co w konsekwencji pozwoliło lepiej prognozować zużycie krzyżownic rozjazdów kolejowych (kształowników klockowych) w warunkach tarcia toczno-ślizgowego. Ponadto posługując się metodami numerycznymi wyznaczyłem rozkłady obciążenia dynamicznego podczas przejazdu pojazdu szynowego przez rozjazd zwyczajny przy wykorzystaniu programu Universal Mechanism. Przeprowadziłem również badania numeryczne rozkładu naprężeń kontaktowych w systemie koło-rozjazd, wykorzystując program MSC Marc oparty na metodzie elementów skończonych.

Uzyskane wyniki stały się podstawą do opracowania rozprawy doktorskiej pt. *„Wpływ morfologii perlitu w stali na odporność na zużycie ścierne kształowników klockowych stosowanych w rozjazdach kolejowych”*. Promotorem pracy był dr hab. inż. Jerzy Herian, prof. PŚ. Stopień doktora nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa uzyskałem 17 listopada 2009 roku na podstawie uchwały Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej. Głównym osiągnięciem przedstawionym w pracy doktorskiej było opracowanie wytycznych do ustalenia warunków i technologii wytwarzania kształowników klockowych o określonej strukturze perlitycznej i właściwościach, gwarantujących zwiększoną odporność na ścieranie w warunkach występujących w eksploatacji rozjazdów kolejowych.

Zdobytą wiedzę wykorzystałem przy współpracy z innymi ośrodkami naukowymi, w zakresie:

- badań dylatometrycznych mających na celu określenie temperatury przemian fazowych przy nagrzewaniu i chłodzeniu stali,
- kształtowania morfologii perlitu w stali,
- pomiarów cech morfologicznych perlitu,

- modelowania numerycznego rozkładu naprężeń kontaktowych,
- modelowania numerycznego zjawisk dynamicznych podczas przejazdu pojazdu szynowego przez tor i rozjazd kolejowy,
- badań parametrów geometrycznych torów kolejowych,
- pomiarów zużycia kształtowników szynowych w warunkach eksploatacyjnych.

W okresie realizacji pracy doktorskiej brałem udział w licznych szkoleniach oraz pracach badawczych i ekspertyzach dla przemysłu prowadzonych w Katedrze Transportu Szynowego Politechniki Śląskiej [Zał. 4, pkt III.5].

Najważniejsze osiągnięcia z działań naukowo-badawczych przed uzyskaniem stopnia naukowego doktora zostały opublikowane w 12 artykułach naukowych. Uzyskane wyniki badań zaprezentowałem w formie 6 referatów na międzynarodowych i krajowych konferencjach naukowych [Zał. 4, pkt II.2].

Po uzyskaniu stopnia doktora

Po uzyskaniu stopnia doktora nauk technicznych zostałem zatrudniony w Instytucie Nauki o Materiałach na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego, gdzie od 2010 roku do dzisiaj pracuję na stanowisku adiunkta. Początkowo pracowałem w Zakładzie Polimerów i Technologii Materiałów, a następnie w Zakładzie Technologii Materiałów Inżynierskich. W pierwszym okresie pracy kontynuowałem prace badawcze związane kształtowaniem morfologii perlitu w stalach wysokowęglowych pod kątem uzyskania korzystnych charakterystyk mechanicznych i tribologicznych. Wraz z zespołem naukowców z Politechniki Śląskiej brałem udział w realizacji projektu naukowo-badawczego PBU-70/RM2/2011 pt. „*Oddziaływanie struktury na właściwości stali węglowo-manganowej w rozjazdach kolejowych odpornych na zużycie ścierne i zmęczeniowe*”, w charakterze głównego wykonawcy [Zał. 4, pkt II.4]. W ramach prac projektowych określiłem parametry morfologiczne perlitu dla różnych wariantów procesu wyżarzania izotermicznego [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 28]. Ponadto zbudowałem model rozjazdu i wyznaczyłem obciążenia podczas przejazdu pojazdu szynowego przez rozjazd zwyczajny i krzyżowy metodą numeryczną. Na podstawie wyników modelowania numerycznego dobrałem wartości poślizgu i nacisków Hertza w badaniach tribologicznych na stanowisku Amslera. Uzyskane wyniki umożliwiły opracowanie zależności zmiany wielkości zużycia ściernego w funkcji parametrów opisujących morfologię perlitu oraz czynników eksploatacyjnych. W ramach prowadzonych prac badawczych wykonałem również badania numeryczne rozkładu naprężeń kontaktowych i zredukowanych w systemie koło-rozjazd przy wykorzystaniu metody elementów skończonych.

Uczestniczyłem również w charakterze wykonawcy w realizacji projektu badawczo-wdrożeniowego INNOTECH-K1/IN1/46/157239/NCBR/12 realizowanego przez konsorcjum: Uniwersytet Śląski, Politechnika Warszawska, MIKROHUTA oraz BPH "MIKROMED" Sp. z o.o. w Dąbrowie Górniczej [Zał. 4, pkt II.10]. Celem projektu było wprowadzenie na rynek polski produkcji stopów NiTi z pamięcią kształtu oraz przygotowanie wdrożenia prototypowych implantów z tych stopów do konkretnych zastosowań biomedycznych. Do moich zadań w projekcie należało przeprowadzenie testów mechanicznych półwyrobów przeznaczonych na implanty medyczne oraz analiza wyników badań.

Równolegle z badaniami prowadzonymi w ramach grantów wykonywałem również pomiary zużycia ściernego krzyżownic podwójnych rozjazdów krzyżowych w warunkach eksploatacyjnych oraz uczestniczyłem w badaniach związanych z określeniem wpływu stopnia przerobu wlewką ciągłego na jednorodność własności prętów walcowanych na gorąco. Ponadto we współpracy z Wydziałem Transportu Politechniki Śląskiej opracowałem metodykę i sposoby weryfikacji obliczeń naprężeń kontaktowych w systemie koło-szyna, które decydują o trwałości i bezpieczeństwie transportu kolejowego. W ramach realizowanych prac badawczych skupiłem się na problemach dotyczących teorii Hertza, której stosowanie jest ograniczone tylko do odkształceń sprężystych materiału. W celu rozwiązania tego problemu zaproponowałem wykorzystanie metody elementów skończonych, która umożliwiła wyeliminowanie ograniczeń teorii Hertza i przyjęcie w obliczeniach materiału o charakterystyce sprężysto-plastycznej. Następnie oszacowałem błędy obliczeń numerycznych w programie MSC Marc oraz wykonałem płaskie i przestrzenne modele testowe. W kolejnym etapie prac porównałem wyniki obliczeń numerycznych z obliczeniami analitycznymi. Na podstawie wykonanej analizy określiłem wpływ parametrów siatki elementów skończonych na błąd obliczeń naprężeń kontaktowych oraz dobrałem odpowiednie parametry siatki tak, aby błąd obliczeń numerycznych był najmniejszy. W dalszej kolejności określiłem wpływ charakterystyki materiału na wielkość naprężeń kontaktowych występujących na styku koła i szyny [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 29]. W ramach współpracy z Wydziałem Transportu Politechniki Śląskiej prowadziłem również badania w zakresie numerycznego modelowania rozkładu naprężeń kontaktowych oraz fizycznego modelowania zużycia ściernego w systemie koło-krzyżownica tramwajowa. Efektem tej współpracy była publikacja w renomowanym czasopiśmie *Wear* (2015) za 35 punktów (obecnie 200 pkt) [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 27]. Moja dalsza współpraca z Wydziałem Transportu i Inżynierii Lotniczej (aktualna nazwa wydziału) Politechniki Śląskiej skupiała się na zagadnieniach związanych z modyfikacją powierzchni zderzaków kolejowych. Podstawowym celem badań

było zwiększenie trwałości eksploatacyjnej zderzaków kolejowych poprzez pokrycie ich powierzchni powłokami z brązu aluminium i manganowego metodą napawania laserowego. Zastosowana nowatorska metoda, pozwoliła na całkowite wyeliminowanie tradycyjnego sposobu pokrywania powierzchni zderzaków smarem grafitowym. W badaniach wykazałem, że zastosowanie powłoki z brązu aluminium pozwala na znaczące zmniejszenie zużycia ściernego w stosunku do powierzchni niepokrytej powłoką (zużycie mniejsze o ok. 89,36 %). Wartości te pozwoliły na poczynienie założenia, że obecnie stosowana metoda zabezpieczania tarcz zderzaków przed zużyciem ściernym może zostać zastąpiona nową, pozbawioną wad metody stosowanej do tej pory. Efekty współpracy z Politechniką Śląską zostały docenione przez międzynarodowe grono ekspertów poprzez opublikowanie uzyskanych rezultatów w renomowanym czasopiśmie naukowym *Wear* (2020) za 200 pkt (wg listy MNiSW w roku opublikowania artykułu) [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 13].

W ramach prac badawczych prowadzonych w Instytucie Nauki o Materiałach, uczestniczyłem również w badaniach nad ograniczeniem kruchości środowiskowej aluminidków żelaza. Badania te związane były z ograniczeniem oddziaływania wodoru, który inicjuje kruche pękanie i tym samym przedwczesne niszczenie intermetali. Brałem udział w wytwarzaniu i badaniach ochronnej warstwy tlenkowej na powierzchni stopu na podstawie fazy FeAl, która skutecznie przyczyniła się do zmniejszenia efektu kruchości środowiskowej i poprawiła tym samym właściwości plastyczne badanego stopu [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 24]. Ponadto aktywnie uczestniczyłem w dwóch innych projektach badawczych realizowanych w Instytucie Nauki o Materiałach. Pierwszy projekt dotyczył opracowania skutecznej metody kształtowania struktury i właściwości stopów magnezu Mg-Y-Nd-Zr z potencjalnym zastosowaniem w medycynie. W badaniach eksperymentalnych określono zmiany mikrostruktury, właściwości mechanicznych i tribologicznych zachodzące w wyniku utwardzania wydzieleniowego stopów magnezu. Wykazano, że zarówno temperatura zastosowanego chłodziwa podczas przesycania jak i czas starzenia wpływały w znaczący sposób na właściwości mechaniczne badanego stopu magnezu. Ponadto stwierdzono, że zmiany właściwości mechanicznych w wyniku starzenia wpłynęły korzystnie na poprawę charakterystyk tribologicznych [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 20]. W dalszych pracach eksperymentalnych określono wpływ głębokiej obróbki kriogenicznej i utwardzania wydzieleniowego na strukturę oraz właściwości mikromechaniczne i tribologiczne stopu Mg-Y-Nd-Zr. Wynikiem prowadzonych prac badawczych była kolejna publikacja w wysoko notowanym czasopiśmie naukowym *Wear* (2021) za 200 pkt (wg listy MEiN w roku opublikowania artykułu) [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 7]. Drugi z realizowanych projektów

badawczych dotyczył określenia wpływu napromieniowania strumieniem elektronów na właściwości termiczne, mechaniczne i tribologiczne politetrafluoroetyleny oraz jego kompozytów. W badaniach eksperymentalnych wykazano, że zmiana budowy polimeru wywołana przez zaabsorbowaną dawkę strumienia elektronów spowodowała liniowy, proporcjonalny do pochłoniętej dawki napromieniowania wzrost twardości, co skutkowało znacznym ograniczeniem zużycia liniowego [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 17, 23]. Brałem również udział w pracach naukowo-badawczych nad opracowaniem nowego wyrobu elastomerowego, przeznaczonego do wytwarzania materiałów barierowych wykorzystywanych w sektorze medycznym, finansowanych w ramach Programu Operacyjnego Inteligentny Rozwój 2014–2020 [Zał. 4, pkt II.9, poz. 3]. Realizowany projekt dotyczył opracowania nowego składu i technologii wytwarzania, stanowiącej podstawę do wyrobu rękawic medycznych o ulepszonych właściwościach fizyko-mechanicznych. W ramach prowadzonych prac badawczych określiłem właściwości mechaniczne zaprojektowanych tworzyw elastomerowych w statycznej próbie rozciągania oraz przeprowadziłem analizę uzyskanych wyników. Obecnie wraz z zespołem naukowców z mojej macierzystej jednostki biorę udział w badaniach nad opracowaniem nowych trójskładnikowych stopów Zr-Nb-Mo do zastosowań biomedycznych wytwarzanych metodą metalurgii proszków oraz próżniowego topienia łukowego. W dotychczasowych pracach eksperymentalnych wykazano, że wzrost zawartości molibdenu sprzyjał tworzeniu się bardziej jednorodnej mikrostruktury, a ponadto przyczynił się do poprawy właściwości mikromechanicznych i tribologicznych stopu Zr-Nb-Mo [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 1].

W 2021 roku odbyłem miesięczny staż na Politechnice Wrocławskiej w Katedrze Podstaw Konstrukcji Maszyn i Układów Mechatronicznych [Zał. 4, pkt II.6, poz. 2/Zał. 8.02]. Podczas stażu zapoznałem się pod nadzorem wykwalifikowanej kadry laboratorium z metodyką badań oraz możliwościami pomiarowymi urządzeń. W ramach badań prowadzonych przez zespół badawczy, którym kieruję, przeprowadziłem również część testów mechanicznych i tribologicznych stopów tytanu oraz magnezu. Jednym z rezultatów stażu są dwie publikacje naukowe opublikowane w czasopiśmie Materials [Zał. 4, pkt I, poz. A7/pkt II.12.1, poz. 10]. Natomiast w 2024 roku odbyłem staż naukowy w Katedrze Technologii Materiałowych Politechniki Śląskiej, w ramach którego zdobyłem zaawansowaną wiedzę i praktyczne umiejętności związane z technologią prowadzenia wytopów metali i stopów [Zał. 4, pkt II.6, poz. 1/Zał. 8.03]. Podczas stażu uczestniczyłem w realizacji procesu wytapiania metali i ich stopów w indukcyjnym piecu próżniowym. Brałem udział w doborze odpowiednich tygli i form odlewniczych oraz przygotowywaniu wsadów do wytopu.

Opracowywałem optymalne temperatury wytapiania i odlewania, a także prowadziłem procesy w próżni i atmosferze ochronnej.

W ramach mojej działalności naukowej nawiązałem również współpracę z innymi jednostkami, takimi jak: Politechnika Częstochowska, Politechnika Rzeszowska, Akademia Górniczo-Hutnicza oraz Instytut Metalurgii Żelaza. Efektem ww. współpracy były publikacje naukowe, prace naukowo-badawcze oraz wymiana wiedzy i doświadczeń. Moja współpraca obejmowała nie tylko obszar ściśle związany z inżynierią materiałową, ale również dotyczyła archeologii, co było możliwe dzięki współpracy z Uniwersytetem Humanistyczno-Przyrodniczym im. Jana Długosza w Częstochowie. Prowadzone przeze mnie badania dotyczyły określenia właściwości mechanicznych nałokcicy z końca XIV i początku XV wieku, znalezionej na Zamku w Ogródzieńcu [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 18] oraz fragmentów lekkiej armaty wykonanej ze stopu miedzi pochodzącej z Grodna [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 12].

Moją główną tematyką badawczą realizowaną po uzyskaniu stopnia naukowego doktora było kształtowanie struktury i właściwości warstw tlenkowych na tytanie Grade 2 oraz biomedycznych stopach Ti-6Al-7Nb i Ti-6Al-4V ELI w procesach utleniania izotermicznego i cyklicznego. Realizacja badań w tym zakresie była możliwa dzięki projektom dedykowanym dla młodych naukowców. W okresie po doktoracie dwukrotnie byłem kierownikiem takich projektów [Zał. 4, pkt II.4].

W wyniku prowadzonych przeze mnie prac eksperymentalnych uzyskano na badanych materiałach warstwy tlenkowe o optymalnych właściwościach mechanicznych, adhezyjnych, korozyjnych i tribologicznych, które w znaczącym stopniu pozwoliły na ograniczenie procesów destrukcyjnych warstwy wierzchniej tytanu i jego stopów. Wytworzone w procesach utleniania warstwy wierzchnie charakteryzowały się wysoką twardością oraz odpornością na zużycie ściernie i tym samym przewyższały pod względem właściwości użytkowych inne powłoki. Z powyższej tematyki badawczej opublikowałem cykl 11. monotematycznych publikacji zamieszczonych w czasopiśmie o sumarycznym IF=32,018.

Brałem również czynny udział w realizacji 10 projektów prowadzonych w Instytucie Nauki o Materiałach (obecnie Instytut Inżynierii Materiałowej) w ramach finansowania Badań Statutowych. Od 2020 roku byłem wykonawcą w projekcie „*Modyfikacja struktury i właściwości tytanu oraz stopów tytanu i magnezu dla potrzeb konstrukcyjnych i medycznych*”, natomiast od połowy 2022 roku zostałem liderem tego projektu. Od 2023 roku jestem liderem zespołu badawczego funkcjonującego w ramach Instytutu Inżynierii Materiałowej. W ramach tych prac kieruję tematem badawczym „*Kształtowanie struktury i właściwości materiałów na*

bazie tytanu i magnezu oraz konstrukcyjnych stali niskowęglowych dla potrzeb inżynierii technicznej i medycyny” [Zał. 4, pkt II.4].

Wyniki moich prac badawczych zostały zaprezentowane w postaci 22 referatów na międzynarodowych i krajowych konferencjach tematycznych, w tym 6 referatów wygłosiłem przed uzyskaniem stopnia naukowego doktora. Ponadto byłem również współautorem 11 referatów [Zał. 4, pkt II.2]. Prowadziłem również obrady konferencyjne jako przewodniczący sesji na konferencjach „Forming 2011” oraz „Jesienna Szkoła Tribologiczna 2017”. Na konferencji naukowej „Jesienna Szkoła Tribologiczna 2019” byłem przewodniczącym sesji plenarnej. Za prowadzoną działalność naukowo-badawczą w latach 2012, 2017, 2020, 2021, 2022 i 2023 byłem nagradzany nagrodą indywidualną i zespołową JM Rektora Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach [Zał. 4, pkt V.1/Zał. 8.04–8.09]. W latach 2020–2022 trzykrotnie otrzymałem dodatek pro jakościowy JM Rektora Uniwersytetu Śląskiego za najlepsze osiągnięcia publikacyjne [Zał. 4, pkt V.1]. Byłem laureatem dwóch edycji konkursu (2021, 2022) „Swoboda badań”, którego celem było dofinansowanie działań badawczych w ramach Inicjatywy Doskonałości Badawczej Uniwersytetu Śląskiego w Katowicach [Zał. 4, pkt II.4].

Od 2020 roku jestem członkiem Tematycznego Panelu Doradczego (Topical Advisory Panel/Metals and Alloys Section) w czasopiśmie „Materials” ($IF_{2023}=3,1$). Natomiast od 2021 roku jestem członkiem Rady Recenzentów (Member of the Reviewer Board) w czasopiśmie „Metals” ($IF_{2023}=2,6$) [Zał. 4, pkt II.7].

W ramach współpracy międzynarodowej realizowałem wspólne badania naukowe z następującymi uczelniami:

- University of Zurich (Szwajcaria),
- University of Hradec Kralove (Czechy),
- Ivan Franko National University of Lviv (Ukraina).

Współpraca Uniwersytetem w Zurychu polegała na określeniu właściwości termicznych, mechanicznych i tribologicznych PTFE z dodatkiem grafitu, napromieniowanego strumieniem elektronów. W badaniach wykazano, że modyfikacja PTFE poprzez jego napromieniowanie wiązką elektronów może przyczynić się do wydłużenia cyklu życia tego materiału, np. w elementach ślizgowych pracujących pod wysokim obciążeniem. Mój udział w badaniach eksperymentalnych polegał na określeniu właściwości mechanicznych oraz interpretacji uzyskanych wyników. Wyniki prowadzonych prac naukowo-badawczych zostały opublikowane w czasopiśmie Polymers ($IF_{2020}=4,329$) [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 16]. Kolejna

współpraca prowadzona z Uniwersytetem w Hradcu Kralove dotyczyła określenia wpływu prędkości drukowania na mikrostrukturę, morfologię i właściwości mechaniczne produktów wydrukowanych z filamentu PETG przy wykorzystaniu technologii FFF (Fused Filament Fabrication). We wspólnych badaniach wykazano m.in., że wyższe prędkości drukowania powodują powstawanie pustych przestrzeni i innych defektów morfologicznych wewnątrz i na powierzchni drukowanych elementów. W ramach współpracy wykonałem pomiary profilografometryczne w kierunku wzdłużnym i poprzecznym oraz określiłem parametry struktury geometrycznej powierzchni próbek wydrukowanych w technice 3D. Uczestniczyłem również w badaniach mikromechanicznych. Efektem współpracy z Uniwersytetem w Hradcu Kralove była publikacja naukowa w prestiżowym czasopiśmie Polymer Testing ($IF_{2023}=5,0$) [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 4]. Z kolei badania naukowe realizowane we współpracy z Lwowskim Uniwersytetem Narodowym skupiały się na określeniu właściwości mechanicznych amorficznego stopu $Al_{87}(Ni,Fe)_8(REM)_5$ po krótkotrwałym wyżarzaniu. W badaniach wykazano, że wyżarzanie prowadzi do wzrostu nanokryształów oraz formowania się struktury amorficznej z ułamkiem objętościowym nieuporządkowanych faz nanokrystalicznych. W pracy określono również wpływ procesu wyżarzania na właściwości mikromechaniczne amorficznego stopu na bazie aluminium przy użyciu metody Olivera-Pharr'a. Stwierdzono, że obróbka cieplna przeprowadzona w czasie od 5 do 15 min prowadziła do zwiększenia twardości badanego stopu. Jednakże wydłużenie czasu do 60 minut skutkowało spadkiem twardości. Wyniki badań naukowych realizowanych z Lwowskim Uniwersytetem Narodowym zostały opublikowane w czasopiśmie Physics and Chemistry of Solid State [Zał. 4, pkt II.12.1, poz. 3].

Zdobyte doświadczenie w prowadzeniu badań własnych oraz opracowaniu publikacji naukowych uzyskało uznanie gremium międzynarodowego, które w latach 2016–2024 powierzyło mi recenzowanie publikacji naukowych w czasopismach o zasięgu międzynarodowym i krajowym. Łącznie wykonałem 40 recenzji publikacji, z czego zdecydowana większość (35) obejmowała czasopisma naukowe ze współczynnikiem wpływu IF, znajdujące się w bazie JCR [Zał. 4, pkt II.8/Zał. 8.10].

Efektem mojej dotychczasowej działalności naukowo-badawczej jest 87 oryginalnych publikacji naukowych, w tym 12 prac opublikowanych przed uzyskaniem stopnia doktora [Zał. 4, pkt I/pkt II.12]. Sumaryczny wskaźnik IF moich publikacji wynosi 114,387 wg listy JCR (zgodnie z rokiem opublikowania), a sumaryczny 5-letni IF wg listy JCR wynosi 118,161, co stanowi 4266 punktów w ocenie parametrycznej według danych Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego/Ministerstwa Edukacji i Nauki [Zał. 4, pkt IV/Zał. 9].

Liczba cytowań* moich publikacji na dzień 14.11.2024 wynosi: 549 (446) wg bazy Web of Science, 627 (527) wg bazy Scopus i 864 (720) wg bazy Google Scholar. Mój Indeks Hirscha (bez autocytowań) na dzień 14.11.2024 wynosi: 11 wg bazy Web of Science, 12 wg bazy Scopus oraz 16 wg bazy Google Scholar [Zał. 9].

*wartości w nawiasach przedstawiają cytowania z wyłączeniem autocytowań

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

Działalność dydaktyczna

W początkowym etapie pracy naukowej jako doktorant, prowadziłem zajęcia laboratoryjne na Wydziale Transportu Politechniki Śląskiej, na kierunku Transport z przedmiotów: *Badania pojazdów*, *Diagnostyka pojazdów szynowych* i *Logistyka*. Zajęcia ze studentami doskonaliłem na bieżąco w oparciu o najnowsze osiągnięcia, metody badawcze oraz wyniki badań własnych. W latach 2006–2009 prowadziłem również szkolenia dla studentów z zaawansowanych technik projektowania i weryfikacji konstrukcji w systemie CATIA oraz kursy z zakresu Europejskiego Certyfikatu Umiejętności Komputerowych (ECDL). Prowadziłem również wykłady na Zaocznych Studiach Podyplomowych o specjalności „Zintegrowany System Zarządzania Bezpieczeństwem w Transporcie Kolejowym”, organizowanych przez Katedrę Transportu Szynowego Politechniki Śląskiej i Europejskie Centrum Doskonałości „TRANSMEC”.

Po zatrudnieniu na Uniwersytecie Śląskim prowadziłem zajęcia dla studentów I i II stopnia studiów stacjonarnych na Wydziale Informatyki i Nauki o Materiałach (obecnie Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych) na kierunkach: Inżynieria Materiałowa i Inżynieria Biomedyczna. Zajęcia dydaktyczne prowadziłem również w Ośrodku Dydaktycznym Uniwersytetu Śląskiego w Rybniku na kierunku: Filologia Polska. Prowadziłem 10 autorskich wykładów w języku polskim z następujących przedmiotów: *Zasady projektowania i doboru materiałów*, *Bazy danych o materiałach*, *Projektowanie i grafika inżynierska*, *Metody tribologiczne w analizie warstwy wierzchniej biomateriałów*, *Materiały inżynierskie*, *Projektowanie i wytwarzanie materiałów inżynierskich*, *Kształtowanie struktury i właściwości materiałów inżynierskich*, *Technologie wytwarzania materiałów*, *Rysunek inżynierski*, *Mechanika techniczna*. Współprowadziłem również wykład z przedmiotu: *Metody badań biomateriałów i tkanek*. Ponadto prowadziłem 5 autorskich wykładów w języku angielskim z przedmiotów: *Principles of Materials Designing and Selection*, *Designing and Engineering Graphics*, *Databases on materials*, *Materials technologies and processing* oraz *Engineering*

Materials. Wygłosiłem również 3 wykłady oraz prowadziłem warsztaty komputerowe w ramach prowadzonego przez Uniwersytet Śląski - Uniwersytecie Trzeciego Wieku.

Dodatkowo opracowałem i prowadziłem 10 autorskich ćwiczeń laboratoryjnych z przedmiotów: *Zasady projektowania i doboru materiałów*, *Bazy danych o materiałach*, *Materiały inżynierskie*, *Metody tribologiczne w analizie warstwy wierzchniej biomateriałów*, *Projektowanie i grafika inżynierska*, *Projektowanie i wytwarzanie materiałów inżynierskich*, *Kształtowanie struktury i właściwości materiałów*, *Technologia informacyjna*, *Technologie wytwarzania materiałów*, *Projektowanie i dobór biomateriałów*. Z przedmiotu *Databases on materials* prowadziłem zajęcia laboratoryjne w języku angielskim. Do ćwiczeń laboratoryjnych modułów: *Zasady projektowania i doboru materiałów*, *Bazy danych o materiałach*, *Projektowanie i grafika inżynierska*, *Materiały inżynierskie*, *Projektowanie i wytwarzanie materiałów inżynierskich* opracowałem instrukcje do ćwiczeń. Współprowadziłem także zajęcia laboratoryjne z przedmiotu: *Metody badań biomateriałów i tkanek*. Prowadzone przeze mnie zajęcia dydaktyczne zostały wysoko ocenione przez studentów. Średnia wyników z ankiet za lata 2016–2024 wynosiła 4,7.

W latach 2010–2024 byłem promotorem 7 prac dyplomowych inżynierskich oraz 2 prac dyplomowych magisterskich. Ponadto byłem zaangażowany jako opiekun w prowadzenie 3 prac inżynierskich oraz 1 pracy magisterskiej. Prace dyplomowe były realizowane w Instytucie Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego z zakresu inżynierii materiałowej.

Oprócz działalności dydaktycznej w macierzystej jednostce od 8 lat współpracuję z Akademią WSB w Dąbrowie Górniczej. Zajęcia dydaktyczne dla studentów I i II stopnia realizowałem na następujących kierunkach: Transport, Inżynieria zarządzania i Logistyka. Prowadziłem autorskie wykłady oraz ćwiczenia z przedmiotów: *Nauka o materiałach*, *Podstawy konstrukcji maszyn*, *Konstrukcja maszyn*, *Techniki i technologie wytwarzania z elementami nauki o materiałach*, *Podstawy mechaniki i wytrzymałości materiałów*. Powyższe zajęcia prowadziłem na Wydziale Nauk Stosowanych w Dąbrowie Górniczej oraz Wydziałach Zamiejscowych w Olkuszu, Tychach i Krakowie. W latach 2016–2024 wygłosiłem 9 wykładów dla studentów studiów podyplomowych prowadzonych m.in. na kierunku „Infrastruktura i sterowanie ruchem kolejowym”. W latach 2022–2024 prowadziłem (samodzielnie) w Akademii WSB również seminaria dyplomowe oraz byłem promotorem 4 prac dyplomowych inżynierskich na kierunku Transport, specjalność: Inżynieria i bezpieczeństwo w transporcie szynowym. Pełniłem także rolę przewodniczącego komisji egzaminacyjnej.

W trakcie mojej kariery naukowo-dydaktycznej nieustannie dążyłem do doskonalenia swoich kompetencji dydaktycznych. Z pełnym zaangażowaniem uczestniczyłem w licznych szkoleniach i konferencjach, które umożliwiły mi poszerzenie wiedzy oraz nabycie nowych umiejętności w dziedzinie edukacji. W 2022 i 2023 roku uczestniczyłem w szkoleniach dydaktycznych zorganizowanych w ramach Międzynarodowego Kongresu Jakości Kształcenia. Natomiast w 2024 roku uczestniczyłem w konferencji „Good Practices in Materials Engineering Didactics”, zorganizowanej w ramach projektu edukacyjnego „Materials Science Ma(s)ters – developing a new master’s degree”, poświęconej nowoczesnemu podejściu i wyzwaniom edukacyjnym w inżynierii materiałowej [Zał. 8.11].

Działalność organizacyjna

Równolegle do pracy naukowej, współpracy ze środowiskiem inżynierskim oraz działalności dydaktycznej stale angażuję się w działalność organizacyjną. Przed uzyskaniem stopnia naukowego doktora, pełniłem co roku obowiązki stałego członka Uczelnianej Komisji Rekrutacyjnej na Wydziale Transportu Politechniki Śląskiej. Byłem również przez kilka lat członkiem Komisji ds. Rozkładu Zajęć. Brałem także czynny udział w organizacji Międzynarodowej Konferencji TRANSMEC w latach 2004–2009, XVIII Konferencji Naukowej „Pojazdy Szynowe” (2008) oraz FORUM SEC (2005). Uczestniczyłem również w organizacji seminarium poświęconego tematyce transportu lotniczego (2007) [Zał. 4, pkt II.3/Zał. 8.12].

Obecnie na Wydziale Nauk Ścisłych i Technicznych Uniwersytetu Śląskiego pełnię funkcję koordynatora ds. osób niepełnosprawnych, przez co podejmuję działania mające na celu podniesienie jakości uczestniczenia w procesie kształcenia studentów z niepełnosprawnością oraz monitoruję potrzeby studentów i udzielam im wsparcia we wszystkich sprawach związanych z przebiegiem studiów. Po przeniesieniu w 2012 roku Instytutu Nauki o Materiałach z Katowic do Chorzowa współorganizowałem pracę laboratoriów badawczych w nowej siedzibie. Od 2017 roku jestem członkiem Polskiego Towarzystwa Tribologicznego [Zał. 4, pkt II.5/Zał. 8.13]. W tym samym roku zorganizowałem pokazy sprzętu badawczego dla pracowników oraz byłem współorganizatorem Dni Otwartych Instytutu Nauki o Materiałach. W listopadzie 2017 roku byłem również współopiekunem naukowym stażystki pochodzącej z Turcji. Obecnie jestem członkiem Rady Naukowej Instytutu Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego w kadencji 2022–2026. W 2022 roku pozyskałem środki oraz byłem ekspertem w komisji przetargowej w przedmiocie zamówienia dotyczącego dostawy uchwytów pneumatycznych do maszyny wytrzymałościowej. Jestem

również opiekunem ww. pracowni. Ponadto w 2022 i 2023 roku dwukrotnie pełniłem funkcję członka komisji konkursowej na stanowisko adiunkta. Od 2023 roku jestem członkiem zarządu Śląskiego Oddziału Polskiego Towarzystwa Tribologicznego [Zał. 4, pkt II.5/Zał. 8.14].

Działalność popularyzatorska

W zakresie działalności popularyzatorskiej uczestniczyłem w licznych wydarzeniach promujących naukę takich jak: Śląski Festiwal Nauki, Chorzowski Festiwal Nauki, Święto Liczby Pi, Dni Otwarte Instytutu Nauki o Materiałach, Ogólnopolski Dzień Inżynierii Materiałowej oraz Szkoła letnia PIN UŚ [Zał. 4, pkt V.3/Zał. 8.15]. Na Śląskim Festiwalu Nauki w 2017 roku wygłosiłem wykład pt. „*Rola materiałów inżynierskich oraz modelowania numerycznego w rozwoju transportu szynowego*”, który spotkał się z pozytywnym odbiorem wśród słuchaczy festiwalu. Na pozostałych imprezach popularnonaukowych (Chorzowski Festiwal Nauki, Święto Liczby Pi, Szkoła letnia PIN UŚ) prowadziłem warsztaty laboratoryjne z zakresu badań właściwości mechanicznych i tribologicznych materiałów inżynierskich. Pokazy prowadziłem zarówno dla młodzieży licealnej jak i uczniów szkół podstawowych. W 2024 roku prowadziłem również warsztaty podczas Tygodnia Nowych Technologii odbywającego się w ramach Europejskiego Miasta Nauki 2024.

7. Inne informacje dotyczące kariery zawodowej

Poza aktywnością naukową omówioną we wcześniejszej części Autoreferatu, pełniłem również inne ważne funkcje w różnych obszarach mojej kariery zawodowej. W latach 2008–2012 pełniłem funkcję biegłego sądowego z zakresu transportu szynowego. Działalność ta polegała głównie na opracowaniu ekspertyz zleconych przez organy wymiaru sprawiedliwości. Jako biegły sądowy uczestniczyłem również w wizjach lokalnych, odtwarzaniu okoliczności zdarzeń oraz rozprawach sądowych. Ponadto w latach 2005–2009 pełniłem funkcję audytora systemu zarządzania jakością [Zał. 8.16]. W 2012 roku byłem także ekspertem Komisji Konkursowej w Ministerstwie Gospodarki ds. oceny wniosków w ramach działania 4.5 Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka (2007–2013). Jako ekspert uczestniczyłem w pracach Komisji Konkursowej w siedzibie Ministerstwa Gospodarki oraz dokonywałem oceny merytorycznej wniosków w zakresie kryteriów dotyczących innowacyjności [Zał. 4, pkt III.6].

Brałem udział w dwóch dużych przedsięwzięciach dotyczących modernizacji infrastruktury tramwajowej. W latach 2008–2009 uczestniczyłem w opracowaniu studium wykonalności projektu pod nazwą "Program inwestycyjny rozwoju trakcji szynowej w latach 2008–2013" realizowanego dla Tramwajów Śląskich. Z kolei w 2011 roku brałem udział

w opracowaniu audytu energetycznego dla zadania „Modernizacja infrastruktury tramwajowej i trolejbusowej w Aglomeracji Górnośląskiej wraz z infrastrukturą towarzyszącą”. W ramach realizowanych zadań opracowałem analizę stanu technicznego infrastruktury torowej oraz uczestniczyłem w badaniach poboru energii elektrycznej różnych typów tramwajów.

Dysponuję bogatym dorobkiem w zakresie współpracy z sektorem gospodarczym. Współpracowałem z kilkunastoma przedsiębiorstwami reprezentującymi różne gałęzie gospodarki w tym m.in. transport szynowy, hutnictwo, produkcję oraz doradztwo gospodarcze [Zał. 4, pkt III.2]. Posiadam również znaczące osiągnięcia projektowe i konstrukcyjne. Jestem współautorem 3 dużych projektów węzłów konstrukcyjnych umożliwiających wkolejanie wagonów tramwajowych typu E1 oraz PT8 przy pomocy zawiesia dźwigu „POGOT”. Prace projektowe, w których brałem udział zrealizowane zostały na zlecenie Tramwajów Śląskich S.A. we współpracy z Katedrą Transportu Szynowego Politechniki Śląskiej w latach 2011–2012 [Zał. 4, pkt II.14/Zał. 8.17].

Jestem również ekspertem w zakresie diagnostyki infrastruktury torowej. Posiadam wieloletnie doświadczenie w badaniach stanu technicznego torów i rozjazdów (tramwajowych i kolejowych). Jestem biegły w obsłudze specjalistycznych urządzeń takich jak: toromierz ręczny i wózkowy (do pomiarów geometrii toru) oraz profilomierz laserowy (do pomiarów zużycia szyn i elementów rozjazdów). Posiadam również doświadczenie w zakresie budowy i eksploatacji pojazdów szynowych. Moja działalność w tym obszarze skupiała się m.in. na ocenie jakości kolejowych zestawów kołowych oraz zużycia powierzchni tocznej kół kolejowych. Ponadto brałem udział w badaniach lokomotyw elektrycznych na potrzeby uzyskania świadectwa dopuszczenia do eksploatacji. Byłem także ekspertem w zakresie oceny stanu technicznego wagonów tramwajowych. Posiadam również doświadczenie w zakresie pomiarów hałasu w środkach transportu. Jestem współautorem wielu ekspertyz i opinii z zakresu transportu szynowego obejmujących ustalenie przyczyn uszkodzenia elementów pojazdów szynowych, analizę i przebieg wykolejeń oraz ocenę stanu technicznego infrastruktury torowej. W znacznej części ekspertyz przedstawiono wyniki badań z zakresu inżynierii materiałowej, które były często kluczowymi w formułowaniu wniosków dotyczących krytycznych zdarzeń [Zał. 4, pkt III.5].

Moim priorytetem jest stałe dążenie do podnoszenia kwalifikacji poprzez rozwój naukowy oraz udział w szkoleniach, co ma wymierny wpływ na jakość przekazywanej wiedzy studentom [Zał. 4, pkt V.2/Zał. 8.18]. Od początku kariery zawodowej brałem udział w licznych szkoleniach z zakresu komputerowego wspomagania projektowania (CAD). Prowadziłem również szkolenia dla studentów z zakresu modelowania bryłowego

i powierzchniowego, tworzenia złożeń z części, dokumentacji rysunkowej oraz modelowania numerycznego przy wykorzystaniu metody elementów skończonych. W 2009 roku uczestniczyłem aktywnie w międzynarodowych warsztatach zaawansowanych technik projektowania i weryfikacji konstrukcji w programach CATIA V5 i V6. W latach 2016, 2017 oraz 2021 uczestniczyłem w cyklu szkoleń na poziomie podstawowym i zaawansowanym z zakresu projektowania w systemach: AutoCAD, ZwCAD, Fusion 360, Inventor Professional, SolidWorks [Zał. 4, pkt. V.2, poz. 9, 13, 15–18, 26/Zał. 8.19].

.....
(podpis wnioskodawcy)