



Politechnika Łódzka
Instytut Inżynierii Materiałowej



Prof. dr hab. inż. Piotr Niedzielski,

Łódź, 25 kwietnia 2022r.

Instytut Inżynierii Materiałowej

Politechnika Łódzka

Recenzja pracy doktorskiej

Mgr inż. Bartosza Wichra

pt. „Wytwarzanie targetów magnetronowych w plazmie wyładowania jarzeniowego wspomaganego polem magnetycznym”

Promotor: prof. dr hab.inż. Krzysztof Zdunek,

Promotor pomocniczy: dr inż. Rafał Chodun

Opinię niniejszą wykonałem na podstawie pisma Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej Prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej z dnia 16 marca 2022 roku.

Wybór tematyki pracy

W ostatnim czasie (przełom lat 2021/2022) ukazały się raporty biznesowe^{*1, *2} oceniające i prognozujące rynek dotyczący urządzeń i usług związanych z wytwarzaniem różnego rodzaju pokryć metodami fizycznego osadzania z fazy gazowej (metody PVD). Według tych informacji szacuje się, że wartość tego rynku w 2019 roku wynosiła około 19,5 mld dolarów, do 2025 roku wynosić będzie ok. 26 mld USD, a do 2028 ponad 28 mld dolarów. Średni wskaźnik rocznego wzrostu rynku (tzw. wskaźnik CARG z ang. Compound Annual Growth Rate) w latach 2020-2025 wynosić ma 8,9%, a w latach 2021-2028 – 5,8. Za główne motory napędowe tak szybkiego rozwoju metod PVD przyjmuje się przemysł narzędziowy, elektroniczny, medyczny, samochodowy itp.

Wytwarzane metodami PVD poza walorami użytkowymi, jak między innymi (zwiększona odporność na zużycie, zmniejszone tarcie, bariera chemiczna, zwiększona odporność na korozję, zróżnicowane (sterowalne) właściwości elektryczne, dekoracyjne, estetyczne i biologiczne, mają jeszcze jedną dodatkową zaletę, że ich wytwarzanie odbywa się w sposób uznawany za ekologiczny. Tak wielkie i szybko rosnące zapotrzebowanie na produkty PVD wymaga ciągłego rozwoju technologii, urządzeń i produktów z tym związanym. Oczekuje się, że będą pojawiać coraz nowsze materiały, które wytwarzać będzie można z wykorzystaniem tych metod, a jakość pokryć i ich właściwości będą spełniać coraz bardziej wysublimowane oczekiwania klientów.

Tematyka pracy Pana Mgr inż. Bartosza Wichra pt. „Wytwarzanie targetów magnetronowych w plazmie wyładowania jarzeniowego wspomaganego polem magnetycznym” idealnie wpisuje się w te trendy. Obejmuje swoim zakresem zarówno samą technologię (nowoczesną) rozpylania magnetronowego, jak również syntezę wysokotopliwych materiałów powłokowych. Uznać należy, że obszar badań przedstawiony w rozprawie jest bardzo aktualny i poza walorami naukowymi posiada, również duży potencjał wdrożeniowy.

Uwagi ogólne

Rozprawa **mgr inż. Bartosza Wichra** napisana została w sposób nietypowy (rzadko spotykany) rozprawom doktorskim w dyscyplinie inżynieria materiałowa i stanowi zbiór publikacji połączony z szerokim przewodnikiem. Zaznaczyć należy, że z formalnego punktu widzenia, nie wzbudza żadnych kontrowersji ponieważ jest to wersja jedna z wielu jaką przewidział ustawodawca w akcie prawnym jakim jest „Prawo o szkolnictwie wyższym”. Rozprawa wydana w formie monografii składa się z 7 rozdziałów, w tym: analizy stanu zagadnienia (rozdział 1), szeroko rozumianej metodyki badań (rozdziały 2,3, 4), dyskusji wyników (rozdział 5) składającej się z zamieszczonych 7 współautorskich publikacji wraz z komentarzem do każdej z nich, podsumowania (rozdział 6) oraz analizy potencjału aplikacyjnego (rozdział 7).

*1 Physical Vapor Deposition (PVD) Equipment Market Expected to Rise at A Higher CAGR Value, Driving Factors, Forecast 2022-2031; <https://www.marketwatch.com>

*2 Physical Vapor Deposition Market Size, Share & Trends Analysis Report By Category, By Application (Microelectronics, Data Storage, Solar Products, Cutting Tools), By Region, And Segment Forecasts, 2021 – 2028; <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/physical-vapor-deposition-pvd-market>

W rozprawie znalazły się również nienumerowane rozdziały obejmujące: streszczenia w języku polskim i angielskim, podsumowanie, wykaz literatury, spis rysunków i tabel oraz wykaz własnych publikacji stanowiących pracę doktorską wraz z ich danymi bibliograficznymi. Łącznie praca liczy 149 stron i zawiera 43 rysunki i 1 tabelę. Doktorant powołuje się w niej na 86 pozycji literaturowych.

Doktorant swoje rozważania zaczął od genezy niskociśnieniowej syntezy materiałów cytując literaturę z początku lat 90 ubiegłego wieku (*A.Sokołowska, A.Olszyna, A.Michalski, K.Zdunek: „Niekonwencjonalne środki syntezy materiałów”*), a następnie dokonał analizy stanu wiedzy w oparciu o literaturę z lat 2000-2021. Są to głównie publikacje ze znaczących czasopism naukowych, a ilość przeanalizowanych publikacji, doskonały wybór czasopism jak i wartość merytoryczna wykorzystanego materiału świadczy o dużych umiejętnościach jak i swobodzie poruszania się w fachowej literaturze naukowej przez doktoranta.

Cel i teza rozprawy

Przeprowadzone w ramach doktoratu badania naukowe oparte zostały na hipotezie badawczej, która brzmi: *„Skuteczne wykorzystanie energii pochodzącej od wzajemnie oddziałujących w czasie oraz przestrzeni ze sobą, pól: magnetycznego (B) i elektrycznego (E), a zmagazynowanej w niskotemperaturowej plazmie i dyssypowanej w warunkach wyładowania jarzeniowego, pozwoli na utworzenie in situ zagęszczonej powierzchniowo substancji materiałowej, tworzącej układ niezwiązanych ze sobą wyjściowo cząsteczek proszków, bez addytywnego udziału energii mechanicznej”*

W rozprawie pojawiają się dwa cele: naukowy oraz bardziej użyteczny:

Celem naukowym było: zbadanie aktywności chemicznej oraz zidentyfikowanie istotnych zjawisk fizycznych zachodzących w trakcie oddziaływania plazmy inicjowanej w warunkach wyładowania jarzeniowego wspomaganego dodatkowo strumieniem pola magnetycznego z substratem materiału w formie luźnych cząstek proszku.

Celem użytecznym było: określenie warunków technologicznych umożliwiających zbadanie skuteczności powierzchniowej konsolidacji proszków stosowanych do wytwarzania targetów magnetronowych oraz zbadanie przydatności nowej technologii w wytwarzaniu powłok materiałów wysokotopliwych złożonych w głównej mierze z faz metastabilnych.

Strona merytoryczna rozprawy.

W części literaturowej nazwanej przez Autora stanem zagadnienia, doktorant wprowadza czytelnika w zagadnienia związane z tematyką rozprawy doktorskiej zaczynając (rozdział 1.1) od informacji związanych z pojęciem syntezy niekonwencjonalnej (wyjaśnienie tego pojęcia), wykazania praktycznego wykorzystania tego zjawiska w inżynierii powierzchni. Autor przeszedł w tym podrozdziale drogę od wykorzystania niskotemperaturowej plazmy do rozpylania materiału katody w metodzie PAPVD, poprzez metody stałoprądowe (DCMS), pulsacyjne (PMS) do rozwijanej z ogromnym sukcesem od wielu lat przez prof. Krzysztofa Zdunka i jego szkołę naukową, impulsową metodę wzbudzania plazmy (metoda IPD). Przegląd stanu wiedzy kończy się podrozdziałem 1.3 i koncentruje się na aplikacyjnym znaczeniu magnetronowego źródła par w syntezie materiałów powłokowych. Autor rozprawy podkreśla w nim często zapominaną kwestię kształtu i sposobu wykonania targetu na jego równomierność zużycia, wpływu na parametry procesu technologicznego

(kwestie tłumienia oraz rozkładu linii pola magnetycznego) oraz na jakość otrzymywanych powłok. Pokazuje zalety i wady targetów masywnych, sposoby ich wytwarzania i obróbki

(głównie metody metalurgiczne, obróbki skrawaniem i plastyczne), porusza kwestie targetów wieloskładnikowych i przechodzi do ich wytwarzania metodami konsolidacji proszków. Tematyka konsolidacji proszków, ale z wykorzystaniem niekonwencjonalnej metody syntezy stała się myślą przewodnią w realizacji badań w ramach rozprawy doktorskiej.

Reasumując tę część rozprawy, należy stwierdzić, że analiza literatury została dokonana bardzo starannie w sposób syntetyczny z zachowaniem dużej staranności edycyjnej (opisy, jakość rycin, odnośniki literaturowe itp.) i co najważniejsze merytorycznie, tj. na temat bez często spotykanych w tego rodzaju pracach niepotrzebnych ozdobników.

Część badawcza rozprawy przedstawiona została w rozdziale 5 składającym się ze zbioru 7 publikacji, które ukazały się w latach: 2019 (2 publikacje); 2020 (2); 2021 (1); 2022 (2). Wszystkie publikacje ukazały się w czasopismach z listy MNiSW a ich punktacja wynosiła odpowiednio 140 pkt (4 publikacje), 100 (1) oraz 70 (2) a Impact Factor mieścił się w zakresie od 2,183 do 7.991. Sumaryczna punktacja wynosiła odpowiednio: MNiSW – 800, a Impact Factor – 34,401. Doktorant w przypadku 6 publikacji był pierwszym i jednocześnie korespondencyjnym autorem, a w jednej był trzecim autorem. Z przedstawionych oświadczeń, które otrzymałem od doktoranta i potwierdzonych przez promotora wynika, że jego udział w jednej publikacji wynosił 20%, a w pozostałych 51%.

Wszystkie załączniki (publikacje) poprzedzone zostały krótkimi komentarzami wraz z nadanymi im tytułami podrozdziałów:

- Rozdział 5.1 Rola gorącej katody w reaktywnej syntezie magnetronowej wzrostu warstw TiN i TiO₂

Publikacja: R. Chodun, M. Dypa, **B. Wicher**, K. Nowakowska–Langier, S. Okrasa, R. Minikayev, K. Zdunek, *The sputtering of titanium magnetron target with increased temperature in reactive atmosphere by gas injection magnetron sputtering technique*, Appl. Surf. Sci. 574 (2022) 151597

- Rozdział 5.2 Realizacja mechanizmu powierzchniowej konsolidacji metalicznego wolframu w funkcji czasu wyładowania jarzeniowego: nowe spojrzenie na syntezę materiałów powłokowych w rozpylaniu magnetronowym

Publikacja: **B. Wicher**, K. Zdunek, R. Chodun, S. Haj Ibrahim, M. Kubiś, A. Lachowski, K. Król, J. Jaroszewicz, R. Minikayev, K. Nowakowska–Langier, *Surface sintering of tungsten powder targets designed by electromagnetic discharge: A novel approach for film synthesis in magnetron sputtering*, Mater. Des., 191 (2020) 108634

- Rozdział 5.3 Wpływ koncentracji impulsowo wstrzykiwanej mieszaniny gazów Ar–N na chemiczną reaktywność nanokrystalicznych warstw azotku wolframu

Publikacja: **B. Wicher**, R. Chodun, K. Nowakowska–Langier, M. Trzcinski, L. Skowroński, S. Okrasa, R. Minikayev, M.K. Naparty, K. Zdunek, *Chemical and structural characterization of tungsten nitride (WN_x) thin films synthesized via Gas Injection Magnetron Sputtering technique*, Vacuum. 165 (2019) 266–273,

- Rozdział 5.4 Badanie widma impulsowej plazmy wyładowania magnetronowego –

aktywnego ośrodka zarodkowania faz nierównowagowych w kompozytowych powłokach DLC/WC_x;

Publikacja: **B. Wicher**, R. Chodun, R. Kwiatkowski, M. Trzcinski, K. Nowakowska – Langier, A. Lachowski, R. Minikayev, J. Rudnicki, M. K. Naparty, K. Zdunek, *Plasmochemical investigations of DLC/WC_x nanocomposite coatings synthesized by gas injection magnetron sputtering technique*, Diam. Relat. Mater., 96, (2019) 1-10,

- Rozdział 5.5 Synteza niestechiometrycznego azotku węgla (CN_x) w warunkach impulsowej jonizacji neonu dla transparentnych struktur sensorycznych w IR

Publikacja: **B. Wicher**, R. Chodun, M. Trzcinski, K. Nowakowska - Langier, Ł. Skowroński, A. Lachowski, K. Zdunek, *Applications insight into the plasmochemical state and optical properties of amorphous CN_x films deposited by gas injection magnetron sputtering method*, Appl. Surf. Sci. 565 (2021) 150540,

- Rozdział 5.6 Wpływ nacisku jonów Ne⁺ na morfologię konsolidowanego targetu WB_x-C, i strukturę wiązań elektronowych w materiale powłokowym W₂BC

Publikacja: **B. Wicher**, R. Chodun, M. Trzcinski, A. Lachowski, M. Kubiś, K. Nowakowska–Langier, K. Zdunek, *Design of pulsed neon injection in the synthesis of W-B-C films using magnetron sputtering from a surface-sintered single powder cathode*, Thin Solid Films. 716 (2020) 138426,

- Rozdział 5.7 Spiekanie magnetronowych targetów ReB_x-Ti w funkcji energii elektrycznej plazmy – źródła par dla super-twardych struktur powłok Re-B-Ti

Publikacja: **B. Wicher**, R. Chodun, M. Trzcinski, A. Lachowski, K. Nowakowska-Langier, S.H. Ibrahim, J. Jaroszewicz, M. Kubiś, E. Grzanka, K. Zdunek, *Application of the plasma surface sintering conditions in the synthesis of ReB_x-Ti targets employed for hard films deposition in magnetron sputtering technique*, Int. J. Refract. Met. Hard Mater. 103 (2021) 105756

Analizując wszystkie publikacje, stwierdzić należy, że udowodniono w nich zarówno tezę, jak i osiągnięcie celu naukowego i użytecznego. Doktorant wykazał korzyści jakie daje opracowana technologia polegające między innymi na:

- wykorzystaniu metody impulsowej w rozszerzaniu możliwości jej zastosowania w już istniejących aplikacjach, jak i zupełnie nowych,
- ułatwieniu w wytwarzaniu warstw dielektrycznych (brak konieczności stosowania generatorów RF),
- możliwości wytwarzania targetów stosowanych do syntezy powłok nierównowagowych, których wytworzenie z masywnych targetów jest niemożliwe,
- wytwarzaniu powłok z materiałów wysokotopliwych,
- uniwersalność metody, a co zatem idzie obniżenie potencjalnych kosztów inwestycyjnych firm,
- możliwość połączenia procesu technologicznego konsolidacji targetów z syntezą warstw.

Do tej części rozprawy mam nieliczne uwagi natury merytorycznej i edycyjnej.

1. Skomplikowany język, który znacznie utrudnia czytanie.
2. Doktorant często opisując realizowane badania używa liczby mnogiej. Rozprawa doktorska ma jednak jednego autora i to on stara się o stopień doktora i powinno to być wyartykułowane, również w sposobie pisania.
3. Brak w treści rozprawy, zwłaszcza przewodniku do publikacji jednoznacznego określenia wkładu doktoranta do wykonywanych badań. Otrzymane oświadczenia pokazały, że w większości publikacji udział doktoranta wynosił 51%, a więc należy rozumieć, że wkład w badania jest również większościowy. Część osiągnięć autora rozprawy przedstawiona została w rozdziałach 6 pt.: *Podsumowanie* oraz 7 pt.: *Aplikacyjne znaczenie pracy w ewolucji metod plazmowej inżynierii powierzchni*. Prosiłbym bym jednak Doktoranta o odniesienie się do tej uwagi tj. wskazanie swojej roli merytorycznej w realizacji badań do poszczególnych publikacji.
4. Występują nieliczne pomyłki np. str. 33: toczenie, frezowanie zakwalifikowane zostało do obróbki plastycznej, a jest to jednak typowa obróbka ubytkowa (obróbka skrawaniem).
5. W pracy występują pojedyncze błędy edytorskie np. Przejęzyczenia: str 35: „...podatności ów materiału targetu....”
6. Doktorant postawił sobie do zrealizowania dwa cele: naukowy i użyteczny. Obydwa, bez wątplenia zostały zrealizowane, ale czy w przypadku tego drugiego, zabezpieczono jego efekty poprzez zgłoszenia patentowe? Ma to istotne znaczenie zwłaszcza z punktu widzenia wskazanych potencjalnych możliwości zastosowania wyników badań w przemyśle zbrojeniowym czy związanym z energetyką (fuzja termojądrowa),
7. Czy w trakcie realizacji rozprawy doktorskiej doszło do etapu badań wytwarzanych warstw na konkretnych narzędziach i ich testowania w warunkach rzeczywistych (np. warstw węgla wolframu wytwarzanych na stalach narzędziowych)?

Większość z tych uwag ma charakter edycyjny, polemiczny, porządkujący, jak również wpływających z zainteresowań naukowych recenzenta i nie wpływają one na bardzo wysoką ocenę rozprawy jako całości. Doktorant wykazała się dużymi umiejętnościami pracy w laboratorium, zarówno w części technologicznej, badawczej, jak również interpretacji otrzymanych wyników. Ilość badań, ich jakość (czego najlepszym dowodem są czasopisma w których publikował wyniki) oraz doświadczenie w realizacji projektów NCN: Preludium (w którym pełnił funkcję kierownika) oraz Opus, jak i przede wszystkim bardzo nowoczesna i ważna z punktu widzenia inżynierii materiałowej tematyka rozprawy upoważnia mnie do postawienia wniosku o wyróżnienie opiniowanej rozprawy doktorskiej.

Analizując uchwałę nr 68/II/2021 Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa z dnia 26 marca 2021 roku w sprawie wyróżniania rozpraw doktorskich, stwierdzam, że spełnia ona z naddatkiem wymogi merytoryczne stawiane w paragrafie 1 punkt a, a więc: suma punktów publikacji z wykazu MNiSW wynosi 800 przy wymaganym minimum 240, 3 publikacje w których Doktorant jest pierwszym autorem posiadają punktację 140 punktów przy wymaganym minimum 1 pracy, Dodatkowo 2 z tych prac mają IF powyżej 5. W rozprawie nie wykazano co prawda

wdrożenia wyników w przemyśle, ale przedstawiony potencjał technologiczny powoduje, że śmiało można stwierdzić, że jest to kwestią niezbyt odległej przyszłości.

Ocena końcowa

W świetle przedstawionej powyżej opinii, stwierdzam, że przedstawiona do oceny rozprawa doktorska mgr inż. Bartosza Wichra zatytułowana: „*Wytwarzanie targetów magnetronowych w plazmie wyladowania jarzeniowego wspomaganego polem magnetycznym*”, **spełnia wszystkie wymagania** stawiane przez Ustawę o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki z dnia 14 marca 2003 roku pracom doktorskim (wraz z późniejszymi zmianami) i **wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie jej Autora, Pana mgr. inż. Bartosza Wichra do dalszego procedowania przewodu doktorskiego.**

