

Gliwice, 12 maj 2018 r.

Prof. dr hab. inż. Zbigniew Rdzawski
Instytut Metali Nieżelaznych
44-100 Gliwice
ul. Sowińskiego 5

OPINIA O PRACY DOKTORSKIEJ

zatytułowanej:

Kształtowanie struktury i właściwości kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu umacnianych cząstkami SiC

Autor: mgr inż. Anna Wąsik

Wydział Metali Nieżelaznych
Katedra Nauki o Materiałach i Inżynierii Metali Nieżelaznych
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
Kraków

1. Krótka charakterystyka pracy

Przedstawiona do zaopiniowania praca doktorska stanowi opracowanie zagadnień sprecyzowanych w tytule pracy. Praca składa się z 8 rozdziałów zawartych na 246 stronach. Zawiera 180 pozycji bibliograficznych, 238 złożonych rysunków, 17 tabel, jak też wykaz skrótów i oznaczeń stosowanych w pracy. Zasadniczą część pracy poprzedza wprowadzenie. Rozdziały rozprawy ułożone zostały w sposób klasyczny.

W części literaturowej, obejmującej rozdział drugi, przedstawiono podstawowe dane dotyczące kompozytów wytwarzanych na osnowie aluminium i wybranych stopów aluminium umacnianych cząstkami, jak też dokonano krytycznej analizy stanu zagadnienia.

Na tym tle, w rozdziale trzecim przedstawiona została teza, cel i zakres pracy. Konsekwentnie do przyjętej tezy, celu i zakresu pracy w rozdziale czwartym, zawarto koncepcję rozwiązania tematu rozprawy.

W rozdziale piątym omówiono metodykę oraz scharakteryzowano materiały stosowane do badań. W rozdziale szóstym zawarto bardzo szerokie i wnikliwe wyniki

badania, a krytyczną analizę wyników badań przedstawiono w rozdziale siódmym. Osiągnięte rezultaty, w ujęciu syntetycznym zawarte zostały we wnioskach końcowych oraz przedstawione w rozdziale ósmym.

2. Krótki przegląd rozprawy doktorskiej

Ciągłe udoskonalanie środków transportu, sprzętu sportowego, sprzętu gospodarstwa domowego jak też elektroniki i elektrotechniki wymusza konieczność poszukiwań nowych, lub ulepszonych elementów konstrukcyjnych o korzystniejszym udziale mocy do masy przy zachowaniu odpowiednich relacji ekonomicznych.

Aby sprostać tym wyzwaniom w znacznej ilości ośrodków naukowych, naukowo-badawczych jak też przemysłowych prowadzone są nieustająco badania, między innymi nad spiekanyimi materiałami kompozytowymi na osnowie metali lekkich, w tym na osnowie aluminium.

W tej problematyce umieszczona została geneza ocenianej rozprawy doktorskiej, gdyż jako materiał do pogłębionych badań wybrane zostały kompozyty na osnowie aluminium i jego stopu Al_4Cu umacniane węglikiem krzemu.

Do takiego wyboru materiału badawczego skłoniła Autorkę bardzo szeroka analiza literaturowa zogniskowana na zagadnienia obejmujące podstawowe charakterystyki dotyczące budowy kompozytów metalicznych umacnianych cząstkami ceramicznymi.

W omówieniu tym podkreślona została rola rodzaju osnowy oraz wzmocnienia jak też możliwości osiągania określonych cech użytkowych w zależności od przeznaczenia kompozytu. Przedstawiona została klasyfikacja kompozytów według różnych kategorii, omówiona została budowa kompozytów wraz z rodzajami występujących połączeń oraz zestawione zostały własności podstawowych typów faz umacniających.

Jak podkreśla Autorka, najpowszechniej stosowanymi kompozytami metalicznymi są kompozyty typu metal-ceramika, w których fazą umacniającą mogą stanowić węgliki, borki, azotki oraz tlenki. Prócz kompozytów metal-ceramika występują również kombinację połączeń metal-metal oraz materiały kompozytowe o osnowie metalowej, które jako wzmocnienie mogą zawierać włókna lub cząstki polimerowe.

Zagłębiając się w problematykę kompozytów metal-ceramika Autorka podkreśla między innymi rolę zwilżalności, napięcia powierzchniowego, kształtu i wielkości zarówno cząstek wzmacniających jak też osnowy.

W dalszej części przeglądu literatury scharakteryzowane zostały metody wytwarzania kompozytów metalicznych, głównie w oparciu o metalurgię proszków obejmującą (w uproszczeniu) mieszanie proszków, formowanie (zagęszczanie) i spiekanie. Autorka definiuje pojęcia krystalitu, agregatu, aglomeratu, granuli, jak też istotnego parametru charakteryzującym proszek, którym jest „powierzchnia właściwa” (suma powierzchni zewnętrznych poszczególnych ziaren proszku przypadająca na jednostkę objętości).

Podkreśla, że własnościami kompozytów można sterować przez odpowiedni dobór rodzaju, ilości i morfologii fazy umacniającej. Szczególną uwagę poświęca omówieniu zjawisk zachodzących podczas spiekania aluminium i stopów aluminium oraz wytwarzaniu kompozytów na osnowie aluminium i stopów aluminium umacnianych cząstkami, w tym węglnikami krzemu.

Dokonana analiza stanu zagadnienia doprowadziła Autorkę dysertacji do krytycznej konkluzji, że pomimo bogatej literatury naukowej dotyczącej metod wytwarzania aluminiowych kompozytów umacnianych cząstkami węgla krzemu, pojawiają się niespójne wnioski na temat wpływu zmiennych parametrów wytwarzania, a także geometrii cząstek umocnienia na końcowe własności kompozytów metalicznych, brakuje także badań pozwalających na dokładną charakterystykę mechanizmów zużycia tribologicznego.

Fakt ten stał się inspiracją do ujednoczenia wiedzy na temat wpływu stosowania zmiennych parametrów wytwarzania, w tym rozmiaru cząstek fazy umacniającej oraz jej udziału masowego, atmosfery spiekania a także dodatku 4% masowych miedzi do aluminiowej osnowy na własności mechaniczne oraz tribologiczne materiałów kompozytowych Al-SiC. Tej właśnie problematyce poświęcona jest oceniana rozprawa doktorska, której tezę sformułowano następująco:

Przez dobór parametrów wytwarzania, w szczególności warunków spiekania, w tym atmosfery i temperatury spiekania oraz udziału i wielkości cząstek fazy umacniającej SiC jest możliwe wytwarzanie kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu techniką metalurgii proszków. Kompozyty te spełniają wymagania stawiane materiałom konstrukcyjnym stosowanych w węzłach tarcia, tzn. odznaczają się

wystarczającą gęstością, dobrymi właściwościami mechanicznymi oraz wysoką odpornością na zużycie ścierne

Natomiast celem pracy, wynikającym bezpośrednio z tezy było wytworzenie materiałów kompozytowych na osnowie aluminium oraz stopu Al₄Cu umacnianych cząstkami węgla krzemu SiC przy zastosowaniu konwencjonalnej metalurgii proszków, sprzyjającej redukcji kosztów wytwarzania przy zachowaniu spodziewanych właściwości mechanicznych, wysokiej odporności na zużycie ścierne i porowatości nieprzekraczającej 10%. Ponadto, celem pracy było też dokonanie analizy wpływu zmiennych parametrów procesu wytwarzania oraz zmian składu chemicznego na właściwości mechaniczne, fizyczne oraz mikrostrukturę otrzymanych materiałów kompozytowych typu Al-SiC.

Dla tak przyjętej tezy oraz celu badań opracowany został odpowiedni zakres i metodyka badań eksperymentalnych, które zostały bardzo przejrzysto i przekonująco przedstawiona na rys. 4.1. (str.72.). Zamieszczony schemat koncepcji realizacji tematu pracy wskazuje na niezwykle szeroki zakres prac i badań. I podzielony został na części dotyczące:

- **materiałów wyjściowych obejmujące:**

- elementarne cząstki proszku Al i Cu
- cząstki fazy wzmacniającej SiC
- procesy mieszania proszków w odpowiednich proporcjach masowych fazy umacniającej do materiału osnowy
- dodatek do osnowy Al i osnowy Al₄Cu cząstek SiC o wielkości < 2μm w ilości 2% ; 5% ; 7,5% i 10% mas
- dodatek do osnowy Al i osnowy Al₄Cu cząstek SiC o wielkości 40-60 μm w ilości 2% ; 5% ; 7,5% ; 10% i 15% mas

- **konsolidację proszków obejmującą:**

- prasowanie jednostronne, w tym opracowanie zależności gęstości wyprasek od ciśnienie prasowania, ustalenia optymalnego ciśnienia prasowania
- spiekanie swobodne obejmujące ustalenie optymalnej temperatury spiekania, ustalenie optymalnej atmosfery spiekania
- doprasowanie i ponowne spiekanie obejmujące ustalenie wpływu doprasowania i ponownego spiekania na stopień zgęszczenia

- obróbkę cieplną materiału na osnowie Al4Cu wzmacnianą cząstkami SiC o wielkości $< 2\mu\text{m}$ w ilości 2% ; 5% ; 7,5% i 10% mas, oraz cząstkami SiC o wielkości 40-60 μm w ilości 2% ; 5% ; 7,5% ; 10% i 15% mas dla określenia własności materiału w stanie po umocnieniu wydzieleniowym oraz dla ustalenia wpływu parametrów przesycania i starzenia na mikrostrukturę.
- **zadania badawcze obejmujące:**
 - określenie wytrzymałości połączenia metal-ceramika, określenie wytrzymałości na zginanie w próbie trójpunktowego zginania, obserwacji przełomów po próbie trójpunktowego zginania, wyznaczenie charakterystyk naprężenie-odkształcenie w próbie jednoosiowego ściskania, pomiar twardości metodą Brinella
 - wyznaczenie właściwości tribologicznych, wyznaczenie współczynnika tarcia oraz ubytku masy, obserwacje powierzchni po tarceniu celem identyfikacji mechanizmów zużycia tribologicznego
 - obserwacje mikrostrukturalne, analiza mikrostruktury na poziomie submikronowym, analiza rozmieszczenia cząstek fazy umacniającej w osnowie w zależności od ich wielkości, identyfikację składu fazowego metodą rentgenowską.

Konsekwentnie do przyjętego schematu prac i badań Autorka charakteryzuje szczegółowo zasadnicze części, zaczynając od materiałów do badań.

Osnowy kompozytów wytworzone zostały z elementarnych proszków. Proszek aluminium w gatunku 1070 był rozpylany argonem posiadał kształt globularny średnia wielkość cząstek proszku aluminium wynosiła około $63\mu\text{m}$. Do wytworzenia kompozytów na osnowie stopu aluminium z miedzią zastosowano elektrolityczny proszek miedzi o kształcie dendrytycznym w gatunku ECu1 o wielkości cząstek poniżej $40\mu\text{m}$.

Jako umocnienie zastosowane zostały cząstki węgliku krzemu SiC- α o kształcie nieregularnym. Zastosowano węgiel krzemu o frakcji drobnoziarnistej o średniej średnicy cząstek poniżej $2\mu\text{m}$ i frakcji gruboziarnistej o średniej średnicy cząstek mieszczącej się w zakresie 40 – $60\mu\text{m}$.

Proszki te poddano procesowi mieszania (czas 30 min.) w przyjętych proporcjach a następnie dokonano jednostronnego prasowania proszków w temperaturze pokojowej otrzymując wypraskę o wymiarach 4.5 x 5 x 400mm.

Badania nad optymalizacją warunków procesu wytwarzania kompozytów Autorka rozpoczęła od zagęszczania proszków, która udokumentowana została szerokim zakresem badań morfologii proszków, mikrostruktury wyprasek oraz wynikami badań stopnia zagęszczalności w zależności od ciśnienia prasowania oraz użytych proszków i ich mieszanin.

Optymalne ciśnienie prasowania dobrała Autorka na podstawie krzywej zagęszczalności, opracowanej dla wybranych składów kompozytów, które wyniosło 300 MPa.

Kolejnym zagadnieniem badawczym był dobór odpowiednie temperatury spiekania jak też określenie wpływu atmosfery (azot i próżnia) spiekania na mikrostrukturę oraz na skład fazowy badanych kompozytów.

Wykonane badania eksperymentalne spiekania w temperaturze 580°C, 600°C i 620°C oraz obserwacje przełomów wyprasek (kształtek) po zginaniu pozwoliły Autorce na przyjęcie temperatury spiekania kompozytów z dodatkami SiC, zarówno dla osnowy aluminium jak i osnowy Al4Cu wynoszącej 600°C. Wykonany szeroki zakres badań zmian gęstości kompozytów w zależności od składu chemicznego, zawartości oraz wielkości cząstek fazy umacniającej oraz zastosowanej atmosfery spiekania w atmosferze azotu i próżni doprowadził Autorkę do stwierdzenia, że niezależnie od zastosowanej atmosfery spiekania gęstość względna spieków malała wraz ze wzrostem fazy umacniającej. Zaobserwowano jednak korzystny wpływ atmosfery azotu w procesie spiekania kompozytów Al-SiC oraz Al-Cu-SiC, której zastosowanie pozwoliło uzyskać lepsze zagęszczanie materiału w porównaniu z kompozytami spiekanyymi w atmosferze próżni. Gęstość względna kompozytów z dodatkiem cząstek o średniej średnicy nie przekraczającej 2µm spiekanych w atmosferze próżni nie przekraczała 90% gęstości teoretycznej, podczas gdy spiekanie w atmosferze azotu pozwalało osiągnąć gęstość przekraczającą 95% gęstości teoretycznej. Potwierdzony też został między innymi korzystny wpływ dodatku proszku miedzi do osnowy na formowalność wyprasek. Dwukrotne prasowanie i spiekanie kompozytów w atmosferze azotu umocnionych gruboziarnistą frakcją SiC, sprawiło, że względna gęstość wyprasek mieściła się w zakresie 92-94% gęstości teoretycznej.

Otrzymane na tym etapie prac interesujące wyniki badań stały się powodem do szukania związków w oparciu o badania mikrostruktury.

Wykonane szerokie badania mikrostruktury kompozytów spiekanych w atmosferze azotu, doprowadziły Autorkę do stwierdzenia, że jednym z głównych czynników decydującym o homogenicznym rozmieszczeniu fazy umacniającej w osnowie kompozytu jest stosunek wielkości cząstek osnowy do wielkości cząstek umocnienia. Mały stosunek pomiędzy wielkością cząstek osnowy i mocnienia pozwala uzyskać bardziej równomierne rozmieszczenie fazy umacniającej w osnowie. Wzrost tego stosunku powoduje tworzenie się aglomeratów cząstek fazy umacniającej i wzrost porowatości. Zaobserwowana została także obecność tlenku aluminium Al_2O_3 na granicach ziaren, które mogą stanowić dodatkową fazę umacniającą.

W przypadku spiekania kompozytów Al-SiC w atmosferze azotu, jak stwierdza Autorka, tlenek aluminium może ulec redukcji przez azot i tworzyć azotki aluminium, które mogą stanowić dodatkowy element umacniający kompozyt. Obecność azotków aluminium potwierdzona została na wykonanych dyfraktogramach rentgenowskich.

Mikrostruktura osnowy Al_4Cu składała się z regularnych ziaren aluminium z rozpuszczoną w nich miedzią oraz wydzieleni uformowanych podczas chłodzenia odpowiadającej fazy Al_2Cu . Obecność tej fazy jak też cząstek SiC potwierdzona została przy użyciu detektora EDS i dyfrakcji rentgenowskiej.

Spiekanie kompozytów Al-SiC oraz Al_4Cu -SiC w atmosferze próżni w porównaniu do spiekanych w atmosferze azotu powoduje zwiększenie ich porowatości, a dla spieku Al_4Cu zwiększenie ilości fazy Al_2Cu . Spiekanie w atmosferze próżni prowadziło do pogorszenia konsolidacji proszków w porównaniu ze spiekaniem w atmosferze azotu i było przyczyną występowania znacznie większej porowatości spieku.

W dalszych badaniach szukała Autorka odpowiedzi na pytanie jak wpływają warunki spiekania, rodzaj osnowy oraz udział i wielkość cząstek wzmacniających na twardość, wytrzymałość na zginanie oraz wytrzymałość na ściskanie.

Dla kompozytów Al-SiC spiekanych w atmosferze azotu dodatek cząstek SiC o średniej średnicy mniejszej od $2\ \mu m$, powodował zwiększenie twardości w zakresie 34-35 HB w odniesieniu do czystej osnowy aluminiowej 29 HB. Natomiast dla kompozytów spiekanych w atmosferze próżni zanotowano spadek twardości do poziomu 23-25 HB.

Podobną tendencję zaobserwowano dla kompozytów z dodatkiem miedzi, umocnionych również drobnoziarnistą frakcją SiC. Ze wzrostem zawartości fazy SiC

twardość kompozytów wzrastała zarówno po spiekaniu w atmosferze azotu jak i atmosferze próżni. Wzrost ten jednak bardziej się zaznaczył dla kompozytów spiekanych w atmosferze azotu, gdzie dla kompozytu o zawartości 7,5% masowych SiC osiągnięto twardość 71 HB.

Niezależnie od zastosowanej atmosfery spiekania oraz wielkości cząstek umacniającej najwyższą wytrzymałością na zginanie odznaczała się osnowa materiału bez dodatku umocnienia. Dla kompozytu na osnowie Al umocnionych drobnoziarnistą frakcją SiC ($<2\mu\text{m}$) spiekanego w atmosferze azotu wytrzymałość na zginanie monotonicznie spadała ze wzrostem udziału dodatku SiC z poziomu 253 MPa dla Al do poziomu 214 dla dodatku SiC w ilości 10%. Podobną tendencję zaobserwowano dla kompozytu na osnowie Al4Cu, dla którego bez dodatku SiC otrzymano wytrzymałość na zginanie na poziomie 847 MPa zaś z dodatkiem 2,5% SiC wartość 583 MPa, zaś z dodatkiem 10% SiC wartość 191 MPa. Znacznie niższe wartości wytrzymałości na zginanie otrzymano dla kompozytów spiekanych w atmosferze próżni.

W przypadku dużych cząstek SiC (40-60 μm) wartość wytrzymałości na zginanie oscylowała na niższym poziomie, nie zależnie od ilości wprowadzonej fazy. Wyjaśnienia stwierdzonych własności Autorka poszukiwała w analizie przetomów uzyskanych w trój punktowej próbie zginania

Oceny własności kompozytów na podstawie wyników statycznej próby ściskania dokonała Autorka dla każdego z wariantów procesu wytwarzania oraz składu chemicznego otrzymując bardzo szerokie spektrum wartości naprężeń dla badanych kompozytów w zależności od rodzaju osnowy, wielkości i udziału cząstek SiC oraz atmosfery spiekania (azot, próżnia), co w uproszczonej formie przedstawione zostało w Tab.1.

Tabela 1 Zakresy zmian wartości naprężenia w zależności od odkształcenia rzeczywistego

Rodzaj osnowy	Wielkość SiC	Naprężenie MPa	
		$\epsilon = 0,1$	$\epsilon = 0,2$
Spiekanie w atmosferze azotu			
Al-		174	301
AlSiC	SiC $<2\text{mm}$	155-203	244-317
	SiC 40-60 mm	143-162	215-257
Al4Cu		430	685

Al4Cu	SiC<2mm	256-371	319-641
	SiC 40-60 mm	319-371	306-589
Spiekanie w atmosferze próżni			
Al		163	280
AlSiC	SiC<2mm	58-183	90-334
	SiC 40-60 mm	134-154	191-221
Al4Cu		391	728
Al4Cu	SiC<2mm	82-306	81-488
	SiC 40-60 mm	215-260	380-514

Uzyskane wyniki badań odporności na zużycie ściernie kompozytów na osnowie aluminium jak i jego stopu Al4Cu umacnianych cząstkami SiC dostarczyły nowe informacje na temat właściwości tribologicznych, scharakteryzowanych za pośrednictwem współczynnika tarcia, ubytku masy, a także mechanizmów zużycia w trakcie kontaktu tribologicznego w warunkach tarcia technicznie suchego.

Opracowane zostały średnie wartości współczynnika tarcia otrzymane dla drogi 250 i 500 metrów w zależności od zawartości fazy SiC dla kompozytów na osnowie aluminium oraz osnowie Al4Cu umocnionych różną ilością i wielkością cząstek oraz spiekanych z zastosowaniem atmosfery azotu i atmosfery próżniowej.

Wyznaczony został także ubytek masy w próbie ścierania stanowiący miarę zużycia materiału dla każdej grupy kompozytów uwzględniający rodzaj osnowy, wielkość i udział cząstek SiC, atmosferę spiekania, jak też drogę tarcia 250 i 500 metrów.

Opisana została również zmiana oraz wartości średnie siły tarcia w zależności od czasu dla drogi tarcia 500 m, dla każdego wariantu składu chemicznego osnowy oraz zawartości i wielkości cząstek fazy SiC stosowanej atmosfery spiekania (azot, próżnia).

W celu bliższego poznania występujących „mechanizmów” zużycia kompozytów w trakcie kontaktu tribologicznego w warunkach suchego tarcia dokonano obserwacji powierzchni po tarcu z wykorzystaniem elektronowej mikroskopii skaningowej oraz mikroskopii konfokalnej wraz z odpowiednim opisem zaobserwowanych zjawisk.

Znaczną uwagę poświęcono problematyce obróbki cieplnej spieków dla osnowy Al4Cu oraz kompozytów na osnowie stopu Al4Cu z dodatkiem 2,5 ; 5 ; i 7,5%

drobnoziarnistej fazy umacniającej (o średniej średnicy cząstek mniejszej od $2\mu\text{m}$). Otrzymane po prasowaniu kształtki poddane zostały spiekaniu w atmosferze azotu w temperaturze 600°C , a następnie wolnemu studzeniu. W tym wariantcie uzyskane gęstości względne nie przekraczały 90% gęstości teoretycznej, dodatek fazy umacniającej SiC spowodował obniżenie gęstości względnej (niezależnie od wielkości dodatku) do poziomu w zakresie 85,79 – 86,08% gęstości teoretycznej. Po spiekaniu, w mikrostrukturze materiałów niepoddanej obróbce cieplnej na granicach ziaren lokalizowały się wydzielienia fazy Al_2Cu .

Obróbka cieplna wykonana została w atmosferze ochronnej azotu i polegała na nagraniu kształtek do temperatury 495°C i 530°C , wytrzymaniu w tej temperaturze przez 6 godzin i gwałtownym studzeniu w wodzie (przesycanie). Następnie przesyczone kształtki poddane zostały procesowi starzenia w temperaturze 180°C przez czas 4, 12 oraz 24 godzin, celem osiągnięcia wzrostu własności wytrzymałościowych dzięki utworzeniu dyspersyjnych wydzieleni.

W badanym stopie Al_4Cu po przesycaniu w trakcie starzenia zachodzą, różnego typu wydzielienia (strefy GP, faza Θ^{**} , Θ^* , Θ). Proces powstawania faz stabilnych poprzedzony jest tworzeniem się faz metastabilnych decydujących o utwardzaniu dyspersyjnym stopu. Wydzielenie fazy Θ^{**} , koherentnej z osnową prowadzi do maksymalnego umocnienia. Ostatnim, czwartym etapem starzenia jest zerwanie koherencji i utworzenie stabilnej fazy Θ (Al_2Cu).

Uzyskane wyniki w procesie starzenia wskazują, że kompozyty $\text{Al}_4\text{Cu-SiC}$ osiągają wyższą mikrotwardość na poszczególnych etapach obróbki cieplnej zarówno po przesycaniu w temperaturze 495°C i 530°C oraz starzeniu w temperaturze 180°C w czasie 4, 12 i 24 godzin niż nieumocniona osnowa.

Należy podkreślić, iż na każdym etapie obróbki cieplnej dokonywano obserwacji mikrostruktury przy użyciu mikroskopii świetlnej, skaningowej mikroskopii elektronowej, analizy składu fazowego metodą rentgenowską oraz pomiarów mikrotwardości i twardości niezbędnych do opracowania krzywych starzenia.

3. Ocena rozprawy

Jak starałem się wykazać omawiając zasadnicze elementy badań, recenzowana praca stanowi twórcze rozwinięcie zagadnień teoretycznych

i praktycznych. Osiągnięte przez Autorkę rezultaty są istotne, aktualne i liczące się w tej dziedzinie. Podjęta przez Doktorantkę tematyka badawcza oraz wynikający stąd bardzo szeroki i wielowątkowy zakres badań nad udoskonaleniem grupy kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu umacnianych cząstkami SiC ze względu na ich wyjątkowe przeznaczenie był uzasadniony oraz mieścił się w istotnym i aktualnym nurcie prac naukowo-badawczych.

W opracowanej części literaturowej zebrana została znaczna część aktualnego stanu wiedzy dotycząca kompozytów na osnowie aluminium i jego stopów umacnianych wybranymi cząstkami ceramicznymi. Dokonana została wnikliwa analiza metod wytwarzania oraz konsolidacji proszku aluminium, wytwarzania kompozytów umacnianych cząstkami węgla krzemu w powiązaniu z osiąganymi zespołami własności użytkowych, jak też obszarami zastosowań.

Opracowany przez Autorkę bogaty przegląd literatury wskazuje na Jej wiedzę i znajomość podjętej tematyki badawczej. Szczególnego podkreślenia wymaga rzetelnie wykonana analiza stanu zagadnienia, która doprowadziła Autorkę dysertacji do krytycznej konkluzji, iż pomimo bogatej literatury naukowej dotyczącej metod wytwarzania aluminiowych kompozytów umacnianych cząstkami węgla krzemu, pojawiają się niespójne wnioski na temat wpływu zmiennych parametrów wytwarzania, a także geometrii cząstek umocnienia na końcowe własności kompozytów metalicznych, brakuje także badań pozwalających na dokładną charakterystykę mechanizmów zużycia tribologicznego.

Fakt ten stał się inspiracją do ujednoczenia wiedzy na temat wpływu stosowania zmiennych parametrów wytwarzania, w tym rozmiaru cząstek fazy umacniającej oraz jej udziału masowego, atmosfery spiekania a także dodatku 4% masowych miedzi do aluminiowej osnowy na własności mechaniczne oraz tribologiczne materiałów kompozytowych Al-SiC, co mieści się w temacie rozprawy doktorskiej.

Bardzo szeroki zakres pracy oraz jego opracowanie pozwoliło Doktorantce na zaprezentowanie swojego bogatego „warsztatu naukowego”, wiedzy i doświadczenia w prowadzeniu badań eksperymentalnych. O dojrzałości badawczej świadczyć może świadomość pewnych ograniczeń i utrudnień związanych z osiąganiem odpowiedzi na pojawiające się pytania badawcze.

Oceniając otrzymane wyniki badań pragnę podkreślić znaczy wysiłek Autorki we wnoszeniu swojej inwencji i własnych pomysłów zmierzających do osiągnięcia

zamierzonego celu. Stąd opracowane zagadnienia zawierają w sobie zarówno aspekty poznawcze jak też użytkowe a nawet dydaktyczne.

Szczególnego podkreślenia wymaga sprawne posługiwanie się subtelnym warszatem naukowym oraz umiejętna interpretacja wyników badań, których rzetelność potwierdzana była innymi, adekwatnymi metodami badawczymi a w szczególności badaniami strukturalnymi.

Metody badawcze Autorka dobrała odpowiednio do podjętej tematyki opierając je o badania strukturalne z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej, elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM), systemu do analizy składu chemicznego (EDX) oraz rentgenowskiej analizy fazowej (XRD). Badania uzupełniają pomiary własności mechanicznych stosowanych dla kompozytowych materiałów spiekanych (twardość, wytrzymałość na zginanie, wytrzymałość na ściskanie) oraz ich związek ze świadomym kształtowaniem mikrostruktury tak w trakcie zgęszczania, spiekania oraz na drodze obróbki cieplnej (przesycanie i starzenie). Osiągnięte wyniki badań własności tribologicznych badanych materiałów, scharakteryzowanych za pośrednictwem współczynnika tarcia, ubytku masy a także „mechanizmów zużycia” w czasie kontaktu tribologicznego wnoszą nowe oraz uzupełniające informacje w tym zakresie.

Osobiste odniesienie do otrzymanych wyników badań zawarła Autorka w „Krytycznej analizie wyników badań”, stanowiącej merytoryczny przegląd osiągniętych rezultatów cechujących się dużą dozą obiektywizmu i rzetelności naukowej. W przekonującej formie zostały zaprezentowane wnioski dokumentujące podjęty temat i cel pracy, jak też dowiedzioną tezę rozprawy.

Mimo tych niekwestionowanych zalet, w tym starannej edycji i języka rozprawy niestety, Autorka nie uniknęła pewnych nielicznych niezgrabności językowych, szczególnie w przypisywaniu zależnościom stochastycznym cech funkcji. Podobnie, właściwiej byłoby użyć sformułowania „rozmieszczenie” zamiast „rozkład” oraz powierzchnia „względna” zamiast powierzchnia „właściwa”.

Ze względu na bardzo szeroki zakres badań przejrzystości rozprawy nie sprzyja włączenie do nurtu tekstu przejściowych wyników badań, które można było zamieścić jako dokumentację badawczą w Załączniku.

Pozwalam sobie wnieść jeszcze uwagę dyskusyjną, co stanęło na przeszkodzie w określeniu jeszcze jednego parametru stanowiącego miarę dyspersji jakim jest poza udziałem objętościowym, wielkością cząstek, odległość między cząstkami?

3. Wniosek końcowy

Teza rozprawy została dowiedziona, również i cel rozprawy został w pełni osiągnięty, a wielka determinacja, z jaką Autorka starała się rozwiązać problem naukowy oraz ogrom pracy włożony w przygotowanie dysertacji doktorskiej jak też przedmiot badań budzą szacunek.

Mając na uwadze powyższe, stwierdzam, że w mojej opinii przedstawiona praca spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim przez Ustawę z dnia 14 marca 2003 r. Dz. U. z 2003 r. Nr 65, z 2005 r. Nr 164 z 2010 r. Nr 96 oraz z 2011 r. nr 84. Wnioskuje zatem o dopuszczenie Pani mgr inż. Anny Wąsik do publicznej obrony przedstawionej pracy przed Radą Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica

Zdzisław Kozłowski