

Załącznik Nr 2

Autoreferat

dr inż. Marzanna Książek

**Instytut Odlewnictwa
Kraków, czerwiec 2012**

M. Książek

Spis treści

1. Imię i nazwisko
2. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe/ artystyczne – z podaniem nazwy, miejsca i roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej
3. Informacje o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych
4. Wskazanie osiągnięcia wynikającego z art. 16 ust. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym (Dz. U. nr 65, poz. 595 ze zm.):
 - a) tytuł osiągnięcia naukowego
 - b) omówienie celu naukowego ww. pracy/prac i osiągniętych wyników wraz z omówieniem ich ewentualnego wykorzystania
5. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych (artystycznych)
 - 5.1. Studia magisterskie
 - 5.2. Studia doktoranckie
 - 5.3. Przebieg pracy zawodowej
 - 5.4. Charakterystyka dorobku naukowego
 - 5.4.1. Dorobek naukowy w latach 1989-1993
 - 5.4.2. Dorobek naukowy w latach 1994-2008
 - 5.4.3. Dorobek naukowy w latach 2006-do chwili obecnej
 - 5.5. Działalność ekspercka, dydaktyczna i organizatorska

Wykaz opublikowanych prac naukowych lub twórczych prac zawodowych oraz informacja o osiągnięciach dydaktycznych, współpracy naukowej i popularyzacji nauki

1. Imię i Nazwisko.

Marzanna Książek

2. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe/ artystyczne – z podaniem nazwy, miejsca i roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej.

- magister inżynier, dyplom ukończenia studiów na Wydz. Technologii i Mechanizacji Odlewnictwa, spec. Odlewnictwo Metali Nieżelaznych, Akademia Górniczo-Hutnicza (AGH) w Krakowie, 1984;
- magister inżynier, dyplom ukończenia studiów na Wydz. Metali Nieżelaznych, spec. Przeróbka Plastyczna i Metaloznawstwo Metali Nieżelaznych Akademia Górniczo-Hutnicza (AGH) w Krakowie, 1987;
- doktor nauk technicznych, uzyskanie stopnia doktora nauk technicznych za pracę: *Wpływ sposobu odkształcenia na umocnienie monokryształów cynku*, Wydział Metali Nieżelaznych AGH w Krakowie, 1994.

3. Informacje o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych/ artystycznych.

- studia doktoranckie na AGH, 01.10.1988-30.06.1993;
- Instytut Odlewnictwa w Krakowie, adiunkt w Pracowni Metalowych Materiałów Kompozytowych, przekształconej w roku 1997 w Laboratorium Fizykochemii Metali i Stopów, 05.04.1994 – 31.08.2004; Kierownik Zespołu Laboratoriów Badawczych i Kierownik ds. Jakości w Zespole Laboratoriów Badawczych od 01.09.2004.

4. Wskazanie osiągnięcia* wynikającego z art. 16 ust. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. nr 65, poz. 595 ze zm.):

- a) tytuł osiągnięcia naukowego/artystycznego,
Jednotematyczny cykl publikacji zatytułowany: „Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na strukturę i właściwości połączeń metal/tlenek glinu”

(autor/autorzy, tytuł/tytuły publikacji, rok wydania, nazwa wydawnictwa)

Publikacje stanowiące cykl prac: „Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na strukturę i właściwości połączeń metal/tlenek glinu”	Proc. udział habilitanta
MK1. M. Książek , N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, I. Surowiak “Wetting and bonding strength in Al/Al ₂ O ₃ system” <i>Materials Science and Engineering A324</i> (2002) 162-167	70
MK2. M. Książek , N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, I. Sulima “Influence of surface modification of alumina substrates on wetting-bond strength relationship in Al/Al ₂ O ₃ system” <i>Transactions of JWRI, Vol. 30</i> (2001) 119-124, Special Issue	70
MK3. M. Książek , B. Mikulowski „Wpływ powłoki Nb nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia Al/Al ₂ O ₃ ” <i>Ceramika/Ceramics, vol. 103/1</i> (2008) 725-732	80
MK4. M. Książek , B. Mikulowski, M. Richert “Effect of Nb+Ti coating on the wetting behavior, interfacial microstructure, and mechanical properties of Al/Al ₂ O ₃ joints” <i>Journal of Materials Science, Vol. 45</i> (2010) 2194-2202	80
MK5. M. Książek , M. Richert, A. Tchorz, L. Boron “Effect of Ti, Nb and Ti+Nb coatings on the bond strength – structure relationship in Al/Al ₂ O ₃ joints” <i>Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 21 No 5</i> (2012) 690-695	75

MK6. M. Książek , N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwiłł „Wpływ powłoki TiO ₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i właściwości mechaniczne połączenia w układzie Al/Al ₂ O ₃ ” Archiwum Technologii Maszyn i Automatyzacji Vol. 24 nr 1 specjalny, wyd. Politechniki Poznańskiej 2004, s. 137-146	70
MK7. N. Sobczak, R. Asthana, M. Książek , W. Radziwiłł, B. Mikulowski “The effect of temperature, matrix alloying and substrate coatings on wettability and shear strength of Al/Al ₂ O ₃ couples” Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 35A (2004) 911-923	30
MK8. M. Książek , N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwiłł “Influence of surface modification of alumina substrates on wetting-bond strength relationship in Cu/Al ₂ O ₃ system” Proceedings from Materials Solutions 2002 on Joining of Advanced and Specialty Materials V , Columbus, Ohio (2002) 96-100	70
MK9. M. Książek , B. Mikulowski, N. Sobczak, W. Radziwiłł, M. Radecka „Wpływ powłoki SnO ₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Cu/Al ₂ O ₃ ” Ceramika/Ceramics Vol. 91 (2005) 678-684	80
MK10. M. Książek , N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwiłł, B. Winiarski “Bond strength and microstructure investigation on Al ₂ O ₃ /Al/Al ₂ O ₃ joints” Surface and Interface Analysis, Vol. 36 (2004) 673-676	75
MK11. M. Książek , N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwiłł, B. Winiarski, M. Wojcik “Influence of surface modification of alumina on bond strength in Al ₂ O ₃ /Al/Al ₂ O ₃ joints” Journal Materials Science, Vol. 44 (2005) 2513-2517	70
MK12. M. Książek , B. Mikulowski “Bond strength and microstructure investigation of Al ₂ O ₃ /Al/Al ₂ O ₃ joints with surface modification of alumina by titanium” Materials Science and Engineering A 495 (2008) 249-253	80

We wszystkich pracach, oprócz pracy MK7 byłem autorem scenariusza badań, kierowałem przeprowadzaniem eksperymentów jak również znaczna ich część została wykonana przeze mnie. Ponadto pisałem artykuły, które przed opublikowaniem były dyskutowane z współautorami.

Kopie prac naukowych stanowiących jednotematyczny cykl publikacji wraz z oświadczeniami współautorów, prezentującymi wkład w powstanie publikacji zamieszczono w Załączniku Nr 3.

b) omówienie celu naukowego/artystycznego ww. pracy/prac i osiągniętych wyników wraz z omówieniem ich ewentualnego wykorzystania.

Wprowadzenie

Zagadnienia łączenia metali z ceramiką stanowią ogromne zainteresowanie badaczy na całym świecie z uwagi na możliwość zastosowań połączeń metal/ceramika zarówno jako materiałów konstrukcyjnych jak i funkcjonalnych. Połączenia metal/ceramika wykazują szereg unikatowych właściwości, które nie występują w takiej kombinacji w jakimkolwiek tworzywie. Ponadto zastosowanie połączenia metal/ceramika pozwala na uzyskanie tworzywa o dużych możliwościach w stosunku do ceramiki, lub metalu i o lepszych właściwościach sumarycznych w szerokim zakresie temperatury. Aplikacja połączeń metal/ceramika wynika głównie z faktu, że zastosowanie plastycznego metalu w konstrukcji połączenia powoduje dyssypację koncentracji naprężeń, dzięki czemu wzrasta odporność na pękanie ceramiki w miejscach wytężonych. Dlatego też możliwym jest szerokie stosowanie połączenia ceramiki korundowej (Al₂O₃) z metalami w przemyśle lotniczym, kosmicznym, samochodowym, w energetyce jądrowej oraz w mikroelektronice jako tworzywo

elektroizolujące i podłożowe. Przy czym stosowalność oraz czas użytkowania finalnych połączeń metal/ceramika jest uzależniony od utworzenia takich wiązań międzyatomowych, które zapewnią uzyskanie trwałego i wytrzymałego połączenia.

W pracach prowadzonych z moim udziałem potwierdzono, że decydujący wpływ na przebieg łączenia tych materiałów mają zjawiska i procesy zachodzące na styku fazy ciekłej i stałej. Do najważniejszych z nich należą: zwilżanie powierzchni materiału ceramicznego przez ciekły metal i wzajemne oddziaływanie chemiczne pomiędzy ciekłym metalem a ceramiką, związane z procesami dyfuzji. W literaturze zostało udokumentowane, że warunkiem uzyskania silnej wiązki mechanicznej pomiędzy metalem a ceramiką jest kąt zwilżania mniejszy od 90° . Wzajemne oddziaływanie chemiczne na styku dwóch faz prowadzi do formowania silnych powiązań międzyatomowych między nimi. Proces łączenia przebiega w ten sposób, że faza ciekła zwilża ceramikę, a następnie wskutek adhezji, dyfuzji i reakcji chemicznej lub równocześnie paru tych zjawisk następuje trwałe łączenie. Jednakże różnice we właściwościach fizykochemicznych pomiędzy metalem a ceramiką wywołują silne zmiany w obszarze granicy rozdziału (skokową zmianę właściwości sprężystych, plastycznych i cieplnych na granicy rozdziału), a różnica pomiędzy wartościami liniowych współczynników rozszerzalności temperaturowej metalu i ceramiki prowadzi do powstania naprężeń szczytkowych na granicy faz. Stąd także w pracach prowadzonych przeze mnie stwierdzono, że odpowiednia budowa, skład chemiczny i fazowy strefy przy granicy rozdziału połączenia może zapewnić właściwą jakość połączenia, a w szczególności poprawę zarówno właściwości mechanicznych, jak i cieplnych projektowanych połączeń metal/ceramika. Dlatego też, do określenia optymalnej integralności mechanicznej połączenia metal/ceramika należy brać pod uwagę wiele różnych czynników: proces wytwarzania połączenia, skład chemiczny, morfologię i strukturę obszaru połączenia metal/ceramika, termiczne i sprężyste niedopasowanie, wartość granicznej wytrzymałości metalu i jego grubość (determinuje dystrybucję naprężeń szczytkowych i aktualnie działających przy obciążeniu połączenia), ilość wad w materiale ceramicznym i w obszarze granicy rozdziału, oraz odporność na pękanie strefy połączenia (determinuje przebieg drogi pęknięcia).

Różnicę współczynników rozszerzalności cieplnej pomiędzy metalem a ceramiką można minimalizować, stosując rozwiązania konstrukcyjne bądź też odpowiednie sterowanie parametrami procesu wytwarzania połączenia (temperaturą, szybkością chłodzenia), które pozwolą na relaksację naprężeń termicznych. Natomiast zwilżalność w układzie metal/ceramika może być polepszona m.in. poprzez nanoszenie cienkich warstw metalicznych bądź tlenkowych na powierzchnię materiału ceramicznego. Warstwy takie mogą być reaktywne wobec łączonych materiałów tak, aby powstało trwałe scalenie na granicach fazowych, w najkorzystniejszym przypadku tworząc dyfuzyjne, reaktywne mikrowarstwy pośrednie, posiadające zgodność fizykochemiczną (termodynamiczną i kinetyczną), co w konsekwencji gwarantuje dobre właściwości mechaniczne połączenia. Ponadto z moich doświadczeń wynika, że projektując technologie łączenia, w której występuje takie oddziaływanie chemiczne, należy mieć na uwadze fakt, że warstwa powstałych produktów reakcji musi zachować ciągłość (brak porowatości, obszarów lokalnie niepołączonych, mikropęknięć) i optymalną grubość, ponieważ przekroczenie granicznej grubości warstwy produktów reakcji może spowodować powstanie pęknięć przy granicy rozdziału metal/ceramika. Ponadto przy projektowaniu należy brać pod uwagę również możliwość powstania nowych faz o odmiennej budowie krystalograficznej, które są często twarde i kruche i które nie tylko powstają w czasie wytwarzania połączenia, ale również mogą być generowane później w eksploatacji połączenia. Istotnym jest więc właściwy dobór parametrów temperaturowo-czasowych procesu łączenia tak aby nie spowodować powstania, bądź nadmiernego rozrostu niekorzystnych związków chemicznych. Informacje uzyskane z badań zwilżalności w układzie ciekły metal/ciało stałe i kontrola nad zjawiskami dyfuzyjnymi, zachodzącymi w procesie łączenia metali z ceramiką są wykorzystywane do optymalizacji technologii łączenia i doskonalenia konstrukcji połączeń i są niezbędne do opracowywania nowych połączeń, spełniających wymagania stawiane im przez mikroelektronikę, energetykę jądrową, optoelektronikę i technikę cieplną. **Stąd oryginalnym elementem w procesie wytwarzania połączeń metalowo-ceramicznych, ujawnionym w**

moich badaniach było zastosowanie aktywacji chemicznej powierzchni materiału ceramicznego poprzez naniesienie cienkich warstw metalicznych oraz tlenkowych, metodami fizycznymi w kształtowaniu struktury i właściwości mechanicznych połączeń. Polegał on na utworzeniu obszaru kontaktu pomiędzy metalem a ceramiką typu dyfuzyjnego (roztworu stałego i/lub warstwy nowej fazy międzymetalicznej), zapewniającego osiągnięcie wysokiej adhezji międzyfazowej oraz charakteryzującego się dużą zdolnością do odkształceń plastycznych (gwarantującą kompensację zmian geometrii wywołaną różnicą współczynników rozszerzalności cieplnej metalu i ceramiki), co w konsekwencji jest szczególnie istotne, gdy dąży się do uzyskania wzmocnionego połączenia metal/ Al_2O_3 . Warto również zaznaczyć, że modyfikowana chemicznie powierzchnia ceramiki odznacza się podwyższoną aktywnością i wskutek tego wpływa na przebieg znacznej ilości fizycznych i chemicznych procesów zachodzących z jej udziałem przez co **jest skutecznym sposobem poprawienia zwilżalności układów typu metal/ceramika ze względu na możliwość prowadzenia procesu łączenia w niższych temperaturach, a co za tym idzie zapewnienia najniższych kosztów wytwarzania połączeń metalowo-ceramicznych.** Duże zainteresowanie badaczy stosowaniem cienkich warstw metalicznych i tlenkowych w funkcjonalnych układach typu metal/ceramika wynika z ich wielu zastosowań w nowoczesnych elementach elektronicznych.

Określenie wytrzymałości połączenia metal/ceramika jest zagadnieniem skomplikowanym ze względu na to, że standardowe metody pomiaru wytrzymałości dotyczą materiałów monolitycznych. Mówiąc o wytrzymałości metali określamy ich granicę plastyczności, lub wytrzymałość na rozciąganie. Natomiast wytrzymałość materiału ceramicznego dotyczy jego odporności na kruche pękanie. W literaturze podaje się wiele metod służących do określania wytrzymałości układów na bazie połączenia metal/ceramika. Do najczęściej stosowanych należą następujące metody: test „push-off” (czyli ścinanie kropli metalu z powierzchni ceramiki), test „push-out” (wypychanie pręta ceramicznego z kompozytu o osnowie metalowej) oraz zginanie 3-, lub 4- punktowe. Każda z tych metod podaje różne wartości wytrzymałości połączenia metal/ceramika, co komplikuje wykorzystanie uzyskanych danych wytrzymałościowych połączeń metal/ceramika do konkretnych zagadnień technologicznych. Ponadto w próbie zginania zniszczenie następuje głównie w obszarze metalu, a nie wzdłuż granicy rozdziału metal/ceramika jak w próbie ścinania. Dlatego też badania mechaniczne nad połączeniami metal/ceramika prowadziłam dwutorowo: na próbkach po badaniach zwilżalności (określenie wytrzymałości na ścinanie) oraz na próbkach wytworzonych w procesie z udziałem fazy ciekłej (określenie wytrzymałości na zginanie). Warto zaznaczyć w tym miejscu, że czynnik geometryczny kształtuje różnice w strukturze i właściwościach mechanicznych strefy kontaktu, gdyż w teście zwilżalności kropla metalu ma kilka milimetrów średnicy, natomiast w procesie łączenia z udziałem fazy ciekłej, Al_2O_3 jest łączone warstwą metalu, w postaci folii o grubości od kilkudziesięciu do kilkuset mikrometrów. Dzięki wysokiemu stosunkowi powierzchni do objętości ciekłego metalu, formowanie warstwy produktów reakcji o grubości kilku mikrometrów, może znacząco podwyższać przeciętną koncentrację reaktywnego pierwiastka w strefie kontaktu (jego koncentracja może zmieniać się w trakcie procesu łączenia). Stąd może intensywniej wpływać na zwilżalność i procesy chemiczne w obszarze kontaktu. Mając na uwadze powyżej wymienione informacje, wpływające na proces łączenia materiałów różniących się właściwościami fizycznymi i chemicznymi za cel badań postawiłam sobie **opracowanie sposobu otrzymania trwałego mechanicznie połączenia metal/ceramika z zastosowaniem modyfikacji składu chemicznego powierzchni materiału ceramicznego poprzez naniesienie cienkich warstw metalicznych oraz tlenkowych metodami fizycznymi (PVD). Sposób ten zapewnił osiągnięcie zarówno odpowiedniej zwilżalności materiału ceramicznego przez ciekły metal, umocnienia roztworowego przy jednoczesnym umocnieniu wydzieleniowym w strefie przy granicy rozdziału (fazami międzymetalicznymi oraz dyspersyjnymi tlenkami) jak i właściwości uzasadniających ich zastosowanie jako materiałów konstrukcyjnych i funkcjonalnych. Jego istota polegała na możliwości sterowania właściwościami strukturalno-**

mechanicznymi strefy kontaktu w połączeniu metal/ceramika poprzez optymalną ilość faz umacniających przy ich odpowiedniej wielkości, morfologii oraz składzie chemicznym. Atrakcyjnością tego rozwiązania była możliwość prowadzenia procesu łączenia w niższych temperaturach, co w konsekwencji zapewnia niższe koszty wytwarzania połączeń metalowo-ceramicznych.

Zagadnienie łączenia metali z ceramiką metodą z udziałem fazy ciekłej zostało rozpatrzone przeze mnie jako:

- proces powstawania połączenia pomiędzy metalem a ceramiką od strony podstawowych zjawisk i mechanizmów. Badania prowadzono na próbkach modelowych po badaniach zwilżalności metodą kropli leżącej zarówno w układzie **metal/ Al_2O_3** ; gdzie metal: aluminium o czystości 99,999 %, miedź o czystości 99.99% oraz stopy: AlTi6 (5.9%Ti) i AlSn7 (7,02%) jak i w układzie **metal/powłoka/ Al_2O_3** po zastosowaniu aktywacji chemicznej powierzchni ceramiki poprzez naniesienie cienkiej powłoki metalicznej metodą PVD: Ti o grubości 800 nm, Nb o grubości 1 μ m, Nb+Ti o grubości 900 nm, Sn o grubości 1 μ m oraz powłoki tlenkowej: TiO_2 i SnO_2 o grubości 800 nm. Następnie przeprowadzono badania strukturalne obszaru międzyfazowego wraz z określeniem jego trwałości mechanicznej metodą ścinania na próbkach po badaniach zwilżalności,

- proces technologiczny wytwarzania połączeń dobrej jakości typu **$Al_2O_3/Al/Al_2O_3$** z **zastosowaniem powłok metalicznych na powierzchni Al_2O_3** . Badania przeprowadzono na próbkach wytworzonych w procesie z udziałem fazy ciekłej w próżni. W tym celu określono wytrzymałość połączenia metodą zginania, w powiązaniu z badaniami strukturalnymi stref kontaktu w połączeniu wraz ze szczególnym uwzględnieniem obserwacji faktograficznych powierzchni utworzonych, w następstwie wywołanego obciążeniem zniszczenia połączenia. W obu przypadkach skorelowano strukturalne efekty w strefie kontaktu po łączeniu metalu z ceramiką z wynikami badań wytrzymałościowych.

Moje zainteresowania badawcze od roku 1994 są związane z zagadnieniami łączenia metali z ceramiką, a w szczególności poczynając od roku 2000 z badaniami nad zastosowaniem aktywacji chemicznej powierzchni ceramiki Al_2O_3 w projektowaniu trwałych mechanicznie połączeń $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$. W latach 2001-2008 badania te prowadziłam w ramach własnych projektów badawczych. W ocenie końcowej KBN projekt badawczy pt. „Wytwarzanie metodą ciekło-fazową połączeń aluminium-tlenek glinu stosując modyfikacje granicy rozdziału” został uznany za bardzo dobry.

Uzyskane wyniki badań przedstawiłam w jednotematycznym cyklu publikacji mojego autorstwa i współautorstwa zatytułowanym: „**Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na strukturę i właściwości połączeń metal/tlenek glinu**”. Niniejszy zbiór publikacji naukowych obejmuje zagadnienia z zakresu procesu technologicznego wytwarzania połączenia o dobrej jakości, tj., możliwości podwyższania trwałości mechanicznej i właściwości użytkowych pod kątem konstrukcji połączenia, oraz procesu powstawania połączenia pomiędzy metalem a ceramiką od strony podstawowych zjawisk i mechanizmów. W szczególności poświęcony jest zagadnieniom łączenia metali: aluminium i miedzi z ceramiką Al_2O_3 , metodą z udziałem fazy ciekłej, z wykorzystaniem modyfikacji składu chemicznego powierzchni ceramiki poprzez naniesienie cienkiej warstwy: metalicznej lub tlenkowej, metodą PVD. Przedstawiono w nim oryginalną metodę uzyskania połączeń metal/ceramika o żądanych właściwościach i w relatywnie niskich temperaturach jako efektywne narzędzie projektowania połączeń metalowo-ceramicznych.

Połączenia typu Al/Al_2O_3

Moje badania własne rozpoczęłam od badania kinetyki zwilżania w układzie podstawowym Al/Al_2O_3 w zakresie temperatury 953- 1323 K (w próżni rzędu 0.2 mPa w czasie 30 minut kontaktu pary materiałów), w powiązaniu z badaniami strukturalnymi strefy przy granicy międzyfazowej wraz z określeniem trwałości połączenia metodą ścinania na próbkach po badaniach zwilżalności. Na uwagę zasługuje zastosowanie innowacyjnej metodyki eksperymentu, umożliwiającej przeprowadzenie na tych samych próbkach szeregu badań: testu zwilżalności, badań strukturalnych strefy przy granicy rozdziału metal/ceramika

oraz próby ścinania. Do próby ścinania skonstruowano specjalną głowicę do precyzyjnego ścinania próbek typu metal/ceramika, sprzężoną z maszyną wytrzymałościową, na którą został udzielony patent na wynalazek pt. **"Przyrząd do wyznaczania wytrzymałości na ścinanie połączeń różnorodnych materiałów"** (nr P-352 264).

Ustaliłam zależność wytrzymałości na ścinanie od temperatury i kąta zwilżania dla układu podstawowego Al/Al₂O₃ [MK1]. Wyniki badań zwilżalności wykazały, że dla układu Al/Al₂O₃ w zakresie temperatury 923-1123 K nie obserwuje się zjawiska zwilżalności (kąąt zwilżania jest większy od 90°), natomiast w wyższych temperaturach tj., 1223 K i 1323 K występuje zjawisko zwilżalności. Istotny jest fakt, że ze wzrostem temperatury otrzymania połączenia zwilżalność się polepsza. Jedną z przyczyn braku zwilżania w relatywnie wysokich temperaturach jest skłonność Al do tworzenia trwałych powłok tlenkowych, które uniemożliwiają powstanie wspólnej granicy rozdziału pomiędzy ciekłym aluminium i Al₂O₃. Wzrost temperatury powyżej 1143 K w próżni powoduje naruszenie ciągłości powłoki tlenkowej na kropli aluminium, co w konsekwencji prowadzi do jej usunięcia i do wzajemnego oddziaływania pomiędzy ciekłym metalem i podłożem ceramicznym.

Ważnym elementem tych badań było stwierdzenie, że wraz ze zmniejszeniem kąta zwilżania, czyli ze zwiększeniem zwilżalności w układzie następuje wzrost maksymalnej wytrzymałości na ścinanie. Ponadto im wyższa temperatura badań zwilżalności, tym maksymalna wytrzymałość na ścinanie jest większa. Przy czym doniesienia literaturowe wskazują, że biorąc pod uwagę wytrzymałość połączenia Al/Al₂O₃, określaną jako wartość naprężenia ścinającego działającego w płaszczyźnie połączenia, kąąt zwilżania powinien być mniejszy od 108°. W temperaturach: 1223 K i 1323 K wysoką wytrzymałość połączenia Al/Al₂O₃ tłumaczy się skutkiem rozpuszczania tlenu w ciekłym Al, pochodzącego zarówno z powłoki tlenkowej na kropli Al jak i z powierzchni materiału ceramicznego. Zgodnie z koncepcją podawaną przez Naidicha (model, w którym tlen odgrywa ważną rolę, powodując poprawę zwilżania w niereaktywnych układach metal/ceramika) rozpuszczony tlen może łączyć się z atomami Al tworząc klastery Al-O (skupiska) o częściowo jonowym charakterze, które mogą oddziaływać siłami kulombowskimi z jonową ceramiką Al₂O₃, co w konsekwencji powoduje ich silną adsorpcję na granicy metal/ceramika. Klastery Al-O są również aktywne przy powierzchni metalu, powodując obniżenie napięcia powierzchniowego metalu. Efekty te wpływają na zmniejszenie kąta zwilżania, a więc poprawę zwilżalności i w konsekwencji trwałości mechanicznej połączenia. Przeprowadzone badania strukturalne strefy przy granicy rozdziału Al/Al₂O₃ metodą mikroskopii optycznej, skaningowej i transmisyjnej nie wykazały znaczących zmian na granicy rozdziału dla wszystkich temperatur otrzymania połączenia, a jedynie zwiększoną koncentrację tlenu w ciekłym aluminium w strefie połączenia.

Mając na uwadze zjawiska, które badałam, istotnym parametrem określającym właściwości strefy przy granicy rozdziału metal/ceramika oprócz kąta zwilżania jest wytrzymałość mechaniczna w obszarze kontaktu. W układzie metal/ceramika przewidywane właściwości wytrzymałościowe wymagają znajomości sił wzajemnego oddziaływania pomiędzy komponentami w połączeniu, za których miarę przyjmuje się pracę adhezji. Stąd w niniejszej pracy podjęto również próbę ustalenia związku pomiędzy wytrzymałością na ścinanie połączenia Al/Al₂O₃ wyznaczoną w temperaturze otoczenia, a pracą adhezji często stosowaną do oceny potencjalnych właściwości mechanicznych połączeń metal/ceramika. Doświadczalne wyniki dotyczące wytrzymałości na ścinanie można jedynie w przybliżeniu porównywać z termodynamiczną pracą adhezji obliczoną na podstawie wzoru Dupré (stanowiącą różnicę pomiędzy sumą swobodnych energii powierzchniowych materiałów i napięciem powierzchniowym na powierzchni granicznej między nimi). Sposób oszacowania pracy adhezji, w którym jeden z komponentów połączenia jest przeprowadzany w stan ciekły zawiera w sobie nieznaną błąd, wynikający z faktu, że energia powierzchniowa fazy stałej jest znacznie większa od energii powierzchniowej fazy ciekłej. Ponadto ważny jest również fakt, że rzadko droga zniszczenia przebiega precyzyjnie wzdłuż granicy rozdziału, dla której liczona jest praca adhezji. Zaprezentowane w pracy obrazy topografii powierzchni połączenia Al/Al₂O₃ po ścięciu zarówno od strony kropli metalu jak i ceramiki pokazują, że zniszczenie połączenia przebiega w metalu (na powierzchni ścięcia metalu są bardzo dobrze widoczne ślady poślizgu jak i liczne wgłębienia, świadczące o plastycznym charakterze przełomu).

Uzyskane krzywe ścinania dla połączeń Al/Al₂O₃ wytworzonych w zakresie temperatury 953-1223 K mają charakter paraboliczny z tendencją do wykazywania powyżej temperatury 953 K dość długiego zakresu plastyczności, podczas którego naprężenie łagodnie rośnie, a następnie opada. I tak dla próbek połączeń Al/Al₂O₃ po badaniach zwilżalności w niskich temperaturach (tj. 953 i 1023 K) wartość odkształcenia, odpowiadająca maksymalnemu naprężeniu ścinającemu, po którym następuje jego spadek, prowadzący do zniszczenia próbki stanowi tylko 20% wartości odkształcenia dla próbek po badaniach zwilżalności w wyższych temperaturach. Taką zmianę kształtu krzywej ścinania dla połączeń uzyskanych powyżej temperatury 1023 K, należy kojarzyć przede wszystkim z procesami usuwania powłoki tlenkowej z kropli Al, co w konsekwencji umożliwia bezpośredni kontakt metalu z podłożem ceramicznym i wzajemne ich oddziaływanie oraz kształtowanie określonej struktury strefy przy granicy rozdziału.

Jednym ze sposobów podwyższenia wytrzymałości mechanicznej połączeń metalowo-ceramicznych jest zastosowanie specjalnej obróbki aktywującej powierzchnię ceramiki poprzez naniesienie cienkich powłok metalicznych lub tlenkowych, pozwalających na kształtowanie określonej struktury strefy przy granicy rozdziału połączenia metal/ceramika, oraz osiągnięcie dobrej zwilżalności. Ponadto zadaniem aktywacji chemicznej powierzchni ceramiki jest ochrona lub/i wspomaganie adhezji, oraz co najmniej częściowa kompensacja naprężeń wewnętrznych. Stąd głównym celem prac [MK2-MK7] były badania skoncentrowane na wyjaśnieniu wpływu specjalnych powłok: Ti, Nb, Nb+Ti, Sn, SnO₂ i TiO₂ na właściwości połączenia metal/ceramika, tj., strukturę, skład chemiczny oraz wytrzymałość strefy przy granicy połączenia Al/Al₂O₃.

W badaniach zaprezentowanych w pracy [MK2] przedstawiłam wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu poprzez nałożenie cienkiej warstwy Ti, na zwilżalność, strukturę i wytrzymałość strefy kontaktu połączenia Al/Al₂O₃. Badania porównawcze zwilżalności przez ciekłe Al podłoża Al₂O₃ bez warstwy Ti oraz z nałożoną cienką warstwą Ti wskazują, że warstwa metaliczna poprawia zwilżalność tlenku glinu przez ciekłe Al w całym zakresie temperatury badań zwilżalności. Dla układu Al/Al₂O₃ uzyskanie zwilżalności jest możliwe powyżej temperatury 1200 K, natomiast dla układu z pokryciem już powyżej temperatury 1023 K. Mechanizm zwilżania podłoża ceramicznego z cienką warstwą Ti polega na rozpuszczaniu się warstwy metalicznej w ciekłym Al. Skutkiem rozpuszczania się powłoki Ti jest dyfuzja reaktywna w wyniku, której zachodzi reakcja pomiędzy Al a Ti, co prowadzi do powstania drobnych, iglastych wydzieleni nowych faz bogatych w tytan, rozłożonych wzdłuż granicy rozdziału połączenia metal/ceramika. Stwierdzono, że im wyższa temperatura badań zwilżalności, tym więcej powstaje wydzieleni fazy Al₃Ti w strefie połączenia. Ponadto porównując wyniki testu ścinania próbek połączeń Al/Al₂O₃ i Al/Ti/Al₂O₃ po badaniach zwilżalności w relacji naprężenie ścinające-przemieszczenie wykazano, że zastosowanie cienkiej powłoki Ti znacznie podwyższa wytrzymałość na ścinanie połączenia uzyskanego w zakresie temperatury 953-1123 K. W badanym zakresie temperatury istnieje wyraźna zależność wytrzymałości na ścinanie od temperatury i kąta zwilżania. Dla połączeń Al/Ti/Al₂O₃ wraz ze wzrostem temperatury badań zwilżalności (czyli ze zmniejszeniem kąta zwilżania) występuje wzrost maksymalnej wytrzymałości na ścinanie. Pokazano podobnie jak dla połączeń Al/Al₂O₃, że krzywe ścinania dla połączeń Al/Ti/Al₂O₃ uzyskanych w zakresie temperatury 953-1123 K mają charakter paraboliczny z tendencją do wykazywania powyżej temperatury 953 K dość długiego zakresu plastycznego, podczas którego naprężenie łagodnie rośnie, a następnie opada. Warto zaznaczyć, że obecność zakresu plastycznego na krzywej ścinania połączenia wytworzonego powyżej temperatury 953 K gwarantuje kompensację naprężeń szczytkowych i aktualnie działających przy obciążeniu połączenia. Z kolei obrazy topografii powierzchni przelomów próbek po ścięciu zarówno od strony metalu jak i ceramiki pokazują, że ścięcie (zniszczenie) połączenia Al/Ti/Al₂O₃ przebiegało zarówno na granicy rozdziału metal/ceramika jak i w metalu. Należy więc sądzić, że o wytrzymałości połączenia Al/Ti/Al₂O₃ decydują: (i) rozpuszczanie warstwy tytanowej w ciekłym Al, powodujące umocnienie roztworowe w obszarze metalu, przylegającego do granicy rozdziału, (ii) zmiana struktury i składu chemicznego strefy przy granicy rozdziału tj.

formowanie nowego produktu reakcji, zawierającego tytan (umocnienie wydzieleniowe). Warto podkreślić, że powstała faza międzymetaliczna ma specyficzne właściwości (których nie można interpolować na podstawie właściwości metali ją tworzących) oraz, że wiązanie pomiędzy jej atomami jest silne (ma w mniejszym lub większym stopniu charakter kowalencyjny) stąd jej obecność w strefie kontaktu prowadzi do wzrostu właściwości wytrzymałościowych. Zachodzące przemiany strukturalne w strefie połączenia powodują realizację granicy międzyfazowej i potwierdzają dyfuzyjny charakter połączenia Al/Ti/Al₂O₃. Stąd najważniejszym wnioskiem wypływającym z przeprowadzonych badań jest to, że **zastosowanie cienkiej warstwy tytanowej na powierzchnię materiału ceramicznego umożliwia uzyskanie wzrostu właściwości mechanicznych połączenia i kompensację naprężeń wewnętrznych w połączeniu oraz pozwala na obniżenie temperatury wytwarzania trwałego mechanicznie połączenia Al/Al₂O₃, jest więc skutecznym sposobem na obniżenie kosztów produkcji elementów opartych na połączeniach metal/ceramika i wytwarzania materiałów kompozytowych.**

W kolejnych badaniach [MK3, MK4, MK5] przedstawiłam pozytywny wpływ cienkich warstw: Nb oraz Nb+Ti (skład chemiczny warstwy oznaczono metodą XRD: Nb/(Nb+Ti)=62,5%) na efekty strukturalno-mechaniczne w strefie kontaktu w połączeniu Al/Al₂O₃. Nałożenie cienkiej warstwy zarówno Nb jak i Nb+Ti nie polepsza zwilżalności tlenku glinu przez ciekłe Al w zakresie temperatury badań: 953–1223 K, ale powoduje zwilżalność wysokotemperaturową (tj., w temperaturze 1323 K osiągnięto kąt zwilżania ok. 40°) i skrócenie czasu kontaktu pary materiałów, potrzebnego do osiągnięcia zwilżalności w porównaniu do układu podstawowego (Al/Al₂O₃). Uzyskana w wysokiej temperaturze zwilżalność w układzie z cienką warstwą wynikała z intensywnego oddziaływaniu chemicznego w tej temperaturze. Mechanizm oddziaływania jest złożony i polega na rozpuszczaniu się cienkiej warstwy: Nb i Nb+Ti w ciekłym Al oraz reakcji pomiędzy Al a pierwiastkami aktywnymi chemicznie powłoki, co prowadzi do powstania nowych faz w postaci dużych, blokowych kryształów, ściśle przylegających do granicy rozdziału: NbAl₃ dla układu Al/Nb/Al₂O₃ i Al₃(Nb,Ti) dla układu Al/Nb+Ti/Al₂O₃. Dodatkowe umocnienie strefy przy granicy połączenia, wywołane jest również tworzeniem się dyspersyjnych wydzieleni kryształów Al₂O₃. Ponadto precyzyjne badania strukturalne przy użyciu wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej, w których posługując się techniką EDS analizowano punktowo skład chemiczny w strefie połączenia metal/ceramika, ujawniły również występowanie faz bogatych zarówno w Ti jak i Nb w formie bardzo dyspersyjnych wydzieleni o wielkościach nanometrycznych. Potwierdzeniem umocnienia roztworowego i wydzieleniowego strefy przy granicy rozdziału w połączeniach Al/Nb/Al₂O₃ i Al/Nb+Ti/Al₂O₃, były również pomiary mikrotwardości przeprowadzone w strefie przy granicy rozdziału połączenia. Wykazano, że strefa kontaktu charakteryzuje się wyższą twardością wraz ze wzrostem temperatury otrzymania połączenia. Okazało się, że cienka warstwa Nb na podłożu ceramicznym wprawdzie nie podwyższyła wartości maksymalnego naprężenia ścinającego, ale poziom uzyskanych wartości naprężeń ścinających wskazuje na powstanie trwałego mechanicznie połączenia pomiędzy metalem, a podłożem ceramicznym, w szczególności powyżej temperatury 1123 K. Obrazy topografii powierzchni przełomów w połączeniach uzyskanych w niższych temperaturach badań zwilżalności (953–1123K) ujawniły, że zniszczenie połączenia Al/Nb/Al₂O₃ nastąpiło wzdłuż granicy rozdziału, natomiast w wyższych temperaturach badań zwilżalności, tj. 1223 i 1323 K pokazują, że ścięcie zachodzi w metalu w wyniku plastycznego zniszczenia metalu, a granica pozostaje nienaruszona. Świadczy to o dobrej trwałości mechanicznej połączenia uzyskanego w tych temperaturach. Warto również zaznaczyć, że dla połączenia uzyskanego w wysokiej temperaturze (1323K) występuje niejednorodność budowy przełomu, objawiająca się występowaniem stref: plastycznego płynięcia, przełomu ciągliwego jak i nagłej utraty spójności metalu.

Ustaliłam, że dla połączeń Al/Nb+Ti/Al₂O₃ uzyskanych w temperaturze 1223 K wartości maksymalnego naprężenia ścinającego są najwyższe. Przyczyną tego jest najprawdopodobniej obecność zarówno znacznej ilości dyspersyjnych wydzieleni faz bogatych w Ti i Nb, powodujących lepsze umocnienie tej strefy jak i wydzieleni Al₂O₃, które

lepiej przylegają do granicy rozdziału, polepszając adhezję na granicy metal/ceramika. Obserwowane efekty strukturalne w strefie kontaktu wskazują, że możliwe jest sterowanie właściwościami połączeń Al/Nb+Ti/Al₂O₃ wytworzonych w tej temperaturze poprzez wydzielenie optymalnej ilości faz międzymetalicznych i tlenkowych przy ich odpowiedniej dyspersji i wielkości.

Badania dotyczące trwałości mechanicznej połączeń Al/Nb/Al₂O₃ i Al/Nb+Ti/Al₂O₃ poszerzono o badania odporności na pękanie pod wpływem skupionej siły węgelnika twardościomierza. W połączeniach Al/Nb/Al₂O₃ jak i Al/Nb+Ti/Al₂O₃ nie wystąpiły pęknięcia wzdłuż granicy rozdziału metal/ceramika ani jej istotne uszkodzenia, co w konsekwencji świadczy o dobrej przyczepności metalu do podłoża i dobrej odporności na pękanie. Uzyskana struktura strefy połączenia po zastosowaniu aktywacji chemicznej ceramiki może wpływać na kompensację pewnych składowych naprężeń przy przejściu od metalu do podłoża ceramicznego (strefa połączenia jest głównym miejscem koncentracji naprężeń przez co pęknięcia propagują się wzdłuż interfejsu). **Przeprowadzone obserwacje i badania charakterystycznych cech układu warstwowego typu Al/Nb/Al₂O₃ i Al/Nb+Ti/Al₂O₃ wykazały, że** (i) połączenia uzyskane w relatywnie wysokiej temperaturze charakteryzuje się dobrą przyczepnością metalu do podłoża ceramicznego oraz, że (ii) obecność wydzieleni nowych faz zawierających niob i tytan dowodzi występowania reaktywnej dyfuzji podczas łączenia materiałów, co w konsekwencji prowadzi do umocnienia zarówno roztworowego jak i wydzieleniowego strefy kontaktu. Strukturą strefy połączenia złożoną zarówno z dużych, blokowych wydzieleni jak i dyspersyjnych wydzieleni o wielkościach nanometrycznych faz bogatych w Nb i Ti, oraz dyspersyjnych tlenków wpływa na zadowalający poziom wytrzymałości połączenia. Wydzielenia nowych faz odgrywają istotną rolę w wzmocnieniu strefy w pobliżu granicy międzyfazowej (poprzez zdolność wydzieleni do deformacji oraz spowalniania rozprzestrzeniania się pęknięć w obszarze podwyższonych naprężeń resztkowych).

W szczególności w pracy [MK5] porównano mechaniczno-strukturalne konsekwencje sterowania adhezją międzyfazową połączeń Al/Al₂O₃ poprzez zastosowanie cienkich warstw metalicznych: Ti, Nb i Nb+Ti na podłożu Al₂O₃, podczas testu zwilżalności w temperaturze 1223 K. Zarejestrowane obrazy próbek typu Al/powłoka/Al₂O₃ po ścięciu wskazują, że ścięcie (zniszczenie) połączeń zachodzi w metalu w wyniku plastycznego zniszczenia metalu, a granica pozostaje nienaruszona. Aktywacja chemiczna powierzchni ceramiki poprzez nałożenie cienkich powłok na podłożu Al₂O₃ powoduje wyraźne umocnienie strefy granicy rozdziału metal/ceramika. Uzyskane wartości mikrotwardości w strefie kontaktu dla połączeń Al/Al₂O₃ z powłoką są wyższe niż dla połączeń uzyskanych w tej samej temperaturze, ale bez modyfikacji powierzchni podłoża Al₂O₃. Z diagnostyki strukturalnej stref kontaktu w połączeniach typu Al/powłoka/Al₂O₃ realizowanej metodami mikroskopii świetlnej (MO), skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM) wynika, że tworzy się w nich nieciągła warstwa nowych faz typu Al₃Ti, Al₃Nb i/lub Al₃(Ti,Nb). W temperaturze 1223 K występuje intensywne wzajemne oddziaływanie, co prowadzi do formowania faz bogatych w Ti i Nb oraz transferu tlenu do aluminium i tworzenie się również dyspersyjnych wydzieleni Al₂O₃, potwierdzając tym samym, że na wytrzymałość połączeń ma wpływ wielkość oraz ilość wydzieleni nowych faz. Nie ma wątpliwości, że dyspersyjne i bardziej równomiernie rozłożone tlenki Al₂O₃ w połączeniu Al/Nb+Ti/Al₂O₃ odpowiadają za wysokie właściwości mechaniczne. Również ważnym jest zapewnienie plastyczności strefy przy granicy międzyfazowej w połączeniach metal/ceramika z uwagi na możliwość zablokowania propagacji pęknięć, co w konsekwencji daje wysoką odporność na pękanie połączenia i niską koncentrację naprężeń, nawet kiedy nie osiągniemy bardzo dobrej zwilżalności. **W sposób szczególny należy podkreślić, że niewyłącznie w każdym przypadku potrzebujemy uzyskać bardzo dobrą zwilżalność w połączeniach metalowo-ceramicznych, czasem wystarczy, że połączenie posiada wysokie właściwości mechaniczne przy optymalnej zwilżalności.** Istotnym jest struktura i skład chemiczny strefy przy granicy rozdziału połączenia metal/ceramika, a w szczególności morfologia, wielkość i ilość faz, odpowiedzialnych za wielkość umocnienia strefy połączenia. Informacje te pozwalają na obniżenie temperatury procesu wytwarzania

połączenia, co w konsekwencji umożliwia redukcję kosztów wytwarzania materiałów opartych na połączeniach metalowo-ceramicznych.

Kolejnym krokiem w badaniach prowadzonych przeze mnie nad projektowaniem połączeń metal/ceramika było zastosowanie powłoki tlenkowej w procesie modyfikacji granicy międzyfazowej. Powszechnie wiadomo, że wprowadzenie do struktury metali i stopów cząstek tlenków na bazie tytanu i aluminium o odpowiedniej dyspersji i wielkości powoduje głównie ich umocnienie wydzieleniowe, i gwarantuje zachowanie wysokiej wytrzymałości w podwyższonych temperaturach pracy (dzięki stabilności tlenków w wysokich temperaturach). Stąd w pracy [MK6] zbadalam wpływ cienkiej warstwy tlenkowej TiO_2 na relację pomiędzy wytrzymałością, a strukturą strefy przy granicy połączenia Al/Al_2O_3 . Z badań oddziaływania tlenku glinu z nałożoną warstwą TiO_2 z ciekłym Al w zakresie temperatury 1023-1323 K, w powiązaniu z pomiarem wytrzymałości połączenia wynika, że warstwa TiO_2 skutecznie poprawia mechaniczne właściwości połączenia Al/Al_2O_3 otrzymanego w wysokich temperaturach, i pozwala osiągnąć optymalny kąt zwilżania (94° w $T = 1323$ K). Interesującą obserwacją było, że stechiometryczny dwutlenek tytanu w atmosferze o obniżonej ilości tlenu (w trakcie badań zwilżalności) traci samorzutnie tlen, stając się tlenkiem niestechiometrycznym TiO_{2-x} , co w konsekwencji prowadzi do oddziaływań (opartych o tlen) w układzie metal-tlenek niestechiometryczny tytanu. Wyniki badań przy użyciu mikroskopii świetlnej, skaningowej i transmisyjnej wskazują na proces rozpuszczania warstwy TiO_2 w ciekłym Al i formowanie struktury strefy połączenia, odpowiadającej wyższej wytrzymałości na ścinanie w porównaniu z połączeniem Al/Al_2O_3 , tj., powstanie nowego produktu reakcji – fazy Al_3Ti i dyspersyjnych wydzieleni Al_2O_3 . Ponadto z badań wynika, że temperatura badań zwilżalności różnicuje krzywe ścinania, wywołując prawie 6-krotne zwiększenie maksymalnego naprężenia ścinającego przy wzroście temperatury otrzymania połączenia od 1023 K do 1223 K. Z kolei dla połączenia otrzymanego w temperaturze 1323 K ujawniono na krzywej ścinania dość długi zakres plastyczności, podczas którego naprężenie łagodnie rośnie, a następnie opada, potwierdzając zdolność do eliminacji naprężeń w wyniku płynięcia plastycznego, co może być wykorzystywane w projektowaniu materiałów metalowo-ceramicznych. Również ważną informacją przy projektowaniu takich połączeń jest fakt, że granica rozdziału została nienaruszona, a ścięcie zachodzi w samym metalu w połączeniach $Al/TiO_2/Al_2O_3$, otrzymanych w wysokich temperaturach, tj. 1123 i 1223 K. **Najważniejszym wnioskiem wpływającym z przeprowadzonych przeze mnie badań jest to, że modyfikowanie strefy międzyfazowej połączenia poprzez pokrywanie jej cienką warstwą TiO_2 , poprawia mechaniczne właściwości układów warstwowych typu $Al-Al_2O_3$, uzyskanych w relatywnie wysokiej temperaturze. Ponadto z uwagi na fakt, że w połączeniu $Al/TiO_2/Al_2O_3$ osiągnięto wielkość kąta zwilżania około $90-100^\circ$ w temperaturze 1123-1323 K, można rekomendować również TiO_2 jako powłokę barierową, zapobiegającą nadmiernemu oddziaływaniu wzajemnemu na granicy kontaktu metal/ceramika w wysokich temperaturach.**

Wyniki uzyskane z badań dotyczących wpływu modyfikacji składu chemicznego fazy ciekłej poprzez wprowadzenie dodatków stopowych na specyfikę fizykochemicznego oddziaływania w układzie Al/Al_2O_3 pozwoliły spojrzeć pozytywnie na zastosowanie cienkich warstw metalicznych (w szczególności Ti) w kształtowaniu zadowalającej zarówno struktury jak i właściwości mechanicznych obszaru połączenia. Warto w tym miejscu zaznaczyć, że osobliwości strukturalne cienkich warstw (anormalne struktury krystaliczne, porowatość i defekty strukturalne: punktowe i objętościowe) intensyfikują proces oddziaływania w układzie metal/ceramika. Badania wpływu dodatku 6% Ti do Al zarówno na zjawisko zwilżalności w zakresie temperatury 953-1323K, oraz dodatku 7% Sn do Al na zwilżalność w zakresie temperatury 953-1123K, jak i na właściwości mechaniczne połączenia Al/Al_2O_3 opisano w pracy [MK7]. **Stwierdzono, że zarówno dla połączeń $AlTi6/Al_2O_3$ jak i $AlSn7/Al_2O_3$ nie ma poprawy wytrzymałości połączenia na ścinanie ani zwilżalności w funkcji temperatury w porównaniu do podstawowego połączenia Al/Al_2O_3 .** Wykazano, że niska wytrzymałości na ścinanie połączenia zarówno $AlTi6/Al_2O_3$ jak i $AlSn7/Al_2O_3$ związana jest powstawaniem nieciągłości strukturalnych na granicy rozdziału od strony kropli metalu (porowatość

skurczowa), wynikających ze skłonności tych stopów do skurczu podczas krzepnięcia oraz z nieefektywnymi zmianami struktury i składu chemicznego w strefie kontaktu. W wyniku specyfiki oddziaływania chemicznego w układzie $\text{AlTi6/Al}_2\text{O}_3$ wydzielenia Al_3Ti gromadzą się w pewnej odległości od granicy międzyfazowej w strefie kontaktu przez co nieskutecznie ją wzmacniają. Również w połączeniu $\text{AlSn7/Al}_2\text{O}_3$ obecność „miękkiej” warstwy bogatej w Sn w kropki Al, w strefie stykającej się z podłożem ceramicznym (w wyniku sedymentacji cięższej Sn w Al) powoduje osłabienie wytrzymałości strefy kontaktu.

Połączenia typu $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$

Połączenia miedzi z ceramiką Al_2O_3 są szeroko stosowane jako powierzchnie kontaktowe w nowoczesnych materiałach kompozytowych i złączach typu metal/ceramika w elektronice. Zastosowanie jednak takich połączeń w zaawansowanych technologiach wymaga opracowania metod ich wytwarzania z uwagi na fakt, że miedź słabo zwilża ceramikę Al_2O_3 , a duża różnica właściwości cieplnych łączonych materiałów utrudnia uzyskanie trwałych połączeń metal/ceramika. Ponadto przy wytwarzaniu połączeń $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$ techniką z udziałem fazy ciekłej w próżni, występują trudności natury technologicznej związane z adsorpcją par i gazów na powierzchni kontaktu łączonych materiałów. Warto zaznaczyć, że w literaturze szeroko przedstawiono pozytywny wpływ dodatków stopowych takich jak Ti lub Cr na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$. Natomiast brakuje informacji na temat łączenia ceramiki Al_2O_3 z Cu przy zastosowaniu cienkich (poniżej $1\mu\text{m}$) warstw metalicznych naniesionych na powierzchnię tlenku glinu.

Wyniki badań stanowiące element nowości w zakresie badania oddziaływania tlenku glinu z nałożoną cienką warstwą Ti z ciekłą Cu w powiązaniu z pomiarem wytrzymałości połączenia zawarto w pracy [MK8]. Metodą kropli leżącej przeprowadzono badania porównawcze kinetyki zwilżania podłoża z warstwą i bez warstwy przez ciekłą Cu w dwóch temperaturach: 1373 K i 1423 K, w warunkach próżni dynamicznej rzędu 0.2 mPa. Z przeprowadzonych badań wynika, że w badanych temperaturach Al_2O_3 jest niezwilżalny przez ciekłą Cu. Przy czym uzyskana w eksperymencie w $T=1423\text{ K}$ niższa wartość kąta zwilżania niż podawana w literaturze może być związana z wpływem tlenu rozpuszczonego w ciekłej Cu na zwilżalność w tym układzie. Warto zaznaczyć, że zgodnie z układem równowagi miedź-tlen obecność ciekłej eutektyki Cu-O (w $T=1338\text{ K}$ tworzy się eutektyka przy zawartości 0.1% tlenu) ma wpływ na obniżenie kąta zwilżania w układzie $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$. Wiąże się to z możliwością przebiegu reakcji chemicznej pomiędzy ciekłą eutektyką a tlenkiem glinu i formowaniem warstwy pośredniej, złożonej ze spinelu CuAl_2O , odpowiedzialnej za spadek kąta zwilżania. Zastosowana metoda SEM do oceny składu chemicznego strefy przy granicy rozdziału (na podstawie pomiarów stężenia pierwiastków Al, Cu i tlenu i wykresów zmiany ich koncentracji prostopadle do płaszczyzny połączenia $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$) można sugerować, że pomiędzy kropką miedzi, a podłożem tworzy się warstwa pośrednia, zawierająca związek CuAl_2O . Ponadto rozpuszczony tlen w Cu może łączyć się z atomami Cu, tworząc klastery Cu-O na granicy rozdziału metal/ceramika o częściowo jonowym charakterze, które mogą oddziaływać siłami kulombowskimi z jonową ceramiką Al_2O_3 , co w konsekwencji powoduje ich silną adsorbpcję na granicy rozdziału metal/ceramika i spadek napięcia powierzchniowego na granicy rozdziału (bez pojawienia się nowych faz na granicy rozdziału). Efekt ten wpływa na zmniejszenie kąta zwilżania i uzyskanie dobrej adhezji.

Wyniki badania wytrzymałości na ścinanie połączeń $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$ uzyskanych w dwóch temperaturach, wykazały bardzo niską wartość maksymalnego naprężenia ścinającego oraz jego spadek ze wzrostem temperatury badań zwilżalności. Tak niska wytrzymałość na ścinanie połączenia $\text{Cu/Al}_2\text{O}_3$ wynika z faktu, że nie uzyskano połączenia na całej powierzchni kontaktu obu komponentów, a charakterystyczną cechą struktury strefy przy granicy połączenia jest obecność mikroporów na powierzchni kropli Cu, która kontaktowała się z podłożem ceramicznym. Obecność takich defektów znacznie osłabia wytrzymałość połączenia. Również należy podkreślić, że istotnym czynnikiem wpływającym na zmniejszenie końcowej wytrzymałości połączenia są naprężenia wewnętrzne wywołane

skurczem objętościowym (przejście z fazy ciekłej do stałej) oraz różnicami wartości współczynników rozszerzalności liniowej Cu i Al_2O_3 .

Ważnym etapem w moich badaniach nad połączeniami Cu/ Al_2O_3 było zastosowanie cienkiej warstwy Ti na podłożu z Al_2O_3 . Zwraca uwagę fakt, że w układzie Cu/Ti/ Al_2O_3 od początku badań zwilżalność kąta zwilżania jest niższy od 90° zarówno w $T=1373$ K jak i 1423 K. Mechanizm zwilżania podłoża ceramicznego z warstwą Ti przez ciekłą miedź polega na rozpuszczaniu się warstwy Ti w ciekłej Cu i dyfuzji reaktywnej w wyniku, której zachodzi reakcja pomiędzy Cu a Ti, co prowadzi do powstania nowych faz, zawierających tytan w strefie kontaktu. Wyniki pomiaru wytrzymałości na ścinanie połączenia Cu/Ti/ Al_2O_3 wykazały, że istnieje wyraźna zależność wytrzymałości na ścinanie od temperatury i kąta zwilżania tj. niższej wartości kąta zwilżania odpowiada wyższa wartość wytrzymałości na ścinanie. Wzrost wytrzymałości połączenia Cu/ Al_2O_3 z warstwą tytanową tłumaczyć można zarówno brakiem porowatości na granicy rozdziału jak i korzystną zmianą struktury i składu chemicznego strefy przy granicy połączenia. **Najważniejsze wnioski wynikające z badań dotyczących połączeń Cu/ Al_2O_3 po aktywacji chemicznej powierzchni ceramiki tytanem to: polepszenie zwilżalności w układzie Cu/ Al_2O_3 , podwyższenie wytrzymałości na ścinanie połączenia Cu/ Al_2O_3 , oraz eliminacja porowatości na granicy międzyfazowej i formowanie struktury strefy przy granicy połączenia (poprzez umocnienie roztworowe i wydzieleniowe), odpowiadającej wyższej wytrzymałości na ścinanie połączenia** Wykazano również, że zastosowanie aktywacji chemicznej powierzchni ceramiki jest obiecującym sposobem na wytwarzanie połączeń Cu/ Al_2O_3 o znacznie lepszej jakości. Ponadto stwarza możliwość kompensacji dużej różnicy współczynników rozszerzalności liniowej Al_2O_3 i Cu z uwagi na tworzenie dodatkowych warstw pośrednich zawierających Ti. Wynika z tego, że nanoszenie cienkiej warstwy Ti na podłożu z Al_2O_3 ma istotne znaczenie technologiczne. Sposób ten powinien ułatwić opracowanie nowych i wybór optymalnej technologii łączenia ceramiki Al_2O_3 z miedzią.

Oprócz wyżej opisanych prac podjęłam także badania nad oddziaływaniem ciekłej miedzi z ceramiką Al_2O_3 pokrytą cienką warstwą tlenkową SnO_2 , a w szczególności skoncentrowano się na analizie wpływu warstwy na zwilżalność i wytrzymałość połączenia Cu/ Al_2O_3 , celem zwiększenia atrakcyjności połączeń w odniesieniu do ich trwałości mechanicznej. Warto zaznaczyć, że warstwy pośrednie nanoszone na powierzchnię materiałów ceramicznych mogą również minimalizować skutki dekompozycji składników materiału ceramicznego w czasie wytwarzania połączenia przy użyciu techniki z udziałem fazy ciekłej. Doniesienia literaturowe wskazują, że w kompozytach typu Al_2O_3 -szkło stosuje się warstwę tlenku cyny (SnO_2) jako barierową, która zabezpiecza przed dyfuzją aktywnych produktów do powierzchni ceramiki. Poza tym warstwa SnO_2 zdecydowanie poprawia odporność na pękanie tych kompozytów, co świadczy o jej pozytywnym wpływie na właściwości funkcjonalne powierzchni połączenia różnorodnych materiałów. Wykazano w pracy [MK9], że zastosowanie modyfikacji powierzchni podłoża Al_2O_3 poprzez naniesienie warstwy SnO_2 nie prowadzi do uzyskania zwilżalności w połączeniu Cu/ Al_2O_3 pomimo, że stechiometryczny dwutlenek cyny w atmosferze o obniżonej ilości tlenu traci samorzutnie tlen (stając się tlenkiem niestechiometrycznym SnO_{2-x}), przez co możliwy jest transfer tlenu w badanym połączeniu w trakcie testu zwilżalności i intensyfikacja oddziaływania chemicznego z udziałem tlenu. Pomimo braku zwilżalności w wysokiej temperaturze w układzie Cu/ SnO_2 / Al_2O_3 osiągnięto wzmocnione połączenie. **Podsumowując można stwierdzić, że modyfikacja powierzchni podłoża Al_2O_3 przez nałożenie cienkiej warstwy SnO_2 nie polepsza zwilżalności Al_2O_3 przez ciekłą Cu w każdej z temperatur badań, ale intensyfikuje oddziaływania chemicznego na granicy kontaktu Cu/ Al_2O_3 w oparciu o tlen, a to z kolei powoduje podwyższenie wytrzymałości na ścinanie połączenia Cu/ Al_2O_3 .** Wzrost wytrzymałości połączenia Cu/ SnO_2 / Al_2O_3 tłumaczyć można zarówno brakiem porowatości na granicy rozdziału jak i korzystną zmianą struktury i składu chemicznego strefy przy granicy rozdziału. Stąd można przypuszczać, że sposób ten pozwoli na modernizację technologii łączenia ceramiki Al_2O_3 z miedzią z udziałem fazy ciekłej.

Do najważniejszych osiągnięć z przeprowadzonych badań dotyczących powstawania połączenia pomiędzy Al oraz Cu, a ceramiką Al_2O_3 od strony podstawowych zjawisk i mechanizmów należą:

1. Ustalenie związku pomiędzy wytrzymałością połączenia metal/ceramika, a mechanizmami kontrolującymi proces zwilżalności, wymiany masy oraz kształtowania struktury obszaru przy granicy międzyfazowej:
 - a) dla połączeń Al/Al_2O_3 , $Al/Ti/Al_2O_3$, $Al/Nb/Al_2O_3$, $Cu/Ti/Al_2O_3$ oraz $Cu/SnO_2/Al_2O_3$ wykazano, że istnieje zależność pomiędzy zwilżalnością, a wytrzymałością strefy przy granicy połączenia, tj. im mniejszy kąt zwilżania tym wytrzymałość strefy połączenia jest większa. Natomiast dla połączeń: $Al/Ti+Nb/Al_2O_3$, $Al/TiO_2/Al_2O_3$ i Cu/Al_2O_3 ta zależność jest niejednoznaczna – nie występuje w zakresie zwilżalności wysokotemperaturowej (powyżej temperatury 1223 K).
2. Wytworzenie wzmocnionego połączenia Al/Al_2O_3 z zastosowaniem cienkiej warstwy Ti na podłożu ceramicznym w znacznie niższej temperaturze niż połączenie bez pokrycia, co jest szczególnie istotne w aspekcie praktycznego wytwarzania materiałów metalowo-ceramicznych metodą ciekło-fazową, z uwagi na obniżenie kosztów wytwarzania tych materiałów:
 - a) wykazanie wysokiej wytrzymałości na ścinanie (powyżej 40 MPa) dla połączeń Al/Al_2O_3 z modyfikowaną powierzchnią ceramiki Ti, wytworzonych w zakresie relatywnie niskiej temperatury (1023-1123 K),
 - b) udowodnienie, że modyfikacja powierzchni ceramiki tytanem ma wpływ na formowanie korzystnej struktury obszaru kontaktu komponentów połączenia (roztwór stały Al(Ti) i wydzielenia fazy Al_3Ti) nadającej wysokie właściwości wytrzymałościowe połączenia przy zachowaniu zdolności do odkształceń plastycznych.
3. Pokazanie, że modyfikacja powierzchni podłoża Al_2O_3 poprzez nałożenie cienkich warstw Nb i Nb+Ti zapewnia wytworzenie dobrej jakości połączenia typu $Al/Nb/Al_2O_3$ oraz $Al/Nb+Ti/Al_2O_3$ w temperaturach powyżej 1123 K z uwagi na:
 - a) dobrą przyczepność aluminium do podłoża ceramicznego oraz trwałość mechaniczną połączenia,
 - b) kształtowanie korzystnej struktury strefy przy granicy metal/ceramika poprzez częściowe rozpuszczanie się pokrycia Nb i Nb+Ti w ciekłym aluminium oraz tworzenie się na skutek dyfuzji reaktywnej nowego produktu reakcji w postaci wydzielenia faz odpowiednio: Al_3Nb i $Al_3(Ti,Nb)$, odgrywającego istotną rolę w umacnianiu strefy przy zachowaniu jej optymalnej plastyczności.
4. Uzyskanie w temperaturze powyżej 1023 K połączenia Al/Al_2O_3 o podwyższonej wytrzymałości mechanicznej również po zastosowaniu cienkiej warstwy tlenkowej TiO_2 .
5. Wykazanie, że zastosowanie cienkich warstw: Ti i SnO_2 na podłożu z Al_2O_3 jest skutecznym sposobem na wytwarzanie połączeń Cu/Al_2O_3 o znacznie wyższej wytrzymałości przy zachowaniu parametrów wytwarzania jak dla połączenia bez pokrycia, tj. temperatury, czasu i poziomu próżni, z uwagi na:
 - a) eliminację obecności porów na granicy rozdziału miedź/tlenek glinu,
 - b) tworzenie struktury strefy przy granicy międzyfazowej zapewniającej jej plastyczność przy zachowaniu umocnienia w wyniku zbrojenia wydzieleniami drugiej fazy (fazy bogate w Ti w roztworze stałym Cu(Ti)) i umożliwiającej kompensację dużej różnicy współczynników rozszerzalności liniowej Al_2O_3 i Cu,

- c) sposób ten pozwala na znaczną modernizację technologii łączenia ceramiki Al_2O_3 z miedzią jak również na poprawę jej wskaźników techniczno-ekonomicznych.
6. Pokazanie, że zapewnienie plastyczności w strefie przy granicy międzyfazowej w połączeniach metal/ceramika jest atrakcyjne z uwagi na możliwość akomodacji naprężeń szczątkowych (wynikających z niedopasowania współczynników rozszerzalności cieplnej metalu i ceramiki) oraz zablokowania propagacji pęknięć, co w konsekwencji daje wysoką odporność na pękanie połączenia.
7. Udowodnienie, że zastosowanie modyfikacji granicy międzyfazowej poprzez aktywację chemiczną powierzchni ceramiki cienkimi warstwami metalicznymi jest atrakcyjniejszą metodą uzyskania trwałego mechanicznie połączenia Al/Al_2O_3 niż zastosowanie dodatków stopowych (np. Ti i Sn) do aluminium.

Połączenia typu $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$

Obecnie zainteresowania naukowców koncentrują się głównie na dwóch próżniowych technologiach łączenia metali z ceramiką, tj. dyfuzyjnym zgrzewaniu (ang. Solid State Processing) i spajaniu z udziałem fazy ciekłej (ang. Liquid State Processing) z uwagi na zapewnienie wysokiej jakości połączeń, jakie te metody gwarantują. Stąd też następnym etapem moich badań było określenie optymalnych parametrów procesu wytwarzania metodą z udziałem fazy ciekłej połączeń typu ceramika/metal/ceramika o podwyższonej wytrzymałości mechanicznej strefy międzyfazowej, celem uzyskania wysokiej jakości połączeń. Metoda polegała na łączeniu kształtek ceramicznych (Al_2O_3) pokrytych cienką powłoką tytanu, warstwą aluminium w postaci folii w temperaturze powyżej temperatury topnienia aluminium. Doniesienia literaturowe nie dają wyczerpującej informacji na temat czynników związanych zarówno z metalem jaki i materiałem ceramicznym, które decydują o wytrzymałości połączenia, ale wskazują, że otrzymanie wysokiej jakości połączenia wymaga wytworzenia warstwy pośredniej związanej z ceramiką i wykazującej zdolność do łączenia z metalem. Podczas procesu wytwarzania i eksploatacji połączeń, wskutek wzajemnego oddziaływania pomiędzy komponentami, mogą występować niekorzystne zjawiska pogarszające parametry wytrzymałościowe połączeń. Występują obszary ceramiki lokalnie niezwilżone przez ciekły metal, w tych miejscach występuje tzw. porowatość gazowa, która zmniejsza czynny przekrój połączenia jak i powoduje powstanie lokalnych koncentracji naprężeń, prowadzących w konsekwencji do utraty spójności połączenia. Z kolei procesy dyfuzji zachodzące na granicy połączenia metal/ceramika powodują powstawanie kruchych warstw związków chemicznych o słabej wytrzymałości mechanicznej, mogące ulegać korozji naprężeniowej. Dodatkowym atutem podjęcia badań nad połączeniami typu ceramika/metal/ceramika była możliwość wykorzystania wcześniejszych wyników z badań procesu zwilżania powierzchni ceramiki Al_2O_3 po aktywacji chemicznej cienką powłoką Ti przez ciekłe Al, jako efektywne narzędzie, umożliwiające rozwiązanie wielu problemów związanych z jakością połączeń metal/ceramika.

Wyniki badań dotyczące wpływu zarówno grubości warstwy łączącej Al jak i cienkiej powłoki Ti nałożonej na powierzchnię tlenku glinu na wytrzymałość na zginanie połączenia $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ w powiązaniu z badaniami strukturalnymi strefy przy granicy połączenia, wraz ze szczególnym uwzględnieniem obserwacji faktograficznych powierzchni, utworzonych w następstwie wywołanego obciążeniem zniszczenia połączenia, przedstawiłam w pracach [MK10-12]. W ramach prowadzonych badań opracowałam specjalną metodykę do wytworzenia połączeń typu $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ w procesie z udziałem fazy ciekłej w $T=973$ K i w próżni rzędu 0,2 mPa, tj., poprzez łączenie kształtek ceramicznych (Al_2O_3) warstwą Al (99.99%) w unikalnym w skali krajowej zespole aparaturowym do badań zjawisk powierzchniowych ciekłych metali, będącym na wyposażeniu Centrum Badań Wysokotemperaturowych IOd. Ponadto do badania właściwości wytrzymałościowych zastosowałam próbę 4-punktowego zginania (wybór ze względu na równomierny rozkład

naprężeń na długości próbki), uzyskując cenne informacje o trwałości połączeń jak i możliwości bardziej wnikliwej analizy mechanizmów zniszczenia, a w konsekwencji syntetycznego ujęcia właściwości mechanicznych połączenia. Również ważnym było zastosowanie przy badaniach strukturalnych na mikroskopie świetlnym oraz skaningowym zglądów tzw. skośnych, przygotowanych pod kątem 25° do powierzchni połączenia, uzyskanej po próbie zginania, celem powiększenia obszaru połączonego do obserwacji.

Wyniki przedstawione w pracy [MK10] wskazują, że grubość warstwy Al ma duży wpływ na finalną wytrzymałość na zginanie połączenia $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ oraz mechanizm jego zniszczenia. **Ważnym odkryciem było to, że warstwa łącząca Al o grubości $30\ \mu m$ zapewnia uzyskanie tak wysokiej wytrzymałości połączenia $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ jak dla ceramiki Al_2O_3 , a utrata spójności połączenia następuje przez kruche pękanie w ceramice, blisko granicy rozdziału.** Natomiast dla połączenia $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ z warstwą Al o grubości 10-krotnie większej następuje obniżenie niszczących naprężeń zginających, a zniszczenie połączenia przebiega głównie przez plastyczne pękanie w metalu. Występująca zmiana nachylenia krzywej zginania po przekroczeniu maksymalnej wartości naprężenia zginającego dla belek z różną grubością warstwy metalu świadczy o innym rozkładzie pola naprężeń, co w konsekwencji wskazuje na różny mechanizm zniszczenia w obszarze kontaktu. Warto również zaznaczyć, że pomimo warstwy Al o większej grubości, która może dyssypować energię pęknięcia i w konsekwencji zwiększać odporność na pękanie, intensywnie narastające obciążenie powoduje propagację pęknięcia i niewielki zakres ugięcia.

W pracy [MK11] wytworzono połączenie $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ z warstwą Al o grubości $30\ \mu m$ i z zastosowaniem cienkiej powłoki Ti o grubości $800\ nm$, naniesionej metodą PVD na powierzchnię kontaktu ceramicznych kształtek. Zaskakującym jest to, że aktywacja chemiczna powierzchni ceramiki spowodowała znaczny spadek wytrzymałości na zginanie połączenia $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$. Natomiast jak wcześniej wykazano w pracy [MK2] zastosowanie cienkiej warstwy Ti wpłynęło bardzo pozytywnie na zwilżalność i wytrzymałość połączenia typu Al/Al_2O_3 . Zatem różnice we właściwościach tj., składzie chemicznym, strukturze i właściwościach mechanicznych strefy przy granicy kontaktu, połączenia typu Al/Al_2O_3 uzyskanego w czasie badań zwilżalności metodą kropli leżącej, oraz połączenia typu $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ uzyskanego w procesie łączenia z udziałem fazy ciekłej wskazują, że czynnik geometryczny, tj. objętość metalu przypadająca na powierzchnię połączoną ma istotny wpływ na kształtowanie właściwości strefy kontaktu. W procesie łączenia z udziałem fazy ciekłej ten stosunek jest znacznie mniejszy w porównaniu do testu zwilżalności. Warstwa Al o grubości $30\ \mu m$ po kontakcie w procesie łączenia kostek ceramicznych pokrytych tytanem jest przesycona tytanem, co w konsekwencji umożliwia tworzenie się znacznie grubszej strefy dyfuzyjnej z twardymi i kruchymi fazami międzymetalicznymi typu Al_3Ti . Ponadto różny stan naprężeń w belce zginanej oraz podczas próby ścinania utrudnia porównanie dotyczące oceny właściwości mechanicznych połączeń. Należy zaznaczyć, że dla połączenia $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ ugięcie odpowiadające maksymalnemu naprężeniu zginającemu jest dwukrotnie większe niż dla połączenia $Al_2O_3/Ti/Al/Ti/Al_2O_3$, a utrata spójności następuje przez kruche pękanie w ceramice w pobliżu granicy połączenia. Natomiast dla połączenia $Al_2O_3/Ti/Al/Ti/Al_2O_3$ utrata spójności następuje przez plastyczne pękanie w metalu. **Interesującą obserwacją było to, że charakter przebiegu krzywej naprężenie zginające-strzałka ugięcia dla połączenia $Al_2O_3/Ti/Al/Ti/Al_2O_3$ jest paraboliczny z tendencją do wykazywania łagodnego spadku przed zniszczeniem połączenia, co wskazuje na istnienie obszaru plastycznego w tym połączeniu.**

W dalszych badaniach [MK12] nad procesem wytwarzania połączeń o wysokiej jakości typu $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ zastosowałam zmodyfikowaną technikę łączenia z udziałem fazy ciekłej. Przy łączeniu kształtek ceramicznych Al_2O_3 pokrytych cienką powłoką Ti zastosowano nacisk rzędu $0,01\ MPa$, celem wywołania wzmocnionego kontaktu między kształtkami (pozostałe parametry procesu pozostały bez zmian). **Ważnym wnioskiem wynikającym z tych badań było podwyższenie trwałości mechanicznej połączenia $Al_2O_3/Ti/Al/Ti/Al_2O_3$ z warstwą Al o grubości $30\ \mu m$ w porównaniu z połączeniem, dla którego nie stosowano nacisku.** W powyższej pracy również porównano wyniki prób zginania dla połączeń

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą łączącą Al o grubości 300 μm jak i 30 μm , stosując powłokę Ti na powierzchni Al_2O_3 oraz nacisk rzędu 0.01 MPa. Stwierdzono, że dla połączenia warstwą metalu o grubości 300 μm występuje obniżenie parametrów siłowych procesu zginania, a także ulega skróceniu strzałka ugięcia. Badania struktury strefy połączenia wykazały, że wielkość i kształt wydzieleni nowej fazy (o składzie zbliżonym do Al_3Ti) w strefie połączenia jest różna i zależna od grubości metalu łączącego materiał ceramiczny, co w konsekwencji wpływa na uzyskanie różnej wartości naprężeń niszczących w połączeniach.

W połączeniu $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą Al o grubości 300 μm charakterystycznym jest obecność dużej ilości wydzieleni nowej fazy, skupionych wzdłuż całej granicy rozdziału w znacznej odległości od granicy połączenia. Natomiast w połączeniu $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą Al o grubości mniejszej, występują lokalnie wydzielenia nowej fazy w postaci pojedynczych, długich igieł tuż przy granicy metal/ceramika. Również obserwacje przelomów próbek połączeń $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą Al o grubości zarówno 300 μm jak i 30 μm po próbie zginania, wskazują na odmienny mechanizm zniszczenia zależny od grubości warstwy metalu łączącego materiał ceramiczny. Dla połączeń $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą Al o grubości 300 μm zniszczenie w metalu zachodzi poprzez tworzenie się mikropustek, rozrastających się pod wpływem przyłożonych naprężeń, a następnie łączących się w pęknięcie główne przez rozwarstwienie warstw materiału pomiędzy nimi w wyniku dekohezji plastycznej. Natomiast dla próbek połączeń z warstwą Al o grubości 30 μm występuje złożony mechanizm pęknięcia ciągliwo–kruchy (przełom plastyczno-kruchy). **Badania faktograficzne wykazały, że zwiększenie grubości warstwy Al w badanych połączeniach wpływa niekorzystnie na poziom niszczących naprężeń zginających (kontrolę nad utratą spójności przyjmuje mechanizm ciągliwego pęknięcia), a w konsekwencji na trwałość połączenia metal/ceramika.**

Do najważniejszych osiągnięć z przeprowadzonych badań powstawania połączenia pomiędzy metalem, a ceramiką od strony procesu technologicznego wytwarzania połączenia (metodą z udziałem fazy ciekłej) w celu optymalizacji jego właściwości użytkowych należą:

1. Wykazanie, że grubość warstwy Al ma duży wpływ na wytrzymałość na zginanie połączenia $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$ oraz mechanizm jego zniszczenia:
 - a) dla połączenia $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą Al o grubości 30 μm uzyskano wytrzymałość na zginanie porównywalną z wytrzymałością belki ceramicznej bez warstwy łączącej, a utrata spójności połączenia nastąpiła przez kruche pęknięcie w ceramicie,
 - b) dla połączenia $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$ z warstwą Al o grubości 300 μm następuje obniżenie niszczących naprężeń zginających, a zniszczenie połączenia przebiega przez plastyczne pęknięcie w metalu. Przy czym zapewnienie plastyczności w strefie kontaktu gwarantuje w większym stopniu akomodację naprężeń szczytowych w połączeniu.
2. Pokazanie, że trwałość mechaniczna połączeń $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dla danej grubości warstwy łączącej zależy głównie od efektów mikrostrukturalnych w obszarze interfejsu w obecności cienkiej powłoki Ti. Mniejsza grubość warstwy Al w połączeniu $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Al}/\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ gwarantuje większy wpływ tytanu na umocnienie roztworowe i wydzieleniowe strefy łączącej, co w konsekwencji decyduje o wyższych właściwościach mechanicznych połączenia.
3. Wykazanie, że istotne różnice w strukturze i składzie chemicznym strefy przy granicy rozdziału metal/ceramika dla połączeń wytwarzanych w trakcie eksperymentu zwilżalności (metodą kropli leżącej) jak i metodą z udziałem fazy ciekłej spowodowane są czynnikiem geometrycznym, tj. stosunkiem objętości metalu do pola powierzchni łączenia.

4. Wskazanie, że technika łączenia aluminium z ceramiką Al_2O_3 przy zastosowaniu cienkiej powłoki Ti w procesie z udziałem fazy ciekłej daje większe możliwości w projektowaniu strukturalno-mechanicznych właściwości połączeń.

Wyniki prowadzonych przeze mnie prac, których jestem autorem lub współautorem przedstawione w ramach niniejszego zbioru publikacji będących podstawę postępowania habilitacyjnego pozwalają na sformułowanie wniosków dotyczących zarówno powstawania połączenia pomiędzy metalem (aluminium i miedzią) a ceramiką Al_2O_3 po zastosowaniu modyfikacji jej powierzchni, od strony podstawowych zjawisk i mechanizmów jak i procesu technologicznego wytwarzania połączenia (metoda z udziałem fazy ciekłej) o dobrej trwałości mechanicznej. Do najważniejszych osiągnięć, które wynikają z moich badań należy zaliczyć:

- wyjaśnienie wpływu aktywacji chemicznej powierzchni ceramicznej poprzez naniesienie cienkich warstw metalicznych i tlenkowych na proces oddziaływania w układzie metal/ Al_2O_3 , zjawisko zwilżalności oraz na kształtowanie efektów mikrostrukturalnych oraz właściwości mechanicznych w strefie kontaktu,
- udoskonalenie sposobu wytwarzania połączeń metal/ceramika metodą z udziałem fazy ciekłej poprzez zastosowanie cienkich warstw metalicznych i tlenkowych na powierzchni ceramiki, prowadzącego do uzyskania wysokiej jakości połączeń metal/ceramika
- opracowanie rekomendacji technologicznych w zakresie wytwarzania połączeń metal/ceramika jako i struktur kompozytowych i warstwowych metodą z udziałem fazy ciekłej przy zastosowaniu aktywacji chemicznej powierzchni ceramiki i siły dociskowej,
- obniżenie kosztów produkcji elementów opartych na połączeniach metal/ceramika, poprzez możliwość obniżenia temperatury łączenia przy zastosowaniu technik z udziałem fazy ciekłej i modyfikacji granicy międzyfazowej przy utrzymaniu wymaganych właściwości wytrzymałościowych,
- wykorzystanie wyników badań oddziaływania zachodzącego w trakcie procesu zwilżania ceramiki Al_2O_3 aluminium i miedzią do optymalizacji technologii łączenia, które będą nadal wykorzystywane do doskonalenia konstrukcji połączeń metal/ceramika m.in. do zwiększenia wytrzymałości mechanicznej połączeń metal/ceramika i ich stabilności temperaturowej, oraz zwiększenia niezawodności połączeń poprzez sterowanie strukturą obszaru połączenia jak i eliminację obszarów lokalnie niepołączonych.

Omówienie możliwości wykorzystania osiągniętych wyników

Przedstawiono metodę projektowania połączeń metal/ceramika techniką z udziałem fazy ciekłej z wykorzystaniem modyfikacji powierzchni ceramicznej poprzez pokrywanie cienkimi warstwami metalicznymi i tlenkowymi, zapewniającą: (i) zarówno wytwarzanie połączeń o żądanej strukturze, właściwościach mechanicznych, fizycznych i chemicznych, (ii) jak i najniższy koszt wytwarzania (poprzez obniżenie temperatury łączenia w wyniku stosowanie reaktywnych warstw pośrednich), oraz gwarantującą stabilne powtarzalne parametry wytrzymałościowe połączeń metal/ceramika. Jest to propozycja istotna w aspekcie praktycznego wytwarzania materiałów metalowo-ceramicznych metodą z udziałem fazy ciekłej, celem dostarczenia odpowiednich tworzyw do nowoczesnej aparatury w przemyśle lotniczym, elektronicznym, zbrojeniowym, kosmicznym oraz w energetyce jądrowej lub rozwiązania konkretnych problemów technologicznych. W szczególności proponowane

połączenia metal/ceramika z modyfikacją powierzchni międzyfazowej mogą być wykorzystywane jako specjalne, wielowarstwowe podłoża w mikroelektronice i optoelektronice, jako przepusty prądowe w fizyce wysokiej próżni oraz w budowie maszyn chemicznych i aparatury medycznej. Ponadto wskazałam, że optymalizacja parametrów temperaturowo-czasowych w procesie łączenia metalu z ceramiką powinna być dokonywana na podstawie wyników badań zwilżalności w układzie ciekły metal-ciało stałe.

W swoich pracach wykazałam, że w połączeniu Al/Al₂O₃ po zastosowanie pokrycia Ti na powierzchnię Al₂O₃ w temperaturze bliskiej temperaturze topnienia Al, osiągnięto najwyższą wytrzymałość na ścinanie. Pozwoliło to na dobór parametrów czasowo-temperaturowych w technologii wytworzenia połączeń typu Al₂O₃/Al/Al₂O₃ w procesie z udziałem fazy ciekłej w próżni, tj., poprzez łączenie kształtek ceramicznych pokrytych cienką powłoką Ti z warstwą Al w postaci folii. Ponadto wykazałam, że trwałość mechaniczna uzyskanych połączeń metal/ceramika metodą z udziałem fazy ciekłej zależy głównie od struktury i składu chemicznego obszaru połączenia i, że oprócz osiągniętej optymalnej zwilżalności w układzie istotną rolę w kreowaniu morfologii elementów struktury strefy przy granicy rozdziału połączenia odgrywa dyfuzja pierwiastka z cienkiej warstwy, prowadząca do jej umocnienia wydzieleniami drugiej fazy. Pokazałam, że zapewnienie plastyczności w strefie przy granicy międzyfazowej w połączeniach metal/ceramika jest atrakcyjne z uwagi na możliwość akomodacji naprężeń szczątkowych (wynikających z niedopasowania współczynników rozszerzalności cieplnej metalu i ceramiki) oraz zablokowania propagacji pęknięć, co w konsekwencji daje wysokojakościowe połączenia.

Uzyskane efekty badań potwierdzają, że procesy zachodzące w obszarach granicznych połączeń metal/ceramika w różnych modyfikacjach metody łączenia z udziałem fazy ciekłej przebiegają podobnie, a w związku z tym poprzez kojarzenie tych metod, np. metalizację powierzchni Al₂O₃, stosowanie nacisku w procesie z udziałem fazy ciekłej można osiągnąć bardziej wytrzymałe i trwalsze połączenia niż stosując każdą z tych opcji oddzielnie. Stąd dobór optymalnych metod do uzyskania konkretnego połączenia o wymaganej jakości powinien być oparty o wstępne badania, których scenariusz przedstawiłam w tym opracowaniu.

5. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych (artystycznych)

5.1. Studia magisterskie

Jestem absolwentką dwóch wydziałów Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. W latach 1979–1984 studiowałam na Wydziale Technologii i Mechanizacji Odlewnictwa na kierunku Odlewnictwo Metali Nieżelaznych. W roku 1984 obroniłam pracę dyplomową pt. *„Wpływ wybranych dodatków stopowych na strukturę i własności stopu na osnowie Cu-Al-Si”*. W pracy przedstawiono wpływ zmiennych dodatków stopowych: cynku i manganu na strukturę i właściwości mechaniczne brązu aluminiowo-krzemowego celem ustalenia ich granicznych i optymalnych zawartości w stopie wieloskładnikowym na osnowie Cu-Al-Si. Następnie w tym samym roku podjęłam studia na Wydziale Metali Nieżelaznych. W trakcie studiów aktywnie uczestniczyłam w pracach Koła Naukowego Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa „Wakans” i rozwijałam zainteresowania dotyczące mechanizmów odkształcenia metali.

W roku 1985 przedstawiłam pracę pod kierunkiem dr inż. Henryka Dybca pt. *„Niestateczność starzeniowa w mosiądzu”* na Międzynarodowej Sesji Studenckich Kół Naukowych w Krakowie oraz na Sejmiku Studenckim „My-Hutnictwu” w Częstochowie. (uzyskując wyróżnienie). Również w latach 1986-1987 brałam udział w Studenckiej Sesji Kół Naukowych w Krakowie przedstawiając pracę pod kierunkiem dr inż. H. Dybca pt. *„Struktura silnie odkształconych drutów z brązu B6”* (uzyskując I nagrodę) i pracę pod kierunkiem dr hab. inż. Janusza Gryzieckiego pt. *„Struktura stopu CuGe8 walcowanego na zimno z różnymi gniotami”* (uzyskując III nagrodę). Oryginalne wyniki badań dotyczące struktury silnie odkształconych drutów z brązu zostały przedstawione w publikacji [IK2]. W roku 1987 obroniłam pracę dyplomową pt. *„Struktura stopu CuGe8 walcowanego na zimno z różnymi*

gniotami". W pracy przeprowadzono analizę mechanizmów kontrolujących umocnienie w silnie odkształconych stopach o bardzo niskiej energii błędu ułożenia. Studia na Wydziale Metali Nieżelaznych na kierunku Przeróbka Plastyczna i Metaloznawstwo ukończyłam z wyróżnieniem. W tym samym roku przyznano mi także Medal Stanisława Staszica dla Wzorowego Absolwenta Uczelni w roku akademickim 1986/87.

5.2. Studia doktoranckie

W latach 1988 – 1993 byłam uczestniczką Studiów Doktoranckich w Akademii Górniczo-Hutniczej z zakresu „Teoria i Technologia Procesów Metalurgicznych” Studia doktoranckie obejmowały wybrane zagadnienia z metaloznawstwa, fizyki odkształcenia, metalurgii oraz techniki cieplnej. Pracę doktorską zatytułowaną *Wpływ sposobu odkształcenia na umocnienie monokryształów cynku* obroniłam w roku 1994 w Katedrze Struktury i Mechaniki Ciała Stałego Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie, otrzymując tytuł doktora nauk technicznych. Moim promotorem był Pan prof. dr hab. inż. Borys Mikułowski, a recenzentami: Pan prof. dr hab. Henryk Morawiec z Uniwersytetu Śląskiego oraz Pan prof. dr hab. inż. Andrzej Łatkowski z AGH. Moja praca doktorska dotyczyła fizyki odkształcenia plastycznego metali heksagonalnych, a w szczególności zjawiska wymuszania zmiany drogi odkształcenia w monokryształach cynku na przebieg mechanizmu jego umocnienia. Zakres badań doświadczalnych obejmował hodowlę monokryształów cynku i cynku stopowego oraz złożone techniki badania właściwości tych materiałów. Z obserwacji dokonanych w omawianej pracy wynika, że jednym z istotnych procesów kontrolujących opór odkształcenia plastycznego są procesy oddziaływania dyslokacji poślizgowych z granicami podziarn charakteryzujących jakość monokryształu. Korelacja struktury i właściwości mechanicznych wykazuje istotny wpływ substruktury na proces umocnienia. Swoje częściowe wyniki z pracy doktorskiej prezentowałam na seminariach, m.in. na Wydziale Metali Nieżelaznych AGH w Krakowie, w Katedrze Struktury i Mechaniki Ciała Stałego (1991) pt. „Wpływ sposobu odkształcenia na umocnienie monokryształów cynku”, na Wydziale Fizyki Ciała Stałego Uniwersytetu Wiedeńskiego (1992) pt. „The effect of temperature and deformation path on the properties of Zn and ZnGa0.2%at monocrystals” i na XX Seminarium Młodych Metaloznawców w Harbutowicach (1992) pt. „Wpływ sposobu odkształcenia na umocnienie monokryształów cynku w zmiennych warunkach temperaturowych” oraz na konferencjach krajowych - III Sympozjum na temat Zagadnień Pełzania Materiałów (1989) w Białymstoku pt. „Wpływ temperatury i wielkości ziarna na szybkość pełzania polikrystalicznego cynku”. W roku 1992 brałam udział w szkole letniej dla młodych naukowców ESMAT 92 „Summer School on Materials Science for Young Scientists” w Ille d’Oleron we Francji. Efektem badań przeprowadzonych podczas realizacji mojej pracy doktorskiej były publikacje [PK1, PK4, IK1].

5.3. Przebieg pracy zawodowej

Pracę zawodową w Instytucie Odlewnictwa rozpoczęłam po obronie pracy doktorskiej dnia 05.04.1994 roku w Pracowni Metalowych Materiałów Kompozytowych kierowanej przez dr inż. Natalię Sobczak, następnie przekształconej w roku 1997 w Laboratorium Fizykochemii Metali i Stopów (TF). Od dnia 1 września 2004 pełnię funkcję Kierownika Zespołu Laboratoriów Badawczych (ZLB) i Kierownika ds. Jakości w ZLB. Biorę czynny udział w utrzymaniu i rozwoju systemu zarządzania w ZLB oraz w przygotowywaniu dokumentacji systemowej oraz częściowo technicznej spełniającej wymagania normy PN EN ISO/IEC 17025. Zespół Laboratoriów Badawczych od roku 2004 posiada Certyfikat Akredytacji PCA (AB 494), co pozwala na efektywniejsze zarówno w sensie merytorycznym jak i ekonomicznym zarządzanie laboratorium.

5.4. Charakterystyka dorobku naukowego

Pierwszy okres (1989-1993) związany jest z moimi badaniami realizowanymi w pracy doktorskiej i dotyczy głównie zagadnień związanych z fizyką odkształcenia metali heksagonalnych, a w szczególności moje zainteresowania skupiały się na problemach umacniania monokryształów cynku w zmiennych warunkach temperatury i odkształcenia. Prace badawcze w tym okresie zostały wykonane pod kierunkiem Pana Prof. dr hab. inż. Borysa Mikułowskiego.

Okres drugi (1994-2008) mojej działalności naukowej dotyczy zagadnień związanych z otrzymywaniem trwałych połączeń typu metal/ceramika metodą z udziałem fazy ciekłej poprzez intensyfikację oddziaływania fizykochemicznego na granicy kontaktu pary materiałów, stosując modyfikacje składu chemicznego powierzchni materiału ceramicznego. Większość prac badawczych w tym okresie została wykonana pod kierunkiem Pani Prof. dr hab. inż. Natalii Sobczak.

Okres trzeci (2006- do chwili obecnej) związany jest z moją działalnością naukową zarówno eksperymentalną jak i technologiczną z zakresu inżynierii powierzchni, a w szczególności z analizą struktury i wytrzymałości adhezyjnej powłok ceramicznych natryskiwanych termicznie na powierzchnię odlewów ze stopów aluminium i żelaza.

5.4.1. Dorobek naukowy w latach 1989-1993

Badania umocnienia monokryształów cynku i cynku z galem w zmiennych warunkach temperatury i odkształcenia dowiodły, że nie istnieje jeden dominujący mechanizm kontrolujący umocnienie w badanym zakresie temperatur. Jednym z istotnych procesów kontrolujących opór odkształcenia plastycznego są procesy oddziaływania dyslokacji poślizgowych z granicami podziarn, charakteryzujących jakość monokryształu. Obok dyslokacji lasu, jako przeszkody pokonywane w wyniku termicznej aktywacji należy również uznać progi i pętle dyslokacyjne. Efekty powyższych badan zostały opublikowane w czasopismach [PK1, PK4, IK1].

5.4.2. Dorobek naukowy w latach 1994-2008

Prace badawcze i badawczo-rozwojowe prowadzone przeze mnie w latach 1994-2004 koncentrowały się przede wszystkim na badaniu procesu fizykochemicznego oddziaływania wzajemnego na granicy kontaktu ciekły metal/materiał stały w warunkach wysokich temperatur i próżni oraz automatycznej, ciągłej rejestracji procesu oddziaływania. Przy czym w latach 1994-1996 badania skoncentrowane były głównie na opracowaniu i udoskonalaniu metodyki badań zwilżalności układów typu ciekły metal/ciało stałe przy użyciu specjalistycznej aparatury do wysokotemperaturowych badań kinetyki zwilżania i rozptywania się ciekłych metali i stopów w kontakcie z materiałami stałymi, przy zastosowaniu automatycznej rejestracji procesu. Badaniom poddano różnorodne układy: stopy niklu w kontakcie z materiałami ceramicznymi takimi jak: MgO , Al_2O_3 oraz stopy aluminium w kontakcie z materiałami węglowymi i ceramicznymi ($B_{13}O_2$). Najważniejszą uzyskaną informacją z tych badań było wyjaśnienie roli aktywnych dodatków stopowych, głównie tytanu na stabilność i reaktywność stopów Al w kontakcie z materiałami węglowymi w praktycznych aspektach doboru efektywnych modyfikatorów lub trwałego oprzyrządowania odlewniczego. Również cenną informacją z ww. badań była możliwość zastosowania związku $B_{13}O_2$ do syntezy materiałów kompozytowych o wysokich właściwościach użytkowych. Powyższe badania realizowano w ramach działalności statutowej Instytutu Odlewnictwa jak i we współpracy w ramach zarówno międzynarodowego projektu badawczego pt. "Complex investigations of the interfacial phenomena of the liquid metals in the contact with solid bodies" finansowanego przez II Wspólny Fundusz Polsko-Amerykański im. M. Skłodowskiej-Curie jak i we współpracy z National Electron Microscopy Center, Lawrence Berkeley National Laboratory, USA [PK2, PK3, IK3-5, IK14].

W latach 1994-1995 jako wykonawca uczestniczyłam w projektach badawczych: pt. „Kompleksowe badania zgodności różnorodnych materiałów kompozytowych na bazie stopów aluminium” oraz pt. „Fizykochemiczne oddziaływanie wzajemne na granicy kontaktu ciało stałe-ciekły metal jako czynnik kształtujący strukturę i właściwości materiałów heterogenicznych o osnowie stopów aluminium”, których celem były kompleksowe badania fizykochemicznego oddziaływania wzajemnego na granicy kontaktu ciekły stop Al/materiał ceramiczny jednoskładnikowy (Al_2O_3 , SiC, TiN_x) lub dwuskładnikowy (Al_2O_3 -TiC), również stosując pokrycie specjalne na materiał ceramiczny (NiP, CoP, NiCoP, CuMnNi, CrSi42W9, TiN). W ramach projektów przeprowadzono m.in. badania wpływu temperatury, dodatków stopowych, składu chemicznego podłoża (TiN_x , gdzie: $x=0,6-1,0$), oraz rodzaju pokrycia specjalnego na kinetykę zwilżania wybranych materiałów ceramicznych przez ciekłe i półciekłe stopy Al. Analiza strukturalna (mikroskopia: świetlna, skaningowa i transmisyjna) pozwoliła na identyfikację nowych faz i określenie mechanizmu ich powstawania na skutek oddziaływania w wybranych układach. Uzyskane wyniki pozwoliły na opracowanie teoretycznych i praktycznych podstaw zwiększenia zgodności fizykochemicznej w układach ceramika-ciekły metal, wyjaśnienie roli pokrycia technologicznego na zwilżalność i trwałość połączenia w układzie metal/ceramika. Informacje te były bardzo przydatne w procesie wytwarzania układów heterogenicznych na bazie Al, np. w praktycznych aspektach wytwarzania materiałów kompozytowych o osnowie metalowej lub ceramicznej, odlewów zbrojonych lub wielowarstwowych, połączeń typu Al/ceramika lub ceramika/ceramika [IK6- IK8, IK11]. Również w roku 1994 byłam wykonawcą w projekcie celowym pt. „Optymalizacja procesu technologicznego nasycania tworzyw węglowo-grafitowych metalami w autoklawie przemysłowej firmy Leybold”, a w latach 1995-1996 wykonawcą projektu badawczego pt. „Modelowanie i symulacja komputerowa procesu wytwarzania materiałów kompozytowych metodą infiltracji porowatych tworzyw ceramicznych”. Wymienione projekty dotyczyły projektowania optymalnej struktury i właściwości mechanicznych i użytkowych materiałów kompozytowych metalowych i węglowych [IK9, IK10, IK12, IK13].

Moim pierwszym samodzielnym zadaniem badawczym była adaptacja karty graficznej MATROX do celów: (i) automatycznej rejestracji obrazu badanego obiektu i obróbki danych podczas wysokotemperaturowych badań właściwości ciekłych metali i stopów oraz (ii) do opracowania efektywnej metody oceny reaktywności i stabilności materiałów ceramicznych w kontakcie z ciekłymi stopami. W ramach tej pracy opracowano sposób rejestracji obrazu dla badań kinetyki zwilżalności ciał stałych przez ciekłe metale oraz algorytm obliczeniowy do analizy kinetyki zwilżalności z zastosowaniem systemu komputerowej analizy i przetwarzania obrazu. Dysponując biblioteką procedur firmy MATROX, realizujących proste funkcje jak wprowadzanie obrazu do pamięci karty, odczyt i zapis wartości bajtów opisujących poszczególne piksele itd. możliwe było stworzenie programu (w języku C) opartego o własny algorytm, mający zastosowanie w cyfrowej obróbce obrazu dla tzw. "dużej" kropli (kąąt zwilżania powyżej 90 stopni).

Najważniejszy okres mojej drogi naukowej rozpoczął się w roku, kiedy zajęłam się tematyką związaną z ustaleniem korelacji pomiędzy wytrzymałością połączenia typu metal/ceramika a mechanizmami kontrolującymi proces zwilżalności w aspekcie praktycznego wytwarzania materiałów metalowo-ceramicznych metodą ciekło-fazową, w której rolę decydującą odgrywa zjawisko zwilżalności, zaczynając pracę jako główny wykonawca w projektach badawczych. W latach 1999-2005 moje badania skoncentrowane były na sterowaniu strukturą, a tym samym właściwościami mechanicznymi połączeń typu metal/tlenek glinu. Badałam proces oddziaływania wzajemnego Al_2O_3 z ciekłym Al i Cu, stosując modyfikację składu chemicznego powierzchni tlenku glinu poprzez jej pokrywanie cienkimi warstwami metalicznymi i tlenkowymi o wysokiej adhezji, w powiązaniu z pomiarem wytrzymałości połączenia. Rezultaty tych badań pozwoliły na ustalenie optymalnych parametrów dla procesu wytwarzania połączeń metal/ceramika o zadanej strukturze i właściwościach mechanicznych. Ważnym etapem w tych badaniach było opracowanie metodyki przygotowania próbek połączeń typu metal/ceramika do określenia mechanicznych właściwości połączenia. Pomiar wytrzymałości połączenia przeprowadzono metodą ścinania

próbek po badaniach zwilżalności przy użyciu własnej metodyki opracowanej przez zespół TF (patent nr P-352 264) oraz metodą 4-punktowego zginania próbek o przekroju kwadratowym, wytworzonych techniką łączenia z udziałem fazy ciekłej (lutowania) w aparaturze do wysokotemperaturowych badań kinetyki zwilżania. Istotnymi wnioskami z tych badań były: (i) istnieje wyraźna zależność wytrzymałości na ścinanie od temperatury i kąta zwilżania w układzie aluminium/tlenek glinu, oraz (ii) zastosowanie modyfikacji powierzchni materiału ceramicznego ma wpływ na zwiększenie oddziaływania chemicznego oraz trwałości mechanicznej w układzie Al/Al₂O₃.

W latach 1997-2000 byłem głównym wykonawcą w projekcie badawczym pt. „Stabilność i reaktywność azotków w kontakcie z ciekłymi metalami”, a w latach 2000-2004 w projekcie badawczym pt. „Fizyko-chemiczne podstawy wytwarzania kompozytów odlewanych *in situ* typu Al-Al₂O₃”. W ramach projektu dotyczącego oddziaływania azotków z ciekłymi metalami, przeprowadzono kompleksowe badania oddziaływania azotków AlN, TiN oraz Si₃N₄ z cieciami metalicznymi o osnowie Al i Cu celem ustalenia wpływu różnych czynników, tj., temperatury, czasu oddziaływania, typu azotku i sposobu jego wytwarzania, dodatków stopowych oraz dodatków aktywujących proces spiekania azotków, sposobu przygotowania powierzchni azotku na reaktywność i stabilność chemiczną wybranych układów ciekły metal/azotek. Przeprowadzone badania porównawcze kinetyki zwilżania, struktury i składu chemicznego granic rozdziału oraz trwałości uzyskanych połączeń metalo-azotkowych pozwoliły na wyjaśnienie mechanizmu reaktywności wysokotemperaturowej badanych materiałów oraz kształtowania właściwości mechanicznych tych połączeń. Na opracowany w ramach realizacji projektu sposób i konstrukcję uniwersalnego uchwytu do przeprowadzania próby ścinania połączeń różnorodnych materiałów został udzielony na rzecz AGH patent na wynalazek pt. „Przyrząd do wyznaczania wytrzymałości na ścinanie połączeń różnorodnych materiałów” nr P-352 264. Efektem badań przeprowadzonych podczas realizacji projektu były publikacje [IK15-18]. Wart zauważenia jest fakt, że opracowano prosty i szybki sposób oceny trwałości połączenia metal/ceramika pozwalający na oszacowanie na tej samej próbce korelacji pomiędzy wynikami badań zwilżalności a wytrzymałością połączenia.

Natomiast celem projektu dotyczącego fizyko-chemicznych podstaw wytwarzania kompozytów typu Al-Al₂O₃ było opracowanie teoretycznych i praktycznych podstaw wytwarzania kompozytów *in situ* typu Al-Al₂O₃ o podwyższonych własnościach użytkowych poprzez kreowanie zróżnicowanej - pod kątem składu fazowego i morfologii - struktury ich komponentów, wykorzystując do tego celu reakcje chemiczne pomiędzy aluminium i tlenkami metali. Przedmiotem badań były reaktywne układy Al-tlenki metali typu Al-Me_xO_y oraz powstałe na skutek reakcji chemicznej pomiędzy ich składnikami nowe układy kontaktowe typu Al-Al₂O₃ lub Al-Me_xAl_y-Al₂O₃. W ramach projektu zespół realizatorów przeprowadził kompleksowe badania wpływu różnych czynników (temperatury, dodatków stopowych, składu chemicznego i struktury ceramiki tlenkowej) na oddziaływanie fizykochemiczne w wybranych układach Al-tlenki metali, uwzględniając takie zjawiska jak: kinetykę zwilżania, rozpylania się i infiltracji, reaktywność układów, rodzaj i morfologię powstających wskutek oddziaływania produktów reakcji [PK5, PK6, IK21-23].

Z uwagi na fakt, że właściwości obszaru granic rozdziału w układach Al/Al₂O₃ i Cu/Al₂O₃ nie pozwalają otrzymać połączenia o wysokich właściwościach mechanicznych w relatywnie niskich temperaturach, poszukiwałam metod zwiększenia trwałości połączenia poprzez intensyfikację oddziaływania chemicznego na granicy kontaktu pary materiałów, stosując modyfikacje składu chemicznego powierzchni Al₂O₃ drogą nakładania cienkich warstw metalicznych i tlenkowych, metodami fizycznymi. Stąd ważnym kierunkiem w badaniach nad otrzymywaniem trwałych połączeń Al/Al₂O₃ była modyfikacja powierzchni ceramicznej cienkimi warstwami (poniżej 1 μm) o wysokiej adhezji: Ti, Sn, Nb, Cr, Nb+Ti, Ti+Cr oraz TiO₂ i SnO₂, a w układzie Cu/Al₂O₃ cienkimi warstwami Ti, Sn, SnO₂ i TiO₂.

Wstępne badania były podjęte już przez zespół TF w roku 1999 w pracy dotyczącej określenia przydatności cienkiej powłoki metalicznej na bazie układu Al-Ti, naniesionej metodą rozpylania magnetronowego na podłoże stalowe jako warstwy ochronnej, na elementy konstrukcji narażonych na agresywne działanie cieczy metalicznych oraz wysokich

temperatur. W latach 2000-2004 w TF opracowano efektywny sposób zwiększenia trwałości połączenia i odporności na szoki cieplne w układzie Al/tlenek glinu, stosując nowoczesne metody inżynierii powierzchni, poprzez kształtowanie nanostruktury powierzchni materiałów ceramicznych oraz granic rozdziałów materiałów metalowo-ceramicznych. Warto w tym miejscu zaznaczyć, że TF brało udział w **sieci naukowej UE: Nanomateriały i nono technologie** (współpraca z Centrum Materiałów Kompozytowych University of Wisconsin, USA), którego celem było wyjaśnienie wpływu wygenerowanej nanostruktury powierzchni materiału ceramicznego oraz struktury obszaru granic rozdziału, wytworzonego połączenia metalowo-ceramicznego na zgodność fizykochemiczną oraz właściwości użytkowe połączenia w praktycznych aspektach wytwarzania struktur gradientowych, materiałów kompozytowych oraz łączenia różnorodnych materiałów.

Kierując w latach 2001-2003 projektem badawczym pt. „*Badanie zależności pomiędzy zwilżalnością, strukturą i własnościami mechanicznymi w materiałach metalo-ceramicznych wytworzonych metodą ciekło-fazową*” ustaliłam związek pomiędzy wytrzymałością połączenia typu metal/ceramika a mechanizmami kontrolującymi proces zwilżalności, wymiany masy oraz kształtowania granicy rozdziału pomiędzy metalem a ceramiką w aspekcie praktycznego wytwarzania materiałów metalowo-ceramicznych metodą ciekło-fazową. Przedmiotem badań były połączenia *metal/tlenek glinu* i *metal/pokrycie/tlenek glinu*: gdzie: metal - czyste metale Al i Cu, pokrycie – Ti, TiO₂, Sn, SnO₂. W ramach projektu przeprowadzono kompleksowe badania struktury i składu chemicznego stref przy granicach rozdziału metal/ceramika w oparciu o tradycyjne jak i nowoczesne techniki badań strukturalnych, wraz z określeniem wytrzymałości połączonych materiałów bezpośrednio po badaniach zwilżalności (stosując próbę ścinania) oraz z zastosowaniem próby zginania 4-punktowego dla specjalnie przygotowanych próbek, z połączonych kształtek ceramicznych warstwą aluminium przy użyciu metody z udziałem fazy ciekłej. Pozwoliło to na skorelowanie zmian strukturalnych na granicy rozdziału z jej właściwościami mechanicznymi. Na podstawie analizy uzyskanych danych eksperymentalnych: (i) wyjaśniono wpływ modyfikacji powierzchni materiału ceramicznego na zwilżalność, strukturę i wytrzymałość stref przy granicy rozdziału w układzie metal/ceramika, (ii) stwierdzono, że zastosowanie w procesie łączenia ceramiki tlenkowej typu Al₂O₃ z aluminium metody z udziałem fazy ciekłej (liquid phase processing) dało zadowalające efekty w postaci trwałego połączenia Al z Al₂O₃, (iii) podano wskazówki, dotyczące projektowania technologii połączeń metal/ceramika o żądanej strukturze i właściwościach mechanicznych, fizycznych i chemicznych. W ramach realizacji projektu opracowano metodyki przygotowania próbek połączeń *metal/ceramika* do pomiaru wytrzymałości połączenia metodą zginania jak i udoskonalono opracowany wcześniej niestandardowy sposób pomiaru wytrzymałości połączenia metodą ścinania, bezpośrednio na próbkach po badaniach zwilżalności. Uzyskane wyniki można zastosować w zakresie projektowania struktur kompozytowych, połączeń różnorodnych materiałów typu *metal/ceramika* lub *ceramika/ceramika* oraz opracowania nowych materiałów o wysokiej trwałości eksploatacyjnej w warunkach podwyższonej temperatury. Wyniki tej pracy opublikowano w czasopiśmie [MK1, MK2, MK6-MK11]. Znaczenie tej tematyki i wyników otrzymanych w projekcie zostało wyróżnione przez KBN.

Kolejne badania nad tym zagadnieniem realizowałam w latach 2006-2008 będąc kierownikiem projektu pt. „*Wytwarzanie metodą ciekło-fazową połączenia aluminium-tlenek glinu stosując modyfikację granicy rozdziału*”. Na podstawie przeprowadzonej analizy wpływu modyfikacji powierzchni tlenku glinu poprzez zastosowanie cienkich warstw metalicznych: Ti, Nb, Cr oraz ich kombinacji tj., Nb+Ti, Ti+Cr i Nb+Cr, na strukturę i wytrzymałość połączenia typu *aluminium/tlenek glinu* wytworzonego w teście zwilżalności. Pozwoliło to na dobór parametrów czasowo-temperaturowych w technologii wytworzenia połączeń o optymalnych właściwościach użytkowych w układzie typu **Al₂O₃/Al/Al₂O₃** w procesie z udziałem fazy ciekłej w próżni, tj., poprzez łączenie kształtek ceramicznych pokrytych cienką powłoką metaliczną, warstwą Al w postaci folii o grubości 30 μm. Natomiast przeprowadzenie prób zginania wytworzonych połączeń typu *metal/ceramika* w podwyższonych temperaturach dało cenne informacje o trwałości połączeń, również w podwyższonych temperaturach jak i możliwości bardziej wnikliwej analizy mechanizmów zniszczenia, a w konsekwencji

syntetycznego ujęcia właściwości mechanicznych połączenia. Badania te dostarczyły również wskazówek dotyczących projektowania technologii wytwarzania połączeń, zapewniającej zarówno jak najniższy koszt wytwarzania, tj., obniżenie temperatury łączenia poprzez stosowanie reaktywnych warstw pośrednich, jak i stabilne i powtarzalne parametry wytrzymałościowe celem dostarczenia odpowiednich tworzyw do nowoczesnej aparatury w przemyśle lotniczym, elektronicznym w energetyce jądrowej lub rozwiązania konkretnych problemów technologicznych. Rezultaty tego opracowania przedstawiono w publikacjach [MK3-MK5, MK12].

W trakcie realizacji ww. projektu badawczego brałam udział jako wykonawca w Europejskim Program Współpracy w Dziedzinie Badań Naukowo-Technicznych, Akcja **COST 531: Lead-free Solder Materials (2001-2004)** dotyczącym kompleksowych badań właściwości szerokiej grupy stopów na osnowie cyny jako potencjalnych zamienników niskotemperaturowych lutów, zawierających ołów i należących do lutów nowej generacji dla elektroniki.

5.4.3. Dorobek naukowy w latach 2006 - do chwili obecnej

Od roku 2006 do chwili obecnej istotnym obszarem mojej działalności naukowej są badania ochronnych powłok ceramicznych nakładanych na powierzchnie odlewów ze stopów aluminium i żelaza narażonych na działanie czynników agresywnych. Celem tych prac jest podwyższenie odporności erozyjno-korozyjnej elementów wykonanych z lekkich stopów konstrukcyjnych na osnowie Al-Si oraz z żeliwa o podwyższonej właściwościach (sferoidalne, ADI) poprzez pokrywanie ich powierzchni ceramicznymi powłokami nanoszonymi przez natrysk plazmowy. Warto zaznaczyć, że zbadałam możliwość uzyskania warstwy wierzchniej o cechach nanometrycznych nakładanych metodą natrysku plazmowego bezpośrednio na próbki z żeliwa sferoidalnego. W tym celu porównano strukturę i właściwości mechaniczne warstwy wierzchniej uzyskanej przy zastosowaniu proszków klasycznych (o wymiarach mikrometrycznych), oraz stosując obróbkę przetopieniową tak wytworzonej warstwy wierzchniej.

W oparciu o kompleksowe badania trwałości ceramicznych powłok ochronnych zostały ustalone optymalne parametry określające przydatność powłok jako barier erozyjno-korozyjnych, celem dostarczenia odpowiednich tworzyw do nowoczesnej aparatury w energetyce jak również zapewnienia długotrwałego użytkowania urządzeń i ich elementów poprzez zabezpieczenie antykorozyjne i antyerozyjne tych powierzchni, które nie współpracują ze sobą bezpośrednio. Badania powyższe realizowałam w oparciu o udział jako wykonawca w Programie Wieloletnim (realizowanym przez Instytut Technologii Eksploatacji) **PW-004/ITE/04/2006** w latach 2007-2008 pt. „Wytwarzanie warstw nanometrycznych na łopatkach wentylatorów odlewanych ze stopu AlSi”; wyniki uzyskane w ramach tego opracowania są zamieszczone w publikacji [IK24] i dotyczą badania struktury i właściwości powłok węglkowych typu Cr_3C_2 , WC o cechach nanometrycznych wytworzonych przez natrysk plazmowy. Warto zaznaczyć, że odkryte możliwości pokrywania materiałów warstwami o cechach nanometrycznych stwarzają perspektywy lepszej ochrony dzięki minimalnej chropowatości i większej twardości warstw, a przez to większej odporności na zużycie korozyjne i oddziaływanie środowiska.

Również ww. badania realizowałam w projekcie celowym pt. „Opracowanie konstrukcji i technologii wytwarzania innowacyjnych i łopatek wielkogabarytowych z żeliwa sferoidalnego dla przemysłu energetycznego” **ROW-II-395/2008** w latach 2008-2009 jako główny wykonawca, oraz w projekcie badawczo-rozwojowym NCBiR pt. „Innowacyjne rozwiązania technologiczne ochrony powierzchni łopatek wentylatorów przemysłowych” **Nr 15 0001 06/2009** w latach 2009-2012, również jako główny wykonawca. Wyniki uzyskane w ramach projektu badawczo-rozwojowego zamieszczono w publikacjach [IK25-29]. Najważniejszą informacją jaką uzyskano po realizacji projektu było zwiększenie odporności na erozję (zachodzącą w wyniku uderzania drobnych cząstek o powierzchnię materiału ścieranego) dla systemu warstwowego typu *podłoże/międzywarstwa/powłoka węglkowa* w wyniku zastosowania, jako materiału wyjściowego, rozdrobnionych proszków WC i Cr_3C_2 , wraz z odpowiednio dobranymi parametrami procesu natryskiwania proszkowego naddźwiękowego

z dużymi prędkościami (HVOF). Uzyskane wyniki stanowią dobrą podstawę do kontynuowania badań nad takimi nowatorskimi zastosowaniami dotyczącymi wentylatorów przemysłowych.

Ponadto w latach 2010-2012 brałam udział w realizacji Projektu nr **POIG.01.01.02-00-015/09-00** pt. „*Zaawansowane materiały i technologie ich wytwarzania*” jako opiekun praktyk dyplomowych studentów z Wydziału Metali Nieżelaznych AGH, wykonujących badania eksperymentalne w tym projekcie. Stąd też, w pracach [PK7,IK30] dotyczących wpływu intensywnych odkształceń plastycznych wywieranych metodą CWS, na rozdrobnienie struktury konsolidowanych proszków srebra zamieszczono rezultaty badań wykonanych przy współdziałaniu grupy eksperymentalnej z Zespołu Laboratoriów Badawczych IOd i AGH.

Zdobyłam również doświadczenie w ramach prac dotyczących badań strukturalnych i mechanicznych metalowych części wahaczy otrzymanych drogą przeróbki plastycznej i metodami metalurgii ciekło-fazowej (w tym gotowych wyrobów), uczestnicząc w realizacji projektu celowego pt. „*Opracowanie innowacyjnych technologii produkcji wahaczy kompletnych ze stopów aluminium*” (nr **WKP_1/1.4.1/1/2004/4/4/215/2005**), finansowanego w ramach funduszy strukturalnych Sektorowego Programu Operacyjnego Wzrost Konkurencyjności Przedsiębiorstw, lata 2004-2006. W realizację projektu oprócz Instytutu Odlewnictwa zaangażowany był Instytut Transportu Samochodowego w Warszawie, Instytut Metali Nieżelaznych w Skawinie, Przemysłowy Instytut Motoryzacji w Warszawie oraz „**MOTOTECHNIKA**”, Spółka jawna.

W swojej pracy staram się również aktywnie uczestniczyć w pozyskiwaniu funduszy na poszerzenie bazy aparaturowej w ZLB i Instytucie. Równolegle do tematyki naukowo badawczej w latach 2005-2012 byłam zaangażowana w projekty związane z wyposażeniem laboratoriów badawczych w aparaturę o nowych możliwościach badawczych oraz coraz lepszych parametrach analitycznych, bez której nie jest możliwe prowadzenie zarówno rutynowych badań znormalizowanych, ale przede wszystkim realizacja prac badawczo-rozwojowych nad wdrożeniem nowych stopów i materiałów, w tym materiałów zaawansowanych i funkcjonalnych, wytwarzanych w oparciu o technologie innowacyjne. Ze środków finansowych na dofinansowanie podstawowej działalności statutowej w 2006 roku (**Decyzja NR 425/E-141/S/2006-2**) zakupiono mikroskop metalograficzny (AxioObserver Z1m – firmy Carl Zeiss Jena) odwrócony do obserwacji w jasnym polu, ciemnym polu, kontraście interferencyjnym i fluorescencji z aparatem cyfrowym i kamerą cyfrową oraz oprogramowaniem. Wniosek o przyznanie tej dotacji na inwestycję aparaturową w roku 2006 został przeze mnie opracowany.

W latach 2005-2006 wyposażenie badawcze ZLB zostało zwiększone o nowoczesną aparaturę naukowo-badawczą m.in.:

- aparaturę do badań metalograficznych: automatyczną przecinarkę metalograficzną z możliwością cięcia ręcznego, polerkę elektrolityczną wraz z zespołem polerującym elektrolitycznie w niskich temperaturach oraz szlifierko-polerkę wraz z automatycznym dozownikiem wyposażonym w bazę danych metod preparatyki,
- spektrometr analityczny do oznaczania składu chemicznego stopów na bazie Al, Mg i Cu,
- spektrometr absorpcji atomowej do oznaczania zawartości procentowej pierwiastków w tworzywach odlewniczych w zakresie od zawartości śladowych do kilkuprocentowych,

Nowa aparatura została zakupiona w ramach realizacji projektu pt. „*Wyposażenie Zespołu Laboratoriów w nowoczesną aparaturę do badań materiałów odlewniczych*”, którego byłam kierownikiem. Projekt został przeze mnie zgłoszony i zatwierdzony przez Ministra Gospodarki i Pracy do finansowania w ramach Sektorowego Programu Operacyjnego: Wzrost Konkurencyjności Przedsiębiorstw na lata 2004-2006 (Działanie 1.4, tj., Wzmocnienie współpracy między sferą badawczo-rozwojową a gospodarką). Projekt dofinansowany był ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego (EFRR) oraz krajowych środków publicznych. Warto nadmienić, że realizacja tego projektu przyczyniła się do rozszerzenia zakresu badań specjalistycznych z dziedziny właściwości mechanicznych, analiz metalograficznych i chemicznych nowoczesnych stopów odlewniczych, poprawy jakości świadczonych badań dla innych Zakładów IOd, klientów zewnętrznych, a także

licznych placówek naukowo-badawczych, poprawy funkcjonalności Zespołu Laboratoriów Badawczych poprzez skrócenie czasu niezbędnego do przeprowadzenia badań materiałowych oraz wzrostu ich dokładności, udoskonalenia i rozwoju badań materiałowych zgodnie z przyjętą w akredytowanym laboratorium polityką jakości, celami jakości i zobowiązaniami statutowymi Instytutu. Ponadto w latach 2009-2012 nadzorowałam prawidłowości w zakresie zakupu aparatury przy realizacji projektu w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka, lata 2007–2013, pt. „Doposażenie infrastruktury badawczej Małopolskiego Centrum Innowacyjnych Technologii i Materiałów”. ZLB zostało doposażone w nowoczesne stanowiska badawcze: do pomiaru wytrzymałości dynamicznej, do badań nieniszczących w podczerwieni, do badań nieniszczących metodą tomografii komputerowej oraz aparaty do oznaczania gazów w metalach i oznaczania zawartości węgla i siarki w stopach żelaza, kobaltu i niklu.

Należy zaznaczyć, że realizacja programów badawczych w obszarze zaawansowanych materiałów i technologii wymagała nie tylko stosowania aparatury o możliwościach adekwatnych do stale rosnących oczekiwań wobec zakresu poznania oraz precyzji i dokładności pomiarów, ale także konieczna była stała weryfikacja procedur laboratoryjnych w zakresie realizacji tych kierunków badawczych, które były podejmowane w Instytucie Odlewnictwa, stąd też:

- opracowałam konstrukcję oprzyrządowania do maszyny wytrzymałościowej opartej na systemie hydropulsowym wraz z adaptacją siłomierza do badań wytrzymałości na zginanie połączeń typu $Al_2O_3/Al/Al_2O_3$ w temperaturze otoczenia oraz podwyższonych. Procedura została wykorzystywana do prowadzenia badań mechanicznych różnorodnych połączeń typu metal/ceramika dla potrzeb innych Zakładów IOd, prowadzących prace naukowe z zakresu techniki łączenia materiałów z udziałem fazy ciekłej,
- brałam udział w opracowaniu nowej metody wyznaczania parametrów wytrzymałościowych w próbkach o małych gabarytach, wycinanych z odlewów z żeliwa ADI, która pozwoliła określić wytrzymałość bezpośrednio w wyznaczonych strefach odlewu oraz w opracowaniu oceny wykrywalności typowych wad odlewniczych niebezpiecznych dla normalnych warunków eksploatacji odlewów, ujawnionych metodami: radiograficzna z tradycyjną rejestracją filmową, metodą tomografii komputerowej oraz stosując do tych odlewów metodą ultradźwiękową,
- również brałam udział przy wprowadzenie nowoczesnych metod do badań odlewów i materiałów odlewniczych z wykorzystaniem nowej aparatury, będącej na wyposażeniu Zespołu Laboratoriów Badawczych: metody analizy AAS z atomizacją elektrotermiczną (GF-AAS) z zastosowaniem korekcji Zeemana, wprowadzeniu nowego spektrometru optycznego GDS-850 (LECO) w system akredytowanych metod oznaczania składu chemicznego stopów Mg, Cu i Al, uruchomieniu i zastosowaniu w praktyce mikroskopu AxioObserver wraz z oprogramowaniem do analizy obrazu AxioVision produkcji firmy Zeiss oraz systemu do analizy obrazu Aphelion 3.2,
- współuczestniczyłam przy próbie zastosowania metody pomiaru emisji akustycznej w metodach laboratoryjnych. Metoda emisji akustycznej (AE) jest jedną z metod służących dokładnemu pomiarowi procesów zachodzących przy obciążaniu materiału, a także monitorowaniu stanu technicznego eksploatowanych obiektów. Podstawową zaletą AE jest to, że sygnalizuje ona wczesne, bardzo wolno powiększające się defekty obiektów technicznych. Stąd też, badania emisji akustycznej są dość często stosowane w przemyśle do specjalistycznych celów oraz spotykane są jako uzupełniające metody badawcze w inżynierii materiałowej,
- również brałam udział przy wprowadzaniu metody tomografii komputerowej w obszarze badania wad materiałowych, w szczególności pęknięć, porowatości, wtrąceń niemetalicznych i rozwarstwień, dokonując oceny wykrywalności nieciągłości wewnętrznych ujawnionych metodą ultradźwiękową i metodą rentgenowskiej tomografii komputerowej jak i przy zastosowaniu wysokorozdzielczej tomografii komputerowej w inżynierii materiałowej, tj., ilościowej ocenie mikrostruktury poprzez wyznaczenie zespołu parametrów geometrycznych jej faz/składników.

W latach 2009-2012 jako kierownik zadania dot. **Wirtualizacji wybranych procesów laboratoryjnych i badawczych prowadzonych w laboratoriach** w ramach projektu realizowanego w Programie Operacyjnym Innowacyjna Gospodarka, lata 2007–2013, pt. „*Kompleksowa informatyzacja instytutu odlewnictwa poprzez wdrożenie zaawansowanych aplikacji informatycznych i modernizację infrastruktury sprzętowo-sieciowej*”, współuczestniczyłam w pracach oraz inwestycjach związanych z utworzeniem w laboratoriach systemu wizualizacji badań i pomiarów do testów wytrzymałościowych i nieniszczących, umożliwiających interaktywne uczestnictwo w badaniach. Działania te rozpoczęły proces tworzenia e-laboratoriów w Instytucie, poprzez dostosowanie urządzeń i aparatury laboratoryjnej do funkcjonowania w infrastrukturze informatycznej – możliwość bezpośredniego transferu wyników badania, a także eksperymentu na stanowisko komputerowe.

Aktualnie uczestniczę w celowym projekcie badawczym, który ma na celu doprowadzić do wypracowania nowego materiału i technologii cienkościennych odlewów dla przemysłu lotniczego. Projekt ten pt. „*Lean Rozwój lekkich odlewów stalowych dla wydajnych silników lotniczych* (2011-2013) realizowany jest we współpracy z firmą VOLVO AREO, Szwedzkim Instytutem SWEREA–SWECAST oraz Odlewnią TCP Components AB w ramach przyznanego projektu LEAN w 7.PR, przygotowanego pod auspicjami inicjatywy Clean Sky. Również aktualnie rozpoczęłam realizację projektu w ramach Programu „INNOTECH” w ścieżce programowej IN-TECH pt. „*Kompozytowe powłoki węglkowe do ochrony powierzchni krystalizatorów przemysłowych*”, w którym będę opracowywała i przygotowywała stanowisko laboratoryjne do przeprowadzenia testów odlewniczych na wybranych kompozytowych powłokach węglkowych osadzonych na podłożach grafitowych jak i przeprowadzała badania odporności krystalizatorów grafitowych z powłokami na degradację przez ciekły metal. Projekt ten realizowany jest we współpracy z AGH, Politechniką Rzeszowską, Instytutem Technologii Eksploatacji oraz firmą Plasma SYSTEM S.A.

5.5. Działalność ekspercka, dydaktyczna i organizatorska

Pracę w laboratorium akredytowanym bardzo sobie cenię, z uwagi na możliwość bezpośredniego kontaktu z zagadnieniami badawczo-naukowymi realizowanymi w ramach programów badawczych (w obszarze zaawansowanych materiałów i technologii) przez inne zakłady instytutu oraz na wymianę myśli naukowo-technicznej w dziedzinie badań materiałowych. W Zespole Laboratoriów Badawczych, od wielu lat funkcjonuje grupa specjalistów, prowadząca materiałoznawcze prace naukowo-badawcze, które skoncentrowane są na relacji pomiędzy strukturą materiałów a ich właściwościami w kontekście optymalizacji mikrostruktury, sterowania właściwościami, projektowania i wytwarzania nowych materiałów.

Również ważną działalnością badawczo-rozwojową jest opracowywanie ekspertyz materiałowych dotyczących wszelkich przypadków awarii konstrukcji czy katastrofalnych zniszczeń, ale też rozpoznania specyficznych efektów modyfikacji procesu technologicznego. Warto nadmienić, że wyniki badań mikrostrukturalnych lub fraktograficznych, z wykorzystaniem nowoczesnych technik badawczych stanowią, kluczowy element procesu diagnozowania przyczyn i formułowania wniosków.

Aktywnie uczestniczyłam przy zawiązywaniu konsorcjum naukowego pomiędzy AGH, firmą Plasma System S.A., Instytutem Technologii Eksploatacji oraz Politechniką Rzeszowską w celu wystąpienia z wnioskiem o finansowanie projektu w ramach programu INNOTECH w ścieżce programowej IN-TECH pt. „**Kompozytowe powłoki węglkowe do ochrony powierzchni krystalizatorów przemysłowych**”

Moja działalność dydaktyczna związana jest z Instytutem Odlewnictwa i polega na merytorycznej opiece nad praktykantami i stażystami uczelni technicznych (AGH, PK, PW) oraz UJ (Wydział Inżynierii Materiałowej). Ponadto pełnię rolę promotora pomocniczego w zakresie badań nad połączeniami metal/ceramika i układami typu powłoka

ceramiczna/podłoże metalowe w pracach magisterskich realizowanych przez studentów Wydziału Metali Nieżelaznych AGH.

Recenzowałam artykuły naukowe w czasopismach z listy JCR takich jak: Materials Science and Engineering A, Journal of Microscopy i Inżynieria Materiałowa.

Jestem członkiem Polskiego Towarzystwa Ceramicznego. Od roku 2007 aktywnie uczestniczę w pracach Rady Naukowej IO, a od 2012 roku jestem członkiem Komisji ds. Nauki i Parametryzacji przy Radzie Naukowej IO oraz od maja 2012 roku członkiem Prezydium Rady Naukowej. Również w roku 2012 zostałam powołana przez Dyrektora IO na członka 5-osobowej Komisji ds. Funduszu Stypendialnego i na członka 5-osobowego Zespołu ds. Działalności Statutowej i Kontroli Projektów.

Począwszy od roku 2005 aktywnie uczestniczę w pracach Klubu POLLAB, biorąc udział w jego sympozjach i spotkaniach Sekcji Badań Materiałowych Klubu POLLAB. Od roku 2012 jestem zastępcą przewodniczącego Komisji Rewizyjnej Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB (na okres 2012-2016).

Podsumowując dorobek publikacyjny po uzyskaniu stopnia naukowego doktora zostałam autorem i współautorem 46 publikacji w czasopismach naukowych i materiałach konferencyjnych, współtwórcą jednego patentu. W bazie Journal Citation Reports znajdują się publikacje, których jestem autorem lub współautorem 13 (po doktoracie - 11), a suma ich cytowani wynosi 81. Indeks Hirscha równy jest 6.

Wykaz opublikowanych prac naukowych lub twórczych prac zawodowych oraz informacja o osiągnięciach dydaktycznych, współpracy naukowej i popularyzacji nauki

I. Publikacje wyróżnione jako stanowiące cykl monotematyczny pt.:

”Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na strukturę i właściwości połączeń metal/tlenek glinu”

W nawiasach pod moim nazwiskiem podaję wkład procentowy określający mój udział w danej pracy, a poniżej informację o moim udziale w ich powstanie.

MK1. M. Książek (70%), N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, I. Surowiak, Wetting and bonding strength in Al/Al₂O₃ system, Materials Science and Engineering **A324** (2002) 162-167

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji badań, koncepcji artykułu, wykonaniu części doświadczalnej, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu artykułu. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

MK2. M. Książek (70%), N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, I. Sulima, Influence of surface modification of alumina substrates on wetting-bond strength relationship in Al/Al₂O₃ system, Transactions of JWRI, vol. **30** (2001) 119-124, Special Issue

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji badań, koncepcji artykułu, wykonaniu części doświadczalnej, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu artykułu. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

MK3. M. Książek (80%), B. Mikulowski, Wpływ powłoki Nb nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia Al/Al₂O₃, Ceramika/Ceramics, vol. **103/1** (2008) 725-732

Mój wkład w tę pracę polegał na zaplanowaniu doświadczeń i wykonaniu doświadczeń zmierzających do wyznaczenia ścisłej korelacji pomiędzy strukturą strefy kontaktu, a wytrzymałością połączenia metal/ceramika, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.

MK4. M. Książek (80%), B. Mikulowski, M. Richert, Effect of Nb+Ti coating on the wetting behavior, interfacial microstructure, and mechanical properties of Al/Al₂O₃ joints, Journal of Materials Science, vol. **45** (2010) 2194-2202

Mój wkład w tę pracę polegał na zaplanowaniu doświadczeń i wykonaniu doświadczeń zmierzających do wyznaczenia ścisłej korelacji pomiędzy strukturą strefy kontaktu, a wytrzymałością połączenia metal/ceramika, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.

MK5. M. Książek (75%), M. Richert, A. Tchorz, L. Boron, Effect of Ti, Nb and Ti +Nb coatings on the bond strength – structure relationship in Al/Al₂O₃ joints, Journal of Materials Engineering and Performance, vol. **21** No 5 (2012) 690-695

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji badań, koncepcji artykułu, wykonaniu doświadczeń polegających na badaniach strukturalnych i mechanicznych połączeń metal/ceramika, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 75%.

MK6. M. Książek (70%), N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, Wpływ powłoki TiO₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i właściwości mechaniczne połączenia w układzie Al/Al₂O₃, Archiwum Technologii Maszyn i Automatyzacji, vol. **24** nr 1 specjalny, wyd. Politechniki Poznańskiej 2004, s. 137-146

Mój wkład w tę pracę polegał na zaplanowaniu doświadczeń i wykonaniu doświadczeń zmierzających do wyznaczenia ścisłej korelacji pomiędzy strukturą strefy kontaktu, a wytrzymałością połączenia metal/ceramika, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

MK7. N. Sobczak, R. Asthana, **M. Książek** (30%), W. Radziwill, B. Mikulowski, The effect of temperature, matrix alloying and substrate coatings on wettability and shear strength of Al/Al₂O₃ couples, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. **35A** (2004) 911-923

Mój wkład w tę pracę polegał na zaplanowaniu i wykonaniu części doświadczeń w pracy, współudziale w interpretacji wyników i w przygotowaniu artykułu. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

MK8. **M. Książek** (70%), N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, Influence of surface modification of alumina substrates on wetting-bond strength relationship in Cu/Al₂O₃ system, Proceedings from Materials Solutions 2002 on Joining of Advanced and Speciality Materials V, Columbus, Ohio (2002) 96-100

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji badań, koncepcji artykułu, wykonaniu części doświadczeń, dotyczącej badań zwilżalności, struktury i właściwości mechanicznych połączeń, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu artykułu. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

MK9. **M. Książek** (80%), B. Mikulowski, N. Sobczak, W. Radziwill, M. Radecka, Wpływ powłoki SnO₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Cu/Al₂O₃, Ceramika/Ceramics, vol. **91** (2005) 678-684

Mój wkład w tę pracę polegał na zaplanowaniu doświadczeń i wykonaniu doświadczeń zmierzających do wyznaczenia ścisłej korelacji pomiędzy strukturą strefy kontaktu a wytrzymałością połączenia metal/ceramika, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.

MK10. **M. Książek** (75%), N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, B. Winiarski, Bond strength and microstructure investigation on Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints, Surface and Interface Analysis, vol. **36** (2004) 673-676

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji badań, koncepcji artykułu, wykonaniu części doświadczeń wraz z opracowaniem metodyki badań połączeń typu ceramika/metal/ceramika, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań. Mój udział procentowy szacuję na 75%.

MK11. **M. Książek** (70%), N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, B. Winiarski, M. Wojcik, Influence of surface modification of alumina on bond strength in Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints, Journal of Materials Science, vol. **44** (2005) 2513-2517

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji badań, koncepcji artykułu, wykonaniu części doświadczeń dotyczącej wytworzeniu próbek połączeń typu ceramika/metal/ceramika oraz określenia efektów mikrostrukturalnych i mechanicznych, analizie statystycznej wyników, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

MK12. **M. Książek** (80%), B. Mikulowski, Bond strength and microstructure investigation of Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints with surface modification of alumina by titanium, Materials Science and Engineering **A 495** (2008) 249-253

Mój wkład w tę pracę polegał na zaplanowaniu doświadczeń, wykonaniu doświadczeń polegających na wytworzeniu próbek połączeń typu ceramika/metal/ceramika, oraz badań efektów strukturalno-mechanicznych, analizie statystycznej wyników, interpretacji wyników oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.

II. Publikacje znajdujące się w bazie Journal Citation Reports (JCR), pozostałe

PK1. **M. Książek** (80%), B. Mikulowski, The effect of temperature and deformation path on the properties of ZnGa0.2 at.% monocrystals, Arch. Metall., vol. **37** (1992) pp 445 – 458

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.

PK2. N. Sobczak, Z. Gorny, **M. Książek** (30%), W. Radziwill, P. Rohatgi, Interaction between porous graphite substrate and liquid or semi-liquid aluminium alloys containing titanium - Proc. ICCA-5, July 1-5, 1996, Grenoble, France, Materials Science Forum, vol. **217-222**, Part 1. pp 153-158

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

PK3. J. Morgiel, N. Sobczak, **M. Książek** (30%), TEM examinations of B₁₃O₂/Al reaction zone, International Science Ceramic Joining NATO ASI Series Proceedings Partnership Sub – series; 3 High Technology, vol. **58**, Ed. by A. Bellosi, T. Kosmac, A. P. Tomsia, Kluwer Academic Publisher in 1998, pp 195 - 202

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności), współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

PK4. **M. Książek** (80%), B. Mikulowski, The effect of temperature and deformation mode on the properties of ZnGa0.2at% single crystals, Arch. Metall., vol. **44** (1999) pp 13-21

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.

PK5. N. Sobczak, R. Asthana, **M. Książek** (20%), W. Radziwill, B. Mikulowski, and I. Surowiak, The Influence of wettability on the interfacial shear strength in the Al-alumina system in State of Art in Cast Metal Matrix Composites in Next Millennium (2000) pp 129-142, TMS Fall Meetings in St. Louis, Missouri, October 8-12, 2000

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w zaplanowaniu doświadczeń i udziale w wykonaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 20%.

PK6. N. Sobczak, **M. Książek** (30%), M. Stobierski, W. Radziwill, M. Warmuzek, Wettability and interfacial reaction in Al/TiO₂ couple, Surface and Interface Analysis, vol. **36**, no 8 (2004) pp 1067-1070, Proceedings of the 10th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis, October 5-10, 2003, Berlin, Germany

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności) i współudziale w i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

PK7. M. Richert, J. Richert, **M. Książek** (30%), A. Hotłoś, P. Pałka, M. Perek, M. Maślanka, Microstructure of AgNi and AgSnBi powders consolidated by CEC, Solid State Phenomena, vol. **186** (2012) pp 130-134

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w zaplanowaniu doświadczeń i udziale w wykonaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

III. Publikacje inne (spoza listy JCR)

IK1. **M. Michno*** (80%), B. Mikułowski, Wpływ temperatury i wielkości ziarna na szybkość pełzania polikrystalicznego cynku, III Sympozjum na temat Zagadnień Pełzania Materiałów – Zbiór Referatów, Białystok 1989, s.

*Mój wkład w tę pracę (*nazwisko panięskie) polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 80%.*

IK2. H. Dybiec, **M. Książek** (40%), Strenghtening of drawn bronze wires, Wire Industry, vol. **60** (1993) pp 777-778

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 40%.

IK3. N. Sobczak, P. Rohatgi, **M. Książek** (35%), W. Radziwiłł, Badania oddziaływania stopu AlTi10 z materiałem grafitowym w zakresie temperatur 850-1150°C, Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych II Konferencja - Zbiór Referatów, Poznań – Kołobrzeg 1994, s. 115-129

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności), w przygotowaniu publikacji i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK4. N. Sobczak, P. Rohatgi, Z. Gorny, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, Interaction between porous graphite substrate and liquid or semi-liquid AlTi6 and AlTi10 alloys - Proc. Second International Conference on Composite Engineering (ICCE-2), Aug. 20-24, 1995, New Orleans, USA, pp 265-266

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych), współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK5. N. Sobczak, Z. Gorny, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, P. Rohatgi, Application of the sessile drop method for study of the physico-chemical interaction between solid substrate and semi-liquid alloy on example of Al-Ti alloy/graphite system - Proc. First International Conference "Cast Composites'95", Oct. 18-20, 1995, Zakopane, Poland, pp 63- 66

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK6. N. Sobczak, **M. Książek** (35%), W. Radziwiłł, M. Cieśliński, J. Hudy, J. Brudnik, Wpływ pokrycia specjalnego i dodatków stopowych na zwilżalność tlenku glinu przez ciekłe aluminium, Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych, III Konferencja - Zbiór Referatów, Poznań – Kołobrzeg 1996, s. 201-208

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności), w interpretacji wyników i częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK7. N. Sobczak, **M. Książek** (35%), W. Radziwiłł, J. Morgiel, W. Baliga, Oddziaływanie ciekłego aluminium z niestechiometrycznym azotkiem tytanu $TiN_{0.6}$ w temperaturze $1150^{\circ}C$, Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych, III Konferencja - Zbiór Referatów, Poznań – Kołobrzeg 1996, s. 183-191

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), w interpretacji wyników i częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK8. N. Sobczak, **M. Książek** (35%), W. Radziwiłł, J. Morgiel, W. Baliga, L. Stobierski, Wpływ tytanu na oddziaływanie węgla krzemu z ciekłym aluminium w temperaturze $1050^{\circ}C$, Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych, III Konferencja - Zbiór Referatów, Poznań – Kołobrzeg 1996, s. 193-199

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), w interpretacji wyników i częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK9. N. Sobczak, J. Sobczak, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, P. Rohatgi, Wpływ dodatków stopowych na oddziaływanie ciekłej miedzi z podłożem grafitowym, II Konferencja Stopy Miedzi, Wrocław- Szklarska Poręba, 27-29.11.1996, s. 191-198

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK10. N. Sobczak, P. Rohatgi, J. Sobczak, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, Study of reactive wetting behavior of copper alloys containing active elements in contact with porous graphite substrate - Proc. ICCE-3, July 21-26, 1996, New Orleans, USA, pp 777-778

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK11. N. Sobczak, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, J. Morgiel, W. Baliga, L. Stobierski, Effect of titanium on wettability and interfaces in the Al/SiC system - Proc. 2nd International Conference High Temperature Capillarity HTC-97, 29 June-2 July 1997, Cracow, Poland, pp 138-144

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK12. N. Sobczak, J. Sobczak, P.K. Rohatgi, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, J. Morgiel, Interaction between Ti or Cr containing copper alloys and porous graphite substrate – Proc. 2nd International Conference High Temperature Capillarity HTC-97, 29 June- 2 July 1997, Cracow, Poland, pp 145-151

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK13. N. Sobczak, J. Sobczak, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, P.K. Rohatgi, A. Morgiel, J. Stobierski, Study of wettability and chemical interaction between liquid aluminium and precipitator fly ash - Proc. Fourth International Conference on Composite Engineering ICCE-4, 2-6.07. 1997, Hawaii, USA, pp 931-932

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK14. N. Sobczak, J. Morgiel, A. Kharlamow, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, W. Baliga, Wettability and interfaces in $B_{13}O_2/Al$ System, Proceedings of the XVth Physical Metallurgy and Materials Science Conference on Advanced Materials and Technologies AMT'98 Cracow–Krynica, Poland, 17-21 May 1998, Inżynieria Materiałowa, No 4 (1998) pp 754 –757

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK15. **M. Książek** (70%), N. Sobczak, L. Stobierski, J. Lis, J. Morgiel, W. Radziwiłł, Zwilżalność i granica rozdziału w układzie Al/AlN, Rudy i Metale Nieżelazne, R 45 nr 1 (2000) s. 8-13

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

IK16. N. Sobczak, K. Pietrzak, A. Wojciechowski, W. Radziwiłł, **M. Książek** (25%) and L. Stobierski, Effect of substrate preparation on wetting in Al-TiN system, Trans. JWRI, vol. 30 (2001) pp 173- 78

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 25%.

IK17. N. Sobczak, **M. Książek** (35%), W. Radziwiłł, L. Stobierski and B. Mikulowski, Wetting – bond strength relationship in the Al-AlN system, Trans. JWRI, vol. 30 (2001) pp 125-130

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań mechanicznych), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK18. N. Sobczak, **M. Książek** (35%), W. Radziwiłł, J. Morgiel, L. Stobierski, B. Mikulowski, Factors affecting wettability, structure and chemistry of reaction products in Al/Si₃N₄ system, Trans. JWRI, vol. 30 (2001) pp 39-48

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic kontaktu), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK19. **M. Książek** (70%), N. Sobczak, B. Mikułowski, W. Radziwiłł, I. Surowiak, M. Wójcik, Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na zwilżalność wytrzymałość połączenia w układzie Al/Al₂O₃, V Międzynarodowa Konferencja Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych, Poznań – Kołobrzeg 2001, Archiwum Technologii Maszyn i Automatyzacji, vol. 21 Nr Specjalny, wyd. Polit. Pozn., 2001, s. 103- 112

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

IK20. **M. Książek**(70%), N. Sobczak, B. Mikułowski, W. Radziwiłł, M. Wójcik, Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Cu/Al₂O₃, Odlewnictwo - Nauka i Praktyka, 5 [1] (2003) s. 4-9

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 70%.

IK21. N. Sobczak, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, M. Warmuzek, R. Nowak, A. Kudyba, Wpływ temperatury i dodatków stopowych na zwilżalność oraz reaktywność w układzie Al/SiO₂, *Odewnictwo - Nauka i Praktyka*, **5** [3] (2003) s. 3-14

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności oraz badań strukturalnych stref granic rozdziału), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK22. N. Sobczak, L. Stobierski, **M. Książek** (25%), W. Radziwiłł, R. Nowak, A. Kudyba, Wpływ temperatury i dodatków stopowych na zwilżalność i reaktywność w układzie Al/mulit, *Ceramika/Ceramics vol.80* (2003) s. 831-837

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 25%.

IK23. N. Sobczak, L. Stobierski, Z. Pędzich, W. Radziwiłł, **M. Książek** (25%), A. Kudyba, R. Nowak, Wpływ dodatków stopowych na zwilżalność i reaktywność w układach Al/TiO₂ oraz Al/ZrO₂, *Ceramika/Ceramics vol.80* (2003) s. 839-844

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań zwilżalności), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 25%.

IK24. **M. Książek** (75%), K. Siwiecki, P. Ścierański, Struktura i własności ceramicznych powłok ochronnych na powierzchniach odlewów ze stopu AK9, *Materiały Konferencyjne, Materiałografia 2007, Przemysłowe Laboratorium Materiałoznawcze, Wyposażenie, Metody Badawcze, Osiągnięcia i Problemy*, t. II, Rochna, 24-27 kwietnia 2007, s. 27-36

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 75%.

IK25. A. Tchórz, Ł. Boroń, **M. Książek** (35%), Kształtowanie struktury i właściwości powłok węglkowych Cr₃C₂-NiCr nanoszonych metodą natrysku plazmowego na powierzchnię odlewów z żeliwa sferoidalnego – *Prace Instytutu Odlewnictwa*, t. XLVIII, nr 2 (2008) s. 35-41

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej, współudziale w redagowaniu pracy i interpretacji wyników. Mój udział procentowy szacuję na 35%.

IK26. **M. Książek** (75%), K. Siwiecki, P. Ścierański, Structure and properties of protective ceramic coatings applied on the surface of castings made from AK9 alloy, *Physical and Chemical Processes in Metalcasting*, ed. A. Baliński, Foundry Research Institute, Cracow 2008, pp 63-71

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 75%.

IK27. M. Richert, **M. Książek** (30%), B. Leszczynska-Madej, I. Nejman, R. Grzelka, P. Palka, The Cr₃C₂ thermal spray coating on Al-Si substrate *Journal of Achievements*

in Materials and Manufacturing Engineering, vol. **38** (2010) pp 95-102

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań strukturalnych układów warstwowych), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK28. **M. Książek** (75%), I. Nejman, P. Pałka, R. Grzelka, The influence of thermal sprayed coats chemical composition on the microstructure and properties, Materials Science Forum, vol. **674** (2011) pp 133-120. Periodical of JMSF with the title **Novel Materials, Coats and Nonoengineering**.

Mój wkład w tę pracę polegał na wykonaniu części doświadczalnej, analizie statystycznej wyników, dyskusji wyników oraz wniosków dotyczących wyników badań oraz napisaniu pracy. Mój udział procentowy szacuję na 75%.

IK29. M. Richert, A. Mazurkiewicz, **M. Książek** (30%), J. Smolik, R. Grzelka, P. Pałka, Badania warstw nanoszonych metodami natrysku termicznego, Inżynieria Materiałowa nr **4** (2011) s. 691-694

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań strukturalnych układów warstwowych), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 30%.

IK30. M.W. Richert, J. Richert, **M. Książek** (25%), A. Tchórz, Mechaniczna konsolidacja proszków srebra metodą CWS, Rudy i Metale Nieżelazne, **R56** (2011) nr 12 pp.765-771

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w wykonywaniu części doświadczalnej (głównie badań strukturalnych układów warstwowych), w interpretacji wyników oraz w częściowym przygotowaniu publikacji. Mój udział procentowy szacuję na 25%.

Streszczenia:

1. N. Sobczak, **M. Książek**, W. Radziwill, J. Morgiel, W. Baliga, L. Stobierski, Effect of titanium on wettability and interfaces in the Al/SiC system, Abstracts HTC-97, 2nd International Conference High Temperature Capillarity, Cracow, Poland, 29 June-2 July, 1997, p 96
2. N. Sobczak, J. Sobczak, P. Rohatgi, **M. Książek**, W. Radziwill, J. Morgiel, The interaction between Ti or Cr containing copper alloys and porous graphite substrate, Abstracts HTC-97, 2nd International Conference High Temperature Capillarity, Cracow, Poland, 29 June-2 July, 1997, pp 97-98
3. A. Kharlamov, **M. Książek**, N. Sobczak, W. Radziwill, Wettability of boron suboxide by liquid aluminium, Abstracts HTC-97, 2nd International Conference High Temperature Capillarity, Cracow, Poland, 29 June-2 July, 1997, p 78
4. **M. Książek**, N. Sobczak, W. Radziwill, M. Cieslinski, J. Hudy, J. Brudnik, Effect of coatings on the wettability of aluminium oxide by liquid aluminium and its alloys, Abstracts HTC-97, 2nd International Conference High Temperature Capillarity, Cracow, Poland, 29 June-2 July, 1997, pp 79-80
5. N. Sobczak, **M. Książek**, W. Radziwill, Z. Gorny, P. Rohatgi, Wettability and reactivity in the Al-Ti/porous graphite system, Abstracts HTC-97, 2nd International Conference High Temperature Capillarity, Cracow, Poland, 29 June-2 July, 1997, pp 99-100

6. **M. Ksiazek**, N. Sobczak, L. Stobierski, J. Morgiel, W. Radziwill, Wetting behavior and interfaces in Al/AlN system in Programme of the IVth International Conference on Non-Ferrous Metals and Alloys'99, Cracow, June, 24-25, 1999
7. N. Sobczak, **M. Ksiazek**, L. Stobierski, B. Mikulowski, J. Lis, J. Morgiel, W. Radziwill, Effect of alloying aluminium and substrate preparation on wettability, interface and bonding in Al/AlN system, Acta Materialia International Materials Conference Ceramic and Bimaterial Interfaces: Designing for Properties, Seville, Spain 20-23 Sept, 1999, p 64
8. N. Sobczak, J. Sobczak, **M. Ksiazek**, W. Radziwill, J. Morgiel, L. Stobierski, P.K. Rohatgi, Interaction between liquid aluminium and fly ash materials Acta Materialia International Materials Conference Ceramic and Bimaterial Interfaces: Designing for Properties, Seville, Spain 20-23 Sept, 1999, p 72
9. N. Sobczak, **M. Ksiazek**, W. Radziwill, J. Morgiel, L. Stobierski, B. Mikulowski, Factors affecting wettability, structure and chemistry of reaction products in Al/Si₃N₄ system, Abstracts HTC-2000, Third International Conference High Temperature Capillarity, Kurashiki, Japan, 19-22 November, 2000 pp 14-15
10. **M. Ksiazek**, N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, I. Surowiak, Influence of surface modification of alumina substrates on wetting-bond strength relationship In Al/Al₂O₃ system, Abstracts HTC-2000, Third International Conference High Temperature Capillarity, Kurashiki, Japan, 19-22 November, 2000 pp 88-89
11. N. Sobczak, **M. Ksiazek**, W. Radziwill, L. Stobierski, B. Mikulowski, Wetting-bond strength relationship in Al-AlN system, Abstracts HTC-2000, Third Internat. Conf. High Temperature Capillarity, Kurashiki, Japan, 19-22 Nov., 2000 pp 90-91
12. N. Sobczak, K. Pietrzak, A. Wojciechowski, W. Radziwill, **M. Ksiazek**, L. Stobierski, Effect of substrate preparation on wetting behavior and structure of reaction product in Al-TiN system, Abstracts HTC-2000, Third International Conference High Temperature Capillarity, Kurashiki, Japan, 19-22 November, 2000 pp 143-144
13. **M. Ksiazek**, N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, I. Surowiak, Wetting and bonding strength in Al/Al₂O₃ system" in Abstract Book, 8th International Symposium on Physics of Materials, ISPM 8, 4-8 Sept. 2000, Prague, Czech Republic
14. I. Sulima, **M. Ksiazek**, B. Mikulowski, N. Sobczak, W. Radziwill, Effect of titanium on wetting and bond strength relationship in Al/Al₂O₃ system in Abstract Book 5. Steinfurter – Keramik – Seminar, Munster University of Applied Science, 28.11-01.12. 2001, Germany
15. B. Mikulowski, I. Sulima, **M. Ksiazek**, N. Sobczak, W. Radziwill, Effect of silicon on properties in aluminium/Al₂O₃ connection in Abstract Book 6. Steinfurter – Keramik – Seminar, Munster University of Applied Science, 15-19.12.2002, Germany
16. **M. Ksiazek**, B. Mikulowski, N. Sobczak, W. Radziwill, M. Warmuzek, B. Winiarski, Wytrzymałość i struktura połączenia Al₂O₃/Al/Al₂O₃, Streszczenia, IV Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane, 25-28 września 2003 r., s. 137
17. N. Sobczak, L. Stobierski, **M. Ksiazek**, W. Radziwill, R. Nowak, A. Kudyba, Wpływ temperatury i dodatków stopowych na zwilżanie i reaktywność w układzie Al/mulił, Streszczenia, IV Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane, 25-28 września 2003 r., s. 147-148

18. **M. Ksiazek**, N. Sobczak, M. Mikulowski, B. Winiarski, Bond strength and microstructure investigation on Al₂O₃/Al/ Al₂O₃ joint, Book of Abstracts, 10th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis, October 5-10, 2003, Berlin, Germany, p. 145
19. **M. Ksiazek**, N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwill, B. Winiarski, Influence of surface modification of alumina on bond strength of Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joint, Abstracts HTC-2004, Fourth International Conference High Temperature Capillarity, Sanremo, Italy, March 31- April 3, 2004, p 66
20. N. Sobczak, L. Stobierski, W. Radziwill, **M. Ksiazek**, Effect of alloying additions and testing procedure on wettability and interfaces in Al/TiO₂ system, Abstracts HTC-2004, Fourth International Conference High Temperature Capillarity, Sanremo, Italy, March 31-April 3, 2004, p 139
21. N. Sobczak, L. Stobierski, W. Radziwill, A. Kudyba, R. Nowak, **M. Ksiazek**, The effect of alloying additions and substrate type on wettability and reactivity in Al/mullite system, Abstracts HTC-2004, Fourth International Conference High Temperature Capillarity, Sanremo, Italy, March 31-April 3, 2004, p 154
22. N. Sobczak, J. Oblakowski, R. Nowak, W. Radziwill, **M. Ksiazek**, Interaction between liquid aluminium and NiO single crystal, Abstracts HTC-2004, Fourth International Conference High Temperature Capillarity, Sanremo, Italy, March 31-April 3, 2004, p 160
23. **M. Książek**, B. Mikułowski, N. Sobczak, W. Radziwiłł, M. Radecka, Wpływ powłoki SnO₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Cu/Al₂O₃ Streszczenia, V Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane, 14-18września 2005 r, s. 73
24. **M. Książek**, B. Mikułowski, Wpływ powłoki Nb nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Al/Al₂O₃, Streszczenia, VI Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane, 13-16 września 2007 r, s. 118
25. **M. Ksiazek**, B. Mikulowski, Bond strength and microstructure investigation of Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints with surface modification of alumina by titanium, Book of Abstracts HTC-2007, V International Conference High Temperature Capillarity, Alicante Spain, March 21-24, 2007 p.81
26. **M. Ksiazek**, M. Richert, Influence of surface modification of alumina with thin films of Ti, Nb and Ti-Nb on the bond strength-structure relationship in Al/Al₂O₃ joints, Abstracts, XIII International Conference on Electron Microscopy EM'2008, Cracow-Zakopane, 8-11 June 2008, Poland, p 93
27. M. Richert, **M. Ksiazek**, I. Rozycka, Cr₃C₂ and WC-Co coatings on Al-Si substrate Abstracts, XIII International Conference on Electron Microscopy EM'2008, Cracow-Zakopane, 8-11 June 2008, Poland, p.138
28. **M. Ksiazek**, B. Mikulowski, M. Richert, Effect of Ti-Nb coating on the wetting behavior, interfacial microstructure and mechanical properties of Al/Al₂O₃ joints in Abstract Book 6th International Conference High Temperature Capillarity Athens, 6-9 May 2009, p 150
29. M. Richert, **M. Ksiazek**, B. Leszczynska-Madej, I. Nejman, R. Grzelka, P. Palka, The Cr₃C₂ thermal spray coating on Al-Si substrate, Programme and Proceedings of the 18th International Scientific Conference AMME'2010, p 102

30. **M. Książek**, M. Richert, A. Tchorz, L. Boron, Effect of Ti, Nb, and Ti+Nb coatings on the bond strength-structure relationship in Al/Al₂O₃ joints European Congress on Advanced Materials and Processes 12-15 Sept. 2011, Montpellier, France, Abstract (płyta CD)
31. **M. Książek**, M. Richert, B. Mikulowski, The effect of Ti+Cr coating on the bond strength and microstructure of Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints in Program & Abstracts 7th International Conference High Temperature Capillarity HTC-2012 – Eliat, Israel, 18-22 March, 2012, p 138

Oryginalne osiągnięcia projektowe , konstrukcyjne i technologiczne

1. N. Sobczak, **M. Książek** (30%), W. Radziwiłł, 1999: Opracowanie metodyki przygotowania próbek połączeń typu metal-ceramika oraz określenie mechanicznych właściwości połączenia

Mój wkład w tę pracę polegał na współudziale przy opracowywaniu koncepcji badań połączeń typu metal-ceramika oraz wykonywaniu doświadczeń i pomiarów zmierzających do weryfikacji założonej koncepcji metodyki badań. Mój udział procentowy szacuje na 30%.

2. **M. Książek** (70%), K. Siwecki, 2005: Opracowanie konstrukcji oprzyrządowania do maszyny wytrzymałościowej opartej na systemie hydropulsowym wraz z adaptacją siłomierza do badań wytrzymałości na zginanie połączeń typu Al₂O₃/Al/Al₂O₃ w temperaturze otoczenia oraz podwyższonych

Mój wkład w tę pracę polegał na opracowaniu koncepcji konstrukcji oprzyrządowania do maszyny wytrzymałościowej do próby 4-punktowego zginania oraz wykonania pomiarów właściwości mechanicznych połączeń metal-ceramika wg opracowanej konstrukcji. Mój udział procentowy szacuje na 70%.

3. K. Siwecki, **M. Książek** (40%), P. Ścierański, 2008, Opracowanie konstrukcji i technologii wytwarzania innowacyjnych łopatek wielkogabarytowych z żeliwa sferoidalnego dla przemysłu energetycznego

Mój wkład w tę pracę polegał na udziale w opracowywaniu założeń konstrukcyjnych i technologicznych do dokumentacji wytwarzania łopatek wielkogabarytowych z żeliwa sferoidalnego, w wykonaniu zadań badawczych związanych z badaniem właściwości próbnych odlewów i zadań wdrożeniowych związanych z próbami na stanowiskach do badań łopatek wentylatorów w Fabryce Wentylatorów FAWENT. Mój udział procentowy szacuje na 40%.

Patenty i zgłoszenia patentowe

- B. Mikulowski, N. Sobczak, **M. Książek** (25%), W. Radziwiłł z dnia 28.10.2008 r. pt.:
Przyrząd do wyznaczania wytrzymałości na ścinanie połączenia różnorodnych materiałów – **Zgłoszenie patentowe P-352 264 przez AGH**

Mój wkład w tę pracę polegał na współudziale przy opracowywaniu założeń konstrukcyjnych głowicy pomiarowej do maszyny wytrzymałościowej do badań wytrzymałości na ścinanie połączeń metal-ceramika oraz wykonywaniu prób mechanicznych zmierzających do weryfikacji założonej koncepcji przyrządu i metodyki badań. Mój udział procentowy szacuje na 25%.

Skrócona analiza bibliometryczna:

Sumaryczny *impact factor* według listy Journal Citation Reports (JCR), zgodnie z rokiem opublikowania: **9,596**

Liczba artykułów z listy JCR: **13**

Liczba artykułów z listy JCR po doktoracie: **11**

Liczba cytowani publikacji według bazy Web of Science z dnia 15.04.2013: **81**
Liczba cytowani bez cytowani własnych: **72**
Indeks Hirsha według bazy Web of Science: **6**

Przebieg pracy naukowej z wyszczególnieniem najważniejszych osiągnięć:

Projekty wykonane:

Projekt badawczy **KBN nr 3 36769102** (1992-1994) pt. „*Kompleksowe badania zgodności różnorodnych materiałów kompozytowych na bazie stopów aluminium*” – wykonawca

Projekt badawczy **KBN nr 7 73729203** (1992-1995) pt. „*Fizykochemiczne oddziaływanie wzajemne na granicy kontaktu ciało stałe-ciekły metal jako czynnik kształtujący strukturę i właściwości materiałów heterogenicznych o osnowie stopów aluminium*” – wykonawca

Projekt celowy **KBN nr 7 7030910 C** (1992-1994) pt. „*Optymalizacja procesu technologicznego nasycania tworzyw węglowo-grafitowych metalami w autoklawie przemysłowym firmy Leybold*”- wykonawca

Międzynarodowy projekt badawczy (1994 -1996) pt. „*Complex investigations of the interfacial phenomena of the liquid metals in the contact with solid bodies*” finansowanego przez **II Wspólny Fundusz Polsko-Amerykański im. Marii Skłodowskiej- Curie** - wykonawca

Projekt badawczy **KBN nr 7 T08 D03408** (1994–1996) pt. „*Modelowanie i symulacja komputerowa procesu wytwarzania materiałów kompozytowych metoda infiltracji porowatych tworzyw ceramicznych*” - wykonawca

Projekt badawczy **KBN nr 7 T08 B041 12** (1997– 2000) pt. „*Stabilność i reaktywność azotków w kontakcie z ciekłymi metalami*” – główny wykonawca

Projekt badawczy **KBN nr 7 T08 B003 20** (2000–2003) pt. „*Fizykochemiczne podstawy wytwarzania kompozytów odlewanych in situ typu Al-Al₂O₃*” – główny wykonawca

Projekt badawczy **KBN nr T08B0521** (2001-2003) pt. „*Badanie zależności pomiędzy zwilżalnością, strukturą i własnościami mechanicznymi w materiałach metalo-ceramicznych wytwarzanych metodą ciekło-fazową* – kierownik projektu

Międzynarodowy projekt badawczy **COST 531** (2001-2004) pt. „*Lutowia bezołowiowe* - wykonawca

Projekt badawczy **MNiSW nr 3 T08B 047 30** (2006-2008) pt. „*Wytwarzanie metodą ciekło-fazową połączenia aluminium-tlenek glinu stosując modyfikację granicy rozdziału* – kierownik projektu

Projekt inwestycyjny **WKP_1/1.4.2/1/2004/5/5/6** (2005-2006) pt. „*Wyposażenie Zespołu Laboratoriów w nowoczesną aparaturę do badań materiałów odlewniczych* – kierownik projektu

Projekt celowy **WKP_1/1.4.1/1/2004/4/4/215** (2005-2007) pt. „Opracowanie innowacyjnych technologii produkcji wahaczy kompletnych ze stopu aluminium – wykonawca

Projekt celowy **ROW-II-395/2008** (2008) pt. „Opracowanie konstrukcji i technologii wytwarzania innowacyjnych łopatek wielkogabarytowych z żeliwa sferoidalnego dla przemysłu energetycznego”- główny wykonawca

Program Wieloletni **PW-004/ITE/04/2006** (2007-2008) pt. „Wytwarzanie warstw nanometrycznych na łopatkach wentylatorów odlewanych ze stopu AlSi”- główny wykonawca

Projekt badawczo-rozwojowy **NCiBR nr 150001 06** (2009-2012) pt. „Innowacyjne rozwiązania technologiczne ochrony powierzchni łopatek wentylatorów przemysłowych” – główny wykonawca

Projekt realizowany w ramach **POIG**, lata 2007–2013, Priorytet 2. Infrastruktura sfery B + R, Działanie 2.3. Inwestycje związane z tworzeniem infrastruktury informatycznej nauki Projekt współfinansowany przez Unię Europejską ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego (2009- 2012) pt. „Kompleksowa informatyzacja Instytutu Odlewnictwa poprzez wdrożenie zaawansowanych aplikacji informatycznych i modernizację infrastruktury sprzętowo-sieciowej” - kierownik zadania

Realizowane projekty:

Projekt celowy pt. „Lean Rozwój lekkich odlewów stalowych dla wydajnych silników lotniczych (2011-2013) realizowany jest we współpracy z firmą VOLVO AREO, Szwedzkim Instytutem SWEREA –SWECAST oraz Odlewnią TCP Components AB w ramach przyznanego projektu **LEAN 7.PR**, przygotowanego pod auspicjami inicjatywy **Clean Sky** - kierownik zadania

Projekt realizowany w ramach Programu **INNOTECH** w ścieżce programowej IN-TECH pt. „Kompozytowe powłoki węglkowe do ochrony powierzchni krystalizatorów przemysłowych”, lata 2013–2015 – kierownik zadania

Wygłoszone referaty na międzynarodowych i krajowych konferencjach:

1. N. Sobczak, P. Rohatgi, **M. Książek**, W. Radziwiłł, 1994, Badania oddziaływania stopu AlTi10 z materiałem grafitowym w zakresie temperatur 850-1150°C, II Konferencja Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych - Kołobrzeg
2. **M. Książek**, N. Sobczak, L. Stobierski, J. Morgiel, W. Radziwiłł, 1999, Wetting behavior and interfaces in Al/AlN system IVth International Conference on Non-Ferrous Metals and Alloys'99, Cracow, Poland
3. **M. Książek**, N. Sobczak, B. Mikułowski, W. Radziwiłł, I. Surowiak, M. Wójcik, 2001, Wpływ modyfikacji powierzchni tlenku glinu na zwilżalność wytrzymałość połączenia w układzie Al/Al₂O₃, V Międzynarodowa Konferencja „Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych” Poznań – Kołobrzeg
4. **M. Książek**, N. Sobczak, B. Mikułowski, W. Radziwiłł, M. Wójcik, 2004, Wpływ powłoki TiO₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i właściwości mechaniczne połączenia w układzie Al/Al₂O₃, VI Międzynarodowa Konferencja „Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych” Poznań – Kołobrzeg

5. **M. Książek**, K. Siwiecki, P. Ścierański, 2007, Struktura i własności ceramicznych powłok ochronnych na powierzchniach odlewów ze stopu AK9, VI Krajowa Konferencja Materiałoznawcza Materiałografia, Rochna

Doświadczenia naukowe zdobyte w kraju i za granicą

1. Francja, ESMAT 92 – Summer School on Materials Science for Young Scientists – 11.05 – 24.05. 1992 r. – szkolenie
2. Austria, Uniwersytet Wiedeński – Wydział Fizyki Ciała Stałego - 1.07–31.07.1992 r. – staż naukowy
3. Hiszpania - udział w szkoleniu zorganizowanym przez ACTA MATERIALIA, wiodące czasopismo naukowe we współpracy z Institute of Materials Science Madrid (CSIC) oraz Institute of Materials Science in Sewilla (CSIC – University of Sevilla) pt. "Ceramic and Bimaterial Interfaces: Designing for Properties" – 20.09 - 23.09.1999 r.
4. Japonia - udział w szkoleniu zorganizowanym przez Joining and Welding Research Institute, Osaka University and Research Center for Ultra High Voltage Electron Microscopy, 16.11-22.11.2000 r.
5. Polska – udział w szkoleniu w ramach XVIII Międzynarodowej Konferencji „Achievements in Mechanical and Materials Engineering AMME'2010 – 13-16.06.2010 r.

Aktywny udział w międzynarodowych i krajowych konferencjach naukowych

1. **M. Michno**, B. Mikułowski, 1989, prezentacja posteru pt.: Wpływ temperatury i wielkości ziarna na szybkość pełzania polikrystalicznego cynku, III Sympozjum na temat Zagadnień Pełzania Materiałów, Białystok
2. N. Sobczak, Z. Gorny, **M. Książek**, W. Radziwiłł, P. Rohatgi, 1995, prezentacja posteru pt.: Application of the sessile drop method for study of the physico-chemical interaction between solid substrate and semi-liquid alloy on example of Al-Ti alloy/graphite system, First International Conference "Cast Composites'95", Zakopane, Poland
3. N. Sobczak, **M. Książek**, W. Radziwiłł, M. Cieśliński, J. Hudy, J. Brudnik, 1996, prezentacja posteru: pt. Wpływ pokrycia specjalnego i dodatków stopowych na zwilżalność tlenku glinu przez ciekłe aluminium, III Konferencja „Zjawiska Powierzchniowe w Procesach Odlewniczych” Poznań – Kołobrzeg
4. N. Sobczak, Z. Gorny, **M. Książek**, W. Radziwiłł, P. Rohatgi, 1996, prezentacja posteru: pt. Interaction between porous graphite substrate and liquid or semi-liquid aluminium alloys containing titanium” 5th International Conference Aluminium Alloys, Grenoble, France
5. **M. Książek**, N. Sobczak, W. Radziwiłł, M. Cieslinski, J. Hudy, J. Brudnik, 1997, prezentacja posteru: pt. Effect of coatings on the wettability of aluminium oxide by liquid aluminium and its alloys, Second International Conference, High Temperature Capillarity HTC-97, Cracow, Poland
6. N. Sobczak, **M. Książek**, L. Stobierski, B. Mikułowski, J. Lis, J. Morgiel, W. Radziwiłł, 1999, prezentacja posteru: pt. Effect of alloying aluminium and substrate preparation

on wettability, interface and bonding in Al/AlN system, Ceramic and Bimaterial Interfaces: Designing for Properties, Seville, Spain

7. **M. Książek**, N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwiłł, I. Surowiak 2000, prezentacja posteru: pt. Influence of surface modification of alumina substrates on wetting-bond strength relationship in Al/Al₂O₃ system, Third International Conference of High Temperature Capillarity HTC 2000 – Kurashiki, Japan
8. **M. Książek**, B. Mikułowski, N. Sobczak, W. Radziwiłł, M. Warmuzek, B. Winiarski, 2003, prezentacja posteru: pt. Wytrzymałość i struktura połączenia Al₂O₃/Al/Al₂O₃, IV Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane
9. **M. Książek**, N. Sobczak, B. Mikułowski, W. Radziwiłł, B. Winiarski, 2003, prezentacja posteru: pt. Bond strength and microstructure investigation on Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joint, 10th European Conference on Applications of Surface and Interface Analysis ECASIA-2003, Berlin, Germany
10. **M. Książek**, N. Sobczak, B. Mikulowski, W. Radziwiłł, B. Winiarski, 2004, prezentacja posteru: pt. Influence of surface modification of alumina on bond strength in Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints, Fourth International Conference High Temperature Capillarity HTC-2004 – Sanremo, Italy
11. **M. Książek**, B. Mikułowski, N. Sobczak, W. Radziwiłł, M. Radecka, 2005, prezentacja posteru: pt. Wpływ powłoki SnO₂ nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Cu/Al₂O₃, V Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane
12. **M. Książek**, B. Mikułowski, 2007, prezentacja posteru pt.: Wpływ powłoki Nb nałożonej na podłoże z tlenku glinu na zwilżalność i wytrzymałość połączenia w układzie Al/Al₂O₃, VI Konferencja Polskiego Towarzystwa Ceramicznego, Zakopane
13. **M. Książek**, B. Mikulowski, 2007, prezentacja posteru: pt. Bond strength and microstructure investigation of Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints with surface modification of alumina by titanium, Fifth International Conference High Temperature Capillarity HTC-2007 – Alicante, Spain
14. **M. Książek**, B. Mikulowski, M. Richert, 2009, prezentacja posteru: pt. Effect of Nb+Ti coating on the wetting behavior, interfacial microstructure, and mechanical properties of Al/Al₂O₃ joints, Sixth International Conference High Temperature Capillarity HTC-2009 – Ateny, Greece
15. **M. Książek**, M. Richert, 2008, prezentacja posteru: pt. Influence of surface modification of alumina with thin films of Ti, Nb and Ti-Nb on the bond strength-structure relationship in Al/Al₂O₃ joints, XIII International Conference on Electron Microscopy EM²⁰⁰⁸, Zakopane, Poland
16. M. Richert, **M. Książek**, B. Leszczynska-Madej, I. Nejman, R. Grzelka, P. Palka, 2010, prezentacja posteru: pt. The Cr₃C₂ thermal spray coating on Al-Si substrate, 18th International Scientific Conference AMME'2010 Achievements in Mechanical and Materials Engineering, Zakopane, Poland
17. **M. Książek**, I. Nejman, P. Palka, R. Grzelka, 2010, prezentacja posteru: pt. The influence of thermal sprayed coats chemical composition on the microstructure and properties E- MRS 2010 Fall Meeting Conference, Warsaw, Poland

18. **M. Ksiązek**, M. Richert, A. Tchorz, L. Boron, 2011, prezentacja posteru: pt. Effect of Ti, Nb and Ti+Nb coatings on bond strength-structure relationship in Al/Al₂O₃ joints, European Congress on Advanced Materials and Processes EUROMAT 2011, Montpellier, France
19. **M. Ksiązek**, B. Mikulowski, 2012, prezentacja posteru: pt. The effect of Ti+Cr coating on the bond strength and microstructure of Al₂O₃/Al/Al₂O₃ joints, Seventh International Conference High Temperature Capillarity HTC-2012 – Eliat, Israel

Udział w komitetach organizacyjnych międzynarodowych i krajowych konferencji naukowych

1. II Międzynarodowa Konferencja High Temperature Capillarity HTC- 97, 1997, Cracow, Poland - praca w Komitecie Organizacyjnym
2. VI Krajowa Konferencja Materiałoznawcza MATERIAŁOGRAFIA pt.: Przemysłowe Laboratorium, Materiałoznawcze-wyposażenie, metody badawcze, osiągnięcia i problemy, 2007 – organizator sesji tematycznej
3. E-MRS 2010 Fall Meeting Conference 2010, Warsaw, Poland - udział w pracach Komitetu Organizacyjnego i organizacja sesji tematycznej
4. Seminarium–Szkolenia Sekcji Badań Materiałowych Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych, 2010 r. Kraków - praca w Komitecie Organizacyjnym i organizacja sesji w IOd.

Udział w konsorcjach i sieciach badawczych

1. Konsorcjum naukowe (AGH, Instytut Odlewnictwa, Instytut Technologii Eksploatacji, Plasma SYSTEM S.A., Politechnika Rzeszowska) pt.: „Kompozytowe powłoki węglkowe do ochrony powierzchni krystalizatorów przemysłowych” w celu realizacji projektu w ramach Programu „INNOTECH” w ścieżce programowej IN-TECH pt.: „Kompozytowe powłoki węglkowe do ochrony powierzchni krystalizatorów przemysłowych” finansowane przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, 2013-2015, kierownik zadania realizowanego przez Instytut Odlewnictwa

Członkostwo

- Członek Rady Naukowej Instytutu Odlewnictwa od roku 2007
- Członek Prezydium Rady o oraz członek Komisji ds. Nauki i Parametryzacji od roku 2012
- Członek Polskiego Towarzystwa Ceramicznego od roku 2005
- Wice-przewodnicząca Komisji Rewizyjna Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB (na okres 2012-2016)

Opieka naukowa nad studentami

Opieka nad studentami w trakcie praktyk programowych i ich szkolenie w Zespole Laboratoriów Badawczych IOd:

- AGH:** 2007 – 9 studentów - Wydział Metali Nieżelaznych
 2008 – 2 studentów - Wydział Metali Nieżelaznych
 2010 – 1 student Wydział Metali Nieżelaznych
 2012– 2 studentów - Wydział Metali Nieżelaznych
- PK:** 2010 – 2 studentów - Wydział Mechaniczny Inżynieria Materiałowa

2011 – 4 studentów- Wydział Mechaniczny Inżynieria Materiałowa w tym 1 na stażu 6-miesięcznym w ramach Projektu „Wzmocnienie potencjału dydaktycznego Wydziału Mechanicznego Politechniki Krakowskiej” współfinansowanego ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

- dwumiesięczna opieka nad stażystą w ramach projektu Wzmocnienie Przedsiębiorczości oraz Świadomości w Zakresie Współpracy Nauka-Biznes Wśród Małopolskich Pracowników Naukowych Sposobem na Wzrost Innowacyjności i Konkurencyjności Małopolskich Firm Nr projektu PKOL.08.02.01-12-054/10.

2012 – 1 student Wydział Mechaniczny Inżynieria Materiałowa na stażu 6-miesięcznym w ramach Projektu „Wzmocnienie potencjału dydaktycznego Wydziału Mechanicznego Politechniki Krakowskiej” współfinansowanego ze środków Unii Europejskiej w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego

Spis prac magisterskich studentów, których byłam opiekunem:

Katedra Struktury i Mechaniki Ciała Stałego
Wydział Metali Nieżelaznych AGH

1. Iwony Surowiak, pt. Wpływ rodzaju pokrycia na własności połączenia w układzie Al/Al₂O₃ (czerwiec 1999)
2. Bartłomiej Winiarski, pt. Wpływ modyfikacji tytanem powierzchni tlenku glinu na własności wytrzymałościowe i mikrostrukturę połączenia typu metal-ceramika w układzie Al/Al₂O₃ (czerwiec 2003)

Pracę uznano za najlepszą pracę dyplomową w konkursie „Diamenty AGH” w kategorii prac aplikacyjnych w roku 2003.

3. Pauliny Lembrych, pt. Badanie powłok cermetalowych natryskiwanych plazmowo” (czerwiec 2007)
4. Ilony Różyckiej, pt. Badanie warstwy WC-Co-Cr napyłonej plazmowo na podłożu ze stopu aluminium (czerwiec 2007)
5. Edyty Zawiślak, pt. Badanie warstw nanoszonych termicznie” (czerwiec 2006)
6. Agnieszki Hotłoś, pt. Wpływ powłoki niobu na zwilżalność, strukturę i wytrzymałość granicy rozdziału w układzie Al/Al₂O₃ (czerwiec 2007)
7. Moniki Lachowicz, pt. Wpływ oddziaływania siły skupionej na podatność pęknięcia układów warstwowych typu Al-Al₂O₃ (czerwiec 2008)
8. Agnieszki Mroczek, pt. Powłoki ochronne na żeliwie (czerwiec 2008)

Katedra Materiałów Metalicznych i Nanoinżynierii
Wydział Metali Nieżelaznych AGH

9. Beaty Gościak, pt. Wpływ modyfikacji powierzchni ceramicznej na strukturę i wytrzymałość połączenia Al₂O₃/Al/Al₂O₃ (czerwiec 2010)
10. Dawida Jaska pt. Badanie złącz Al₂O₃-Ti-Sn (czerwiec 2010)

Recenzje dyplomowych prac magisterskich:

Katedra Struktury i Mechaniki Ciała Stałego
Wydział Metali Nieżelaznych AGH

1. Łukasza Boronia, pt. Uszlachetnianie narzędzi medycznych (wrzesień 2006)
2. Rafała Samek, pt. Modyfikacja powierzchni implantów metalowych biogodnymi powłokami (czerwiec 2008)

3. Tomasza Nierzwickiego, pt. Badanie warstw ceramicznych (czerwiec 2009)

Katedra Zarządzania i Inżynierii produkcji
Wydział Metali Nieżelaznych AGH

4. Michała Szmita, pt. Zastosowanie powłoki DLC na implantach metalowych przeznaczonych do łączenia kości (październik 2009)

Wykonane ekspertyzy

1. M. Książek, K. Siwecki, 2005, Ekspertyza dotycząca wyjaśnienia przyczyn uszkodzenia odlewu, MEDICAST AB, Szwecja
2. M. Książek, K. Siwecki, 2006, Ekspertyza dotycząca wyjaśnienia przyczyn uszkodzenia pojemników żeliwnych, Zarząd Gospodarki Komunalnej w Krakowie Dział Utrzymania Czystości Kraków
3. M. Książek, K. Hubner, 2006, Badania metalograficzne i wytrzymałościowe panewek do silnika lokomotywy SM42, Pojazdy Szynowe PESA Bydgoszcz Spółka Akcyjna Holding
4. M. Książek, K. Siwecki, 2008, Wykonanie badań: wjazdu kanalizacyjnego zatrzaskowego klasy E 600 DN 600 zdemontowanego po uszkodzeniu z al. Włókniarzy w Łodzi w celu ustalenia przyczyn jego uszkodzenia oraz wjazdów kanałowych EN 124 klasy D 400 na zgodność z normą PN EN 124: 2000, Zakład Wodociągów i Kanalizacji Sp. z o.o. Łódź
5. M. Książek, K. Siwecki, Ł. Boroń, 2009, Ocena wyników badania własności mechanicznych, mikrostruktury i składu chemicznego wirnika z urwanymi łopatkami, WSK Kraków Sp. z o.o. Kraków
6. M. Książek, K. Siwecki, 2009, Ekspertyza dotycząca badania materiału belki poprzecznej wózka tramwajowego E1 /Miejskie Przedsiębiorstwo Komunikacyjne S.A. w Krakowie
7. M. Książek, K. Siwecki, J. Radzikowska, 2010, Badania wstawek hamulcowych typu 560x320 i 560x250 z żeliwa P10 dla kolei niemieckich na zgodność z wymaganiami normy BN 918 179-01 oraz rysunku nr STW 502.72.008 G (wstawka 560x250) i STW 502.72.007 F (wstawka 560x320), Odlewnia Żeliwa i Metali Nieżelaznych SPOMEL Lębork
8. M. Książek, K. Siwecki, Ł. Boroń, 2010, Wykonanie ekspertyzy wspornika zawieszenia silnika autobusu Solaris /Miejskie Przedsiębiorstwo Komunikacyjne w Krakowie
9. M. Książek, K. Siwecki, Ł. Boroń, 2010, Opinia dotycząca badań materiałowych uszkodzonego gniazda przenośnika zgrzeblowego Kompania Węglowa S.A. Oddział KWK Rydułtowy-Anna, Rydułtowy

Recenzowanie publikacje w czasopismach międzynarodowych i krajowych

1. Materials Science and Engineering A, 1 publikacja
2. Journal of Microscopy, 1 publikacja
3. Inżynieria Materiałowa, 1 publikacja