

Gdańsk, dn. 25 października 2025 r.

Dr hab. inż. Jacek Łubiński, Prof. PG

Doktor habilitowany nauk technicznych w zakresie

mechaniki i budowy maszyn

Doktor nauk technicznych w zakresie **mechaniki i**

budowy maszyn

Profesor uczelni Politechniki Gdańskiej w Gdańsku

Politechnika Gdańska w Gdańsku

Wydział Inżynierii Mechanicznej i Okrętownictwa

Instytutu Mechaniki i Konstrukcji Maszyn

ul. G.Narutowicza 11/12, 80-233 Gdańsk

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr inż. Szymona Senyka

**pt. „, Eksperymentalne badania właściwości tribologicznych smarów plastycznych
zawierających heksagonalny azotek boru o różnym udziale nanocząstek i
mikrocząstek”**

pod kierunkiem prof. dr hab. Inż. Tadeusza Kałdońskiego

1. OPINIA OGÓLNA

Rozprawę doktorską Pana Magistra **Szymona Senyka** śmiało można nazwać wzorcowym przykładem kompleksowej rozprawy badawczej. Oceniam ją w jednoznaczny sposób pozytywnie. Temat pracy jest aktualny i zgodny z przyszłościowymi trendami w rozwoju środków smarowych o postaci smarów plastycznych, a sposób podania treści, zakres, metodyka badań i obróbki wyników, prowadzące do prawidłowego wnioskowania uważam za wzorcowe. Na szczególną wzmiankę zasługuje również obszerność rozprawy. Szeroka paleta wykorzystanych metod badawczych i zidentyfikowanych charakterystyk poszczególnych obiektów badawczych, a także powiązań między nimi sprawiają, że praca nie tylko przedstawia nową wiedzę, ale również wskazuje bardzo praktyczne możliwości jej zastosowania. Dzięki temu przedstawiona dysertacja może być również traktowana jako poradnik – wprowadzenie w metodykę komponowania smarów plastycznych z dodatkami uszlachetniającymi w postaci nanoproszków.

2. OCENA MERYTORYCZNA

Recenzja opiera się na przeglądzie przedmiotowej pracy z uwagami ogólnymi i pytaniami ad meritum, które mogą, w mojej opinii, przyczynić się do twórczej dyskusji o kwestiach zasługujących na uwagę Autora toku jego dalszej kariery.

2.1. Istotność zagadnień wybranych jako tematyka pracy

Przedłożona do oceny praca jest przykładem zaawansowanego i bardzo nowoczesnego podejścia do problemu znanego ludzkości od wielu stuleci. Zarówno tarcie, jak i zużycie są zjawiskami i procesami, które dotyczą bardzo wielu aspektów życia, a stosowanie smarów to

praktyka, której początki giną w pomrokach dziejów. Współcześnie obecność skojarzeń ruchowych, gdzie zastosowane są smary plastyczne jest powszechna, a różnorodność specyficznych skojarzeń o różnych rodzajach ruchu i geometrii styku sprawia, że w technice występują tysiące odmian tego środka smarowego. Podjęty temat posiada ciekawy element innowacyjności, z uwagi na wprowadzenie specyfiki nanomateriałów do obszaru z pozoru bardzo dobrze opisanego – nanoproszków h-BN do dostępnych komercyjnie smarów plastycznych. Znane są właściwości h-BN, umieszczające tę substancję pośród smarów stałych i znane są właściwości smarów plastycznych, gdzie istnieje nawet standaryzacja wielu parametrów użytkowych. W toku pracy udowodniono, że w systemie zbudowanym z połączenia tych dwóch typów środków smarowych właściwości wynikowe nie są ani oczywiste, ani łatwe do przewidzenia. Zarówno właściwości nanoproszku, jak i smaru plastycznego, a także stężenia proszku w smarze bazowym dają efekty dalekie od intuicyjnych przewidywań. Osiągnięcie tego stanu wiedzy wymagało żelaznej dyscypliny myślenia i niezwykle złożonego instrumentarium, niezbędnego do jednoznacznego skwantyfikowania istotnych właściwości obiektów badawczych, zarówno pojedynczo, jak i w układach złożonych. Praca jest istotnym wkładem w naukowe poznanie procesów i czynników decydujących o charakterystykach tribologicznych i użytkowych domieszkowanych smarów plastycznych, przy jednoczesnym uzyskaniu czytelności wywodu, który pozwala na odbiór dużej części opracowania jako podręcznikowego kompendium wiedzy o badanych materiałach smarowych. To osiągnięcie cenne pod każdym względem.

Dokładne przestudiowanie pracy P. mgr Inż. Szymona Senyka pozwala się przekonać, że założony przez Doktoranta **cel główny i cele szczegółowe zostały osiągnięte, a tezy udowodnione** metodami zgodnymi z kanonem obowiązującym we współczesnej nauce.

2.2. Metodyka badawcza

Lektura pracy pozwala łatwo zauważyć jeden z elementów wyróżniających pracę – wykorzystanie wielu, zaawansowanych, osadzonych w różnych dziedzinach nauki i często niezwykle odległych koncepcyjnie od siebie metod badawczych. Zarówno wybór tych metod, spośród wielu dostępnych, jak i uzyskane z ich pomocą wyniki wskazują na gruntowne przygotowanie merytoryczne Autora i bardzo wysoką sprawność analizy faktów i rozumowania na ich podstawie. Kreatywny dobór metod badawczych, znanych z praktyki technicznej, laboratoriów typowo tribologicznych (maszyny to badania tarcia i zużycia w modelowych skojarzeniach ruchowych), technologii smarów, a także fizyki ciała stałego na wysokim poziomie zaawansowania to osiągnięcie samo w sobie. Każda z metod została opisana jednocześnie przystępnie i wyczerpująco, a także poparta uzasadnieniem przyczyny wyboru danej metody. Opis metodyki jest zrealizowany zbiorczo, co ułatwia czytelnikowi wyrobienie sobie perspektywy odnośnie zakresu pracy i jej złożoności. Do każdej z metod przygotowano indywidualne procedury badawcze, obejmujące wybór materiału, przygotowanie próbek, zakres i sposób gromadzenia danych oraz ich późniejszej obróbki, a także prezentacji. Wszystkie te elementy tworzą doskonale dopasowaną 'układankę', z której można jednoznacznie odczytać zupełnie nowy obraz powiązań i zależności w układzie badanych obiektów. Praca wyczerpuje wszelkie wymagania metodyczne, obowiązujące w tego typu zadaniach.

2.3. Struktura rozprawy

Praca ma objętość 306 stron, podzielonych na 6 rozdziałów numerowanych, z uzupełnieniem w postaci dodatkowej sekcji *Wnisków końcowych i prognoz* badawczych, a także streszczenia, wykazów rysunków i tabel oraz spisu literatury. Układ pracy jest bardzo dobry i spełnia wszelkie wymagania formalne takie jak odniesienia do literatury w tekście, prawidłowo skomponowany spis treści czy spis oznaczeń, tabel i rysunków.

Pierwsze 4 rozdziały tworzą imponujące w swojej szczegółowości wprowadzenie do centralnej, eksperymentalnej części opracowania. i przegląd źródeł informacji, (łącznie 126 stron).

Całość dysertacji zakończona jest dwoma rozdziałami, stanowiącymi globalne podsumowanie na różnych poziomach. Rozdział 7 (2 strony) to syntetyczna konfrontacja założeń zawartych w tezach z wynikami uzyskanymi w wyniku przeprowadzonych badań doświadczalnych. Lektura tej części opracowania daje możliwość jednoznacznie pozytywnej oceny wyniku podjętego wysiłku analitycznego i badawczego – tezy badawcze zostały potwierdzone. W ostatnim rozdziale Autor zamieszcza 2 stronicowe podsumowanie całości swoich wysiłków, gdzie trafnie i lapidarnie streszcza przyczyny i założenia pracy, podjęte zadania badawcze, a następnie wymienia najważniejsze, praktyczne konsekwencje uzyskanych rezultatów, wraz z zaznaczeniem potencjalnych tematów przyszłych badań naukowych, mających stanowić kontynuację zakończonego etapu, będącego przedmiotem ocenianej dysertacji doktorskiej.

W całości pracy widoczne jest zachowanie dbałości o podręcznikową konstrukcję dysertacji naukowej, w której jest miejsce na analizy teoretyczne i przybliżenie aktualnego stanu wiedzy, metodykę, badania empiryczne, symulacje, dyskusję wyników i wnioski podsumowujące.

2.4. Odwołania do źródeł faktograficznych

Autor przedstawił obszerny przegląd prac źródłowych, związanych z podjętą przez niego tematyką. Lista prac obejmuje dokładnie 153 pozycje, wyczerpujące dostępne zasoby zarówno pod względem wątków merytorycznych, jak i zakresu czasowego (od lat 30-ych XX wieku aż po publikacje najaktualniejsze), a także typów publikacji (artykuły naukowe, normy, akty prawne UE, zasoby internetowe itd).

Sposób podania spisu materiałów źródłowych jest właściwy, zgodny z obowiązującym kanonem, a odwołania do poszczególnych pozycji w tekście rozprawy jednoznaczne i czytelne, płynnie wpisujące się w narrację.

2.5. Szczegółowa ocena merytoryczna i formalna rozprawy, z omówieniem struktury

Wprowadzenie – otwiera rozprawę i wprowadza czytelnika w skrótowy sposób w całość zagadnień, poruszonych w opracowaniu. Począwszy od genezy tribologii, jako dziedziny nauki, przez fundamentalne fakty, odnoszące się do smarów plastycznych i ich składników, opis najważniejszych właściwości heksagonalnego azotku boru (h-BN), aż po lapidarny zarys celu i zakresu pracy. Całość uzupełniona o informację na temat struktury dysertacji, z uwypukleniem najistotniejszych treści w kolejności ich następowania w toku narracyjnym tekstu.

Rozdział 1 – Analiza stanu zagadnienia – obejmuje 68 stron pracy i zawiera usystematyzowany ekstrakt współczesnego stanu wiedzy na temat smarów plastycznych, oraz znaczenia heksagonalnego azotku boru dla systemów tribologicznych. W tekście znajdziemy encyklopedyczne opisy i definicje opisujące w zrozumiały i zajmujący sposób najważniejsze cechy smarów plastycznych w rozbiciu na poszczególne składniki, z fachowo użytym aparatem pojęciowym oraz licznymi odniesieniami do literatury źródłowej. Scharakteryzowane są oleje bazowe, zarówno pod względem ich rodzaju, jak i właściwości fizykochemicznych, oraz pochodzenia. Autor znajduje też miejsce na odniesienie do cech istotnych dla środowiska naturalnego, takich jak zdolność do biodegradacji oleju. W dalszej części zamieszczony jest opis zagęszczaczy, z podziałem na grupy, według typu związku chemicznego i bardziej szczegółowym opisem charakterystyki każdej z grup, a także wzmiankami o znaczeniu tych charakterystyk dla cech użytkowych smarów. Bardzo interesująco prezentuje się informacja o udziale poszczególnych zagęszczaczy w woluminie produkcji smarów plastycznych (Rys. 1.3.), która pozwala na łatwe usytuowanie istotności każdego z typów zagęszczaczy w realiach techniki. W dalszej części rozdziału następuje naturalne przejście do opisu dodatków uszlachetniających smar, z podziałem na role, w zależności od funkcji, np. przeciwwzuźyciowej, czy przeciwwzatarciowej. W tym miejscu Autor zwraca uwagę na znaną metodę kształtowania właściwości smarów plastycznych poprzez wzbogacenie ich składu o dodatki, które posiadają

właściwości smarowe, jako ciała stałe. Wymienia tu heksagonalny azotek boru (h-BN), stosowany jako samodzielny środek smarowy.

Dalej przedstawione są opisy podstaw technologicznych wytwarzania smarów plastycznych, wraz z informacją o strukturze rynku odbiorców tego typu produktów i typowych zastosowań. Autor omawia też podstawy reologii smarów plastycznych i ich struktury wewnętrznej, po czym opisuje właściwości smarów, z rozwiniętą sekcją poruszającą kwestie funkcjonowania smaru w systemie tribologicznym i właściwości tribologicznych smaru plastycznego. Przywołane są też i adekwatnie omówione obowiązujące normy, wykorzystywane jako podstawy metodologiczne w badaniach doświadczalnych tych właściwości, zarówno polskie (w tym ekwiwalentne z normami międzynarodowymi), jak i amerykańskie. Autor zwraca słusznie uwagę na znaczące różnice w podejściu zalecanym przez każdą z norm i wynikające z tego faktu utrudnienia w interpretacji i porównaniach wyników badań, które to zagadnienie napotyka na dodatkowe komplikacje, wynikające z istnienia na rynku wielu tribometrów o różnych konfiguracjach geometrycznych i kinematycznych elementów tworzących badawczy system tribologiczny.

Logiczną konsekwencją wcześniejszych obserwacji jest przypomnienie prac Stribecka i Hersey'a oraz wynikających z nich klasycznych charakterystyk współczynnika tarcia w układach ślizgowych ze smarowaniem cieczą, przy uwzględnieniu prędkości ruchu względnego i grubości warstwy smarującej, która rozdziela powierzchnie skojarzenia ciernego. Znaczenie tych charakterystyk trudno przecenić i możliwość ich wykorzystania do oceny parametrów użytkowych smarów stałych jawi się jako pożyteczna w najwyższym stopniu. W tym przypadku ważny jest jednak fakt zdecydowanie innej charakterystyki fizycznej smaru plastycznego, w porównaniu ze smarami ciekłymi. Szczegóły wpływu tego czynnika i jego skutków dla praktyki badawczej również zostały opisane w przejrzysty i wyczerpujący sposób, wraz z informacjami o instrumentarium, dostępnym w macierzystej jednostce Autora. Istotne jest, że na tym etapie zadania prowadzone jest rozumowanie, pozwalające na zgromadzenie listy cech smaru plastycznego, metod ich pomiaru, istotności tych cech dla właściwości użytkowych smaru, ale ponad wszystko, potencjalnego znaczenia każdego z tych elementów opisu i techniki badawczej dla ustalenia wpływu dodatku mikro i nanocząstek heksagonalnego azotku boru na właściwości smarów. De facto, jest tu więc prowadzona równolegle analiza istniejącego stanu wiedzy i techniki doświadczalnej oraz selekcja metod, które można wykorzystać na dalszych etapach pracy.

W dalszej części pracy Autor charakteryzuje ważną grupę smarów stałych. Cechą wyróżniającą te substancje jest budowa lamelarna na poziomie struktury atomowej. We wszystkich przypadkach są to krystaliczne związki chemiczne, zbudowane z warstw jednoatomowych, połączonych silnymi wiązaniami kowalencyjnymi, z kolei połączenia pomiędzy warstwami mają charakter słabych sił Van der Waalsa. Ta cecha decyduje o właściwościach smarnych tych związków, ponieważ pozwala na łatwe poślizgi pomiędzy warstwami, co makroskopowo skutkuje efektem niskich wartości współczynnika tarcia w skojarzeniach ślizgowych, w których obecny jest jeden ze związków z opisywanej grupy. Spośród tej grupy Autor wybiera do dalszych prac heksagonalny azotek boru i jego wpływ na smary plastyczne. Wyrażone jednoznacznie i wprost stwierdzenie tego typu prowadzi ku dalszej części ze szczegółową charakterystyką drugiego z kluczowych elementów badań – dodatku do smaru plastycznego w postaci wybranego, nieorganicznego smaru stałego.

Opis cech azotku boru (podrozdział 1.3.2.) obejmuje wszelkie odmiany tego związku, włączając koloidalne i w fazie gazowej. Autor wspomina też o rozważanym potencjale tego związku chemicznego do tworzenia struktur o cechach nanorurek, czy fullerenu (w tekście mylnie zapisanych jako 'fluereny' – str 43). Uzupełnieniem opisu jest propedeutyczny zarys technologii wytwarzania tego związku chemicznego w odmianie heksagonalnej, wraz z informacją o genezie odkrycia korzystnych tribologicznie właściwości heksagonalnego azotku boru. Aktualnie, związek ten jest źródłem dużych nadziei na rozwój środków smarowych, w szczególności przy uwzględnieniu wymagań ekologicznych i biokompatybilności, które są bardzo istotną zaletą azotku boru. Istnieje bowiem niezwykle

korzystna kombinacja właściwości tribologicznych i na tyle wysokiej biokompatybilności azotku boru, że znajduje on wielorakie zastosowanie w przemyśle kosmetycznym, włącznie ze stosowanymi w bezpośrednim pobliżu oczu i błon śluzowych użytkownikami. W czasach wysokiego zanieczyszczenia środowiska naturalnego ta ostatnia cecha jest ważnym atutem.

Dalsza sekcja pracy (podrozdział 1.3.3.) skupia się na kwestiach związanych z nanododatkami do smarów plastycznych i już na początku Autor zwraca uwagę, na istnienie prac o tematyce obejmującej właściwości tak domieszkowanych smarów plastycznych, jednak zwraca uwagę, że w przypadku heksagonalnego azotku boru liczba opracowań jest niewielka. W dalszej części wywodu przedstawione są definicje nanocząstek i nanomateriałów, wynikające z dostępnych norm, celowanych analiz i dokumentów prawnych (m.in. Komisji Europejskiej), wraz z informacją o metodyce ustalania kryteriów. Konkluzją, wynikającą z aktualnego stanu wiedzy jest wskazanie na rozmiary od 1 nm do 100 nm, jako zakresu granulacji cząstek uznawanego za skalę nano. Konsekwencją takiego rozumienia podstawowego kryterium oceny przynależności materiałów rozdrobnionych do klasy nanocząstek jest też definicja nanomateriału, jako takiego, który zawiera celowo dodane cząstki o właśnie takich rozmiarach. Zdefiniowawszy skalę nano, Autor przechodzi do opisu właściwości nanocząstek – przyczyny zainteresowania badaczy – pozwalających uzyskać efekty korzystnych zmian charakterystyk materiałów złożonych. Wskazane są dwa źródła zmian: właściwości samego materiału, z którego zbudowane są nanocząstki (np. podatność na ścinanie) i bardzo duża powierzchnia zewnętrzna w stosunku do objętości, co przyczynia się, dla przykładu, do intensyfikacji reaktywności chemicznej. Dalej wymienione są znane, najważniejsze efekty, skutkujące zmianami charakterystyki tribologicznej, nazwane 'mechanizmami smarowania nanocząstkami'. O ile w pełni zgadzam się z 'efektem łożyska kulkowego' i 'tworzeniem warstwy ochronnej', o tyle 'efekt naprawczy' i 'efekt polerowania/wygładzania' to raczej przypadki modyfikacji powierzchni, a nie samego smarowania; co nie zmienia faktu, że ostatnie dwa efekty będą skutkować ograniczeniem zużycia i oporów tarcia. Klauzurą sekcji pracy jest przedstawienie listy substancji zawierających wykorzystywanych jako nanododatki do smarów plastycznych, którymi badacze interesowali się do tej pory, ze kolejną wskazówką odnośnie dużych luk w opisie właściwości smarów plastycznych z dodatkiem heksagonalnego azotku boru.

Specyficzne właściwości nanocząstek wynikają z ich rozmiarów i wielu czynników morfologicznych, czemu poświęcony jest kolejny podrozdział (1.3.4.). Przykłady takich czynników/parametrów zawarto w Tabeli 1.4., gdzie wraz z takimi cechami nanocząstek, jak forma geometryczna, struktura krystaliczna, skład chemiczny i powierzchnia właściwa wymieniono rekomendowane techniki określania wartości tych cech, obejmujące SEM, XRD czy metody oparte na absorpcji gazów. Dalsze opisy wskazują konkretne dane na temat właściwości fizycznych i chemicznych azotku boru na różnych poziomach, z logicznymi wskazówkami do praktycznego wykorzystania dostępnych metod w dalszych częściach pracy.

Ostatnią, 26-cio stronicową częścią rozdziału jest podpunkt 1.4. *Analiza literatury dotyczącej zastosowania heksagonalnego azotku boru w smarach plastycznych*. Ta część jest na tyle obszerna, że została opatrzona osobnym wstępem – streszczeniem, zawierającym wskazanie odnośnie istnienia jednocześnie wyraźnego, aktualnego zastosowania badaniami nad heksagonalnym azotkiem boru w smarach plastycznych i niewielkiej, jak dotąd, liczbie publikacji na ten temat. Te fakty, przy zauważonych trendach w postaci rozdzielności badań nad wpływem stężenia oraz granulacji azotku boru na charakterystykę smaru, a także wątków badawczych odnoszących się do własności tribologicznych oraz parametrów reologicznych smarów, zostały wskazane jako kryteria do grupowania dostępnych pozycji w dalszej części pracy, z oczywistymi konsekwencjami dla kolejnych części dysertacji. Następujące dalej podpunkty rozdziału to autentyczne kompendium wiedzy na temat aktualnego stanu badań nad nanodomieszkowanymi smarami plastycznymi. Autor wykazał się godną podziwu dociekliwością i drobiazgowością w poszukiwaniach źródeł, a jednocześnie umiejętnością tworzenia syntetycznych streszczeń, przy uwypukleniu najistotniejszych faktów i powiązaniu poszczególnych publikacji w ciąg narracyjny. Całość została wsparta prezentacją wyników

własnych, wstępnych badań na przykładowych smarach plastycznych z 5 i 10% domieszką h - BN na aparacie czterokulowym T-02. Wyniki dobitnie wskazują na istnienie pozytywnych efektów stosowania domieszki h-BN do smarów i potwierdzają słuszność wyboru tematu.

Rozdział 2 – Podsumowanie analizy stanu zagadnienia – wnioski programowe – pozwala zapoznać się z przemyśleniami Autora, wynikającymi z przeprowadzonych studiów źródłowych i własnych badań wstępnych. Trafnie zakreślone są obszary działania i cechy smarów plastycznych, dające się wyróżnić jako charakterystyczne dla dotychczasowych dociekań odnoszących się do podjętego tematu. Dwie główne kwestie to specyfika wszelkich smarów plastycznych (w tym ze specjalnymi domieszkami) oraz charakterystyka tribologiczna smarów stałych. Jako ostatnią kwestię Autor wskazuje heksagonalny azotek boru, zarówno stosowany jako smar stały, jak i dodawany do smarów plastycznych, która to substancja wymaga szerokiego i dokładnego opisu, aby dysertacja mogła uzyskać odpowiednią podbudowę teoretyczną. Dalsza synteza informacji zgromadzonych z dostępnych źródeł prowadzi do roboczej konkluzji o istnieniu potrzeby kompleksowej oceny „*właściwości tribologicznych smarów plastycznych zawierających nanocząstki i mikrocząstki h-BN, a także analiza ich wpływu na inne kluczowe parametry użytkowe smarów, istotne z perspektywy ich wykorzystania w rzeczywistych układach ciernych*”. Z uwagi na złożoność problematyki, Autor sformułował 11 wniosków programowych, eksponujących każde z odrębnych zagadnień badawczych, składających się na przekrojowe badania właściwości smarów plastycznych z domieszką h-BN, stanowiące podstawę koncepcyjną przedstawionej dysertacji.

Rozdział 3 – Teza, cele, zakres pracy oraz charakterystyka obiektów badań – zawiera treść doskonale zgodną z tytułem. Widoczne są w nim efekty wcześniejszego, niezwykle drobiazgowego rozpoznania stanu wiedzy oraz twórczych przemyśleń i wstępnych badań własnych Autora. Główna teza rozprawy traktuje o możliwości uzyskania wymiernych efektów poprawy właściwości tribologicznych smarów plastycznych domieszkowanych h-BN, pod warunkiem doboru właściwych stężeń i granulacji tego dodatku. Autor przedstawia również 3 wyraźne cele rozprawy:

- „1. Szczegółowa ocena właściwości fizykochemicznych pozyskanych azotków boru;
2. Ustalenie właściwej zawartości heksagonalnego azotku boru w smarach plastycznych w oparciu o badania tribologiczne, przeprowadzone z użyciem różnych tribotesterów, w warunkach tarcia ślizgowego;
3. Określenie wpływu heksagonalnego azotku boru na inne niż tribologiczne właściwości użytkowe smarów plastycznych.”

Ta, co najmniej wystarczająca, forma przedstawienia tezy i celów pracy jest wsparta dodatkowym podrozdziałem (3.2. *Zakres i program pracy*), gdzie specjalny schemat blokowy, opisuje, z informatyczną wręcz precyzją, algorytm badań. Uważam ten zabieg za bardzo pomocny, zważywszy na złożoność zależności w systemie tribologicznym ze smarem plastycznym oraz powiązań fizykochemicznych w tej wieloskładnikowej i wielofazowej mieszaninie, jaką jest smar plastyczny. Całość jest uzupełniona wskazaniem modułów całości zadania, wykonanych w trakcie realizacji pracy doktorskiej, tworząc spójną i kompletną całość, będącą interludium w rozprawie, kończącym etap przygotowań źródłowych, a rozpoczynającym etap badawczy.

W podrozdziale 3.3 Autor z żelazną konsekwencją kieruje uwagę czytelnika ku obiektom badawczym, przybliżając szczegóły dotyczące zastosowanych smarów plastycznych, heksagonalnego azotku boru i innych dodatków uszlachetniających, obecnych w jednym z wybranych smarów przed dodaniem h-BN. Wskazane są też konkretne produkty rynkowe, jako smary plastyczne bazowe (wytworzone w kontrolowanych warunkach), są to smar litowy bez dodatków, smar litowy z dodatkiem ZDDP i SIB oraz smar wapniowy. Wszystkie pochodzą od tego samego producenta. W programie badań przewidziano wzbogacenie każdego ze smarów przez dodanie h-BN w ilości 1, 3, 5 i 10 % (wagowo). Dla każdego stężenia przygotowano po cztery, osobne próbki wzbogaconego smaru. Zastosowanie cztery odmiany proszku h-BN pochodzące od trzech, różnych dostawców, z

dwiema odmianami h-BN pochodzącymi od tego samego dostawcy. Tak opracowana partia materiałów badawczych pozwala na pokrycie odpowiednio dużego zakresu parametrów, obserwację wpływu zmienności właściwości h-BN i wykonać zadowalająco dużą liczbę powtórzeń, aby po wykonaniu właściwej części doświadczalnej móc przeprowadzić prawidłową analizę z elementami statystyki, a także uniknąć błędów przypadkowych. Procedura przygotowania próbek smaru (podpunkt 3.3.3.) została zbudowana w oparciu o podobne zadania szczegółowe, opisane w innych pracach (skrótów opisów zebrane w tabeli 3.1). Ostatecznie, zastosowano mieszanie mechaniczne, uzupełnione sonikacją (ujednorodnienie z użyciem ultradźwięków), z ostatecznym doбором czasów mieszania dokonywanym po wstępnych próbach – kryterium uzyskania jednorodnej mieszaniny. Smary zostały poddane badaniom tribologicznym w trzech systemach tribologicznych:

1. węzeł tribologiczny zestawu UNMT skonfigurowany do pracy w ruchu posuwisto-zwrotnym
2. węzeł tribologiczny aparatu czterokulowego T-02 (ruch obrotowy),
3. węzeł tribologiczny zestawu UNMT skonfigurowany do pracy w ruchu w ruchu obrotowym.

Jako próbki wykorzystano kulki łożyskowe ze stali 100Cr6 (63-67 HRC) i płytki wykonane ze stali narzędziowych do pracy na zimno w stanie obrobionym cieplnie do twardości około 62 HRC (odpowiedniki stali NC4 i NC6). W próbach z ruchem posuwisto-zwrotnym i ruchem obrotowym w skojarzeniach kula – płaszczyzna/tarcza wykorzystywano kulki o średnicy 3,2 mm, a w układzie czterokulowym o średnicy 12,7 mm. Dobór urządzeń badawczych, układów geometrii skojarzeń tribologicznych oraz kinematyki ruchu podczas badań uważam za prawidłowy, zgodny z celem pracy i adekwatny do parametrów smarów, które pragnął określić Autor. Charakterystykę obiektów badań uważam za kompletną.

Rozdział 4–Metodyki badawcze – to kolejny przykład drobiazgowości i kompletności w realizacji zadań cząstkowych w pracy Autora. Sekcja o objętości ponad 10% rozprawy pozwala każdemu czytelnikowi na zrozumienie w pełni jak przygotowane były elementy aparatury badawczej i metod analizy danych w celu osiągnięcia zamierzonego efektu. Nie dopatrzylem się luki, czy niedociągnięcia w opisie i mam głębokie przekonanie o możliwości precyzyjnej replikacji badań wykonanych przez Autora w oparciu o ten opis metodyki. Jest to w istocie podręcznik przygotowania aparatu badawczego do dokładnie takich badań, jakie zawiera sprawozdanie – rozprawa doktorska. Życzyl bym sobie, aby wszystkie tego typu prace zawierały podobnie bezbłędną relację metodyczną.

Rozdział 5 – Wyniki badań eksperymentalnych – opisuje na ponad 130 stronach (najobszerniejszy rozdział pracy) wyniki badań urzeczywistnionych dokładnie w zgodzie z algorytmem realizacji pracy doktorskiej, opisanym wcześniej w podrozdziale 3.2.. Metodyczne i drobiazgowo studia nad kolejnymi elementami 'naukowej układanki' doczekują się kolejno urzeczywistnienia w postaci pomiarów i analizy danych. Prace zostały podzielone na trzy segmenty: badania heksagonalnego azotku boru i smarów bazowych, badania właściwości tribologicznych smarów plastycznych (główny cel przedsięwzięcia), badania właściwości użytkowych smarów plastycznych. Ponownie, sekwencja jest logiczna, a przekaz zrozumiały.

W pierwszej kolejności wykonane zostały badania stanów pierwiastków chemicznych, obecnych na powierzchni próbek proszków metodą XPS. Przeanalizowano energię wiązań (rodzaje wiązań występujących w proszku) oraz koncentrację pierwiastków, uwidaczniając niewielkie, choć wyraźne różnice pomiędzy posiadanymi próbkami. Następnie przeprowadzono badania metodą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), uzyskując kolejne potwierdzenie prawidłowej struktury krystalicznej próbek, jednocześnie zauważając wyraźne różnice między proszkami pochodzącymi od różnych dostawców. Kolejny etap to badanie obrazowe SEM, z porównaniem morfologii cząstek proszków w czterech próbkach i oceną rozkładu rozmiarów dla każdej z nich. To badanie pozwoliło również dokonać kontroli, czy proszki faktycznie mieszczą się w klasie materiałów o nanorozmiarach. Tabela 5.2. zawiera zestawienie automatycznego zliczania cząstek w obrazowaniu SEM z wydzieleniem klasy nano. Z pomiaru wynika, iż cząstki faktycznie mieszczące się w zakresie nano stanowią jedynie część (od 9,2 do 33,4 %), a w przypadku próbki 'D' wszystkie cząstki miały rozmiary powyżej umownej granicy nanocząstki. Badania struktury proszków zakończono pomiarami adsorpcji

azotu, dzięki którym zidentyfikowano powierzchnię właściwą, objętość porów i typowe rozmiary porów. W próbce 'A' wykryto pory o rozmiarze 0,5 nm (materiał nanoporowaty), natomiast w przypadku próbki 'D' (mikro, a nie nanoproszku) zarówno powierzchnia właściwa, jak i całkowita objętość porów okazały się kilkukrotnie mniejsze, niż w pozostałych próbkach proszku. Kolejnym, ostatnim już etapem badań smarów bazowych przygotowanych do dalszej obróbki są testy reologiczne z wykorzystaniem standaryzowanych metod. Zidentyfikowano profile lepkości tych materiałów w funkcji szybkości ścinania, gdzie zaobserwowano wyraźny spadek lepkości smarów wraz z narastającym gradientem prędkości ścinania, co jest zgodne ze znanymi właściwościami smarów plastycznych. Zgromadzona baza danych właściwości fizykochemicznych materiałów wsadowych jest kompletna w zakresie aktualnie dostępnym, z uwagi na istniejące metody badawcze, które można uznać za istotne dla niniejszej pracy.

Wyniki badania smarów o różnej kompozycji w warunkach testów tribologicznych są zgromadzone w podrozdziale 5.2., z podziałem na poszczególne skojarzenia (geometria i kinematyka). Wyniki testów zostały zaprezentowane w postaci zestawień tabelarycznych i wykresów. Opisane wcześniej w rozdziale 4 metody doświadczalne znajdują zastosowanie do uzyskania danych o zmianach w mierzonych oporach tarcia i zużyciu w szerokim zakresie parametrów, co przekłada się na wyczerpujący, przekrojowy obraz wzajemnych zależności w analizowanym systemie. Z powodu osobistego doświadczenia badawczego uważam ten rozdział za najbardziej interesujący, z jednoczesnym dużym uznaniem dla obszernej części opisującej wszystkie etapy kompleksowych przygotowań do stanowiskowych badań tribologicznych. Wyniki są zgromadzone i opisane w niezwykle przejrzysty sposób, przy wysokiej dbałości o czytelność, o którą mogło być trudno przy tak dużej liczbie czynników objętych dociekaniem, jednak w tym przypadku prezentacja jest perfekcyjna. Same wyniki są niezwykle interesujące, ze względu na fakt iż udało się uchwycić wyraźne różnice między różnymi parametrami tribologicznymi w zależności od rodzaju smaru i nanoproszku h-BN, a także od stężenia tego proszku w smarze. Jako najciekawsze z obserwacji należy wskazać istnienie pewnego stężenia proszku – 3%, lub 5% (w zależności od typu skojarzenia ciernego) - przynoszącego największą poprawę charakterystyki tribologicznej wzbogaconego smaru oraz ciekawy efekt intensywności poprawy efektu korelujący z faktyczną zawartością frakcji nanocząstek w proszku. Przykładowo, proszek h-BN oznaczony literą 'D' (de facto, mikro, a nie nanoproszkiem), dawał mierne, lub niezauważalne efekty poprawy charakterystyki tribologicznej smaru. W odniesieniu do wyników badań w aparacie czterokulowym można stwierdzić, że w pewnych warunkach, szczególnie przy największym stężeniu proszku o symbolu 'D', widoczne jest pogorszenie przeciwcierne oddziaływania smaru, co jest szczegółowo przedyskutowane w tekście pracy.

Badania tribologiczne są znakomicie uzupełnione obserwacjami SEM i analizą EDS, z interesującym omówieniem wyników i merytorycznie uzasadnionym wnioskowaniem. Zauważono wyraźne efekty obecności dodatków do smaru oraz różnice w morfologii powierzchni po tarcu przy smarowaniu smarami o różnej kompozycji.

Podrozdział 5.2. zawiera usystematyzowane podsumowanie, z długą listą najważniejszych obserwacji, które można odczytywać wręcz jako podręcznikowe zalecenia do metodyki domieszkowania smarów plastycznych proszkiem h-BN, z uwagi na ich właściwości tribologiczne.

Ostatecznie, sekcja poświęcona badaniom doświadczalnym smarów, zamknięta jest podrozdziałem 5.3., zawierającym badania innych właściwości użytkowych smarów, takich jak temperatura kroplenia, czy penetracja, a w dalszej części również badania struktury smarów plastycznych, w obserwacji mikroskopem optycznym i SEM. Jak we wcześniejszych częściach pracy, tak i tu wyniki są zebrane w esencjonalny sposób i wyeksponowane w przejrzysty, łatwy do przyjęcia sposób. Przykładowo można zwrócić uwagę na kwestię związania cząstek h-BN z osnową smaru, gdzie ponownie dodatek 'D' wykazywał brak integracji większych cząstek z pozostałymi składnikami smaru, co można wskazać jako jedną z przyczyn najgorszych wyników zmian właściwości smarów po dodaniu tego typu proszku. Przeciwny efekt, dobrej integracji cząstek z osnową, wystąpił dla proszku 'A', który charakteryzuje się najmniejszą

granulacją. Autor zauważa, że w przypadku pozostałych proszków h-BN widoczna jest nie tylko poprawa właściwości tribologicznych, ale i innych, fizycznych właściwości smarów plastycznych. Całość zamyka podsumowanie segmentu badań, ponownie w postaci jednoznacznych, skupionych stwierdzeń, wyłuszczać najistotniejsze fakty.

Rozdział 6 - Podsumowanie wyników badań i ich analizy – o sześciostronicowe kompendium, opisujące esencję badawczej części pracy: rodzaj badań, uzyskane wyniki i ocenę zaobserwowanych efektów z odniesieniem do właściwości fizykochemicznych składników mieszaniny, jaką jest smar plastyczny. Być może praca mogłaby zostać zakończona bez takiego rozdziału, jednak ten dodatkowy wysiłek stanowi bardzo pozytywny akcent, ponieważ umożliwia czytelnikowi dokonanie szybkiego, zbiorowego powtórzenia najważniejszych faktów, które stanowią o wartości podjętego trudu.

Wnioski końcowe i prognozy badawcze – to ostateczne uporządkowanie wyników, gdzie przedstawiono 8 wniosków końcowych, uwypuklających najważniejsze obserwacje empiryczne, nasuwających się podczas lektury pracy, jednak zasługujących na podkreślenie. Potwierdzona skuteczność h-BN, jako dodatku przeciwtarciowego i przeciwzużyciowego znajduje tu wyraźne połączenie z fizykochemicznymi parametrami smarów i nano (lub mikro) proszku, ze wskazaniem na czynniki takie jak stężenie proszku w smarze, czy obecność dodatków przeciwtarciowych. Dalej Autor wymienia 4 najważniejsze osiągnięcia, będące efektami pracy badawczej. Oceniam ten element dysertacji jako doskonale zgodny ze stanem faktycznym, opisanym w poprzedzających częściach tekstu. Ostatecznie, przedstawione są dalsze perspektywy badawcze, wymienione jako 5 punktów, które dają uzasadnioną nadzieję na kontynuację podjętej tematyki i nadzieję na rychłe, nowe i ciekawe wyniki badań.

2.6. Poprawność językowa i formalna rozprawy

Pod względami i formalnym recenzowana praca doktorska zasługuje na ocenę pozytywną. Polszczyzna jest prawidłowa, a styl dopasowany do tematyki. Ewentualne, rzadkie i drobne braki stylistyczne, czy błędy językowe, albo pomyłki edycyjne są bardzo nieliczne i pozostają bez wpływu na jednoznaczność i przystępność przekazu.

Opracowanie posiada wszelkie elementy wymagane formalne w doktoracie. Przekaz jest ukształtowany świadomie, z ostrym wyróżnieniem kolejnych elementów wywodu w tekście pracy. Metodyka pracy, tezy, cele, wyniki badań wraz z interpretacją podane są jednoznacznie, w bezpośredni sposób, przy zachowaniu odniesień do fundamentalnej merytoryki rozprawy.

3. WNIOSKI I KONKLUZJA

Praca Pana mgr Inż. Szymona Senyka stanowi wartościowy wkład we współczesną naukę, z wyraźnym potencjałem aplikacyjnym. Osiągnięcie zaprezentowanych rezultatów wymagało od Autora bardzo dużego, ponadprzeciętnego nakładu pracy, badań źródłowych i rozwoju własnych kompetencji w trakcie realizacji.

Jako szczegółowe zalety pracy należy wymienić:

- stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, prawidłowo zdefiniowanego przez sformułowanie tezy i szczegółowych celów badawczych,
- wykazuje wiedzę teoretyczną Doktoranta w reprezentowanej dyscyplinie,
- potwierdza zdolność Doktoranta do samodzielnej pracy naukowej.

Jako najważniejsze **zalety** recenzowanej rozprawy należy wymienić:

- aktualność i ważność niezmiennie istotnego tematu doskonalenia środków smarowych,
- przejrzystość monografii i uporządkowany wywód,
- solidną i szeroko rozbudowaną metodykę,
- przeprowadzenie dobrze przygotowanych, badań doświadczalnych o wysokiej jakości,

- prawidłowe opracowanie i przejrzysta prezentacja wyników badań doświadczalnych,
- umiejętność samodzielnego formułowania prawidłowych wniosków.
- konkretny i prawidłowy stylistycznie język, dobrze przekazujący treść rozprawy,

Stwierdzam, że przedstawiona do recenzji dysertacja doktorska spełnia wymogi **Ustawy z dnia 14 marca 2003 r.** o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (tekst jedn. Dz. U. z 2017 r., poz. 1789 z późn. zm.). i reprezentuje dyscyplinę **budowa i eksploatacja maszyn** (wg. starej klasyfikacji, obecnie zastąpione przez **inżynierię mechaniczną**), więc **wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Wojskowej Akademii Technicznej o jej dopuszczenie do publicznej obrony.**

Jednocześnie, w związku z oryginalnością pracy, szerokim zakresem badań, oryginalnym podejściem i praktycznym znaczeniem uzyskanych wyników, **wnioskuję o wyróżnienie pracy.**

Sporządził:



Dr hab. inż. Jacek Łubiński, prof. Politechniki Gdańskiej