

Gliwice, 22 październik 2016 r.

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

OPINIA O PRACY DOKTORSKIEJ

zatytułowanej:

Analiza wpływu podwyższonej temperatury na zmiany strukturalne i własności kompozytów Al.-CO₂ i Al(Mg)-CO₂

Autor: Tomasz Skrzekut

Wydział Metali Nieżelaznych AGH w Krakowie
Katedra Nauki o Materiałach i Inżynierii Metali Nieżelaznych

1. Krótka charakterystyka pracy

Przedstawiona do zaopiniowania praca doktorska stanowi opracowanie zagadnień sprecyzowanych w tytule pracy. Praca składa się z 7 zasadniczych rozdziałów zawartych na 134 stronach, 114 pozycji bibliograficznych, 82 rysunków i 20 tabel, streszczenia, spisu literatury i uzupełnienia.

Rozdziały rozprawy ułożone zostały w sposób klasyczny. Rozprawę otwiera streszczenie w języku polskim i angielskim oraz przyjęte oznaczenia. W oparciu o posiadaną wiedzę i dane literaturowe Autor skoncentrował się na opisie stanu zagadnienia, w którym charakteryzuje nowoczesne materiały kompozytowe oraz przytacza podstawowe wiadomości o umacnianiu metali i strukturalnych aspektach czułości na prędkość odkształcania. Omawia mechaniczną syntezę kompozytów oraz dokonuje przeglądu kompozytów wytwarzanych tą metodą. Na tym tle przedstawiony zostaje cel pracy. Konsekwentnie do przyjętego celu pracy dobrany zostaje odpowiedni materiał badawczy, metodyka badawcza oraz zostają zebrane i opracowane wyniki badań i ich analiza. Osiągnięte rezultaty, w ujęciu syntetycznym zawarte zostały we wnioskach końcowych. Rozprawę zamyka zestawienie bibliografii oraz uzupełnienie.

2. Ocena rozprawy doktorskiej

Genezy rozprawy można się dopatrzeć we wcześniejszych pracach Autora objętych programem badań w ramach wieloletniej współpracy naukowej pomiędzy Nihon University w Tokio a Wydziałem Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Podjęta

tematyka badawcza ogniskowała się wokół wytwarzania kompozytów na osnowie aluminium, magnezu oraz stopów aluminium-magnez z dodatkami tlenków i krzemków metali przejściowych. Prowadzone badania pozwalały na zdobycie wiedzy i danych dotyczących projektowania i wytwarzania materiałów metalicznych o dużym stopniu rozdrobnienia składników stopowych, w tym kompozytów wytwarzanych metodą mechanicznej syntezy.

Dzięki wspólnym badaniom oraz inicjatywie naukowców z Akademii Górniczo-Hutniczej zaczęto zwracać uwagę na aspekty strukturalne wytwarzanych materiałów oraz własności użytkowe i zmiany struktury kompozytów w podwyższonej temperaturze.

W tym tle mieści się cel dysertacji doktorskiej, która poświęcona jest poszerzeniu wiedzy o strukturze i właściwościach kompozytów metalicznych na osnowie aluminium oraz stopu aluminium-magnez umacnianych tlenkami metali przejściowych w warunkach mechanicznej syntezy połączonej z konsolidacją proszków kompozytowych w procesie prasowania i wyciskania na gorąco.

Znaczne zróżnicowanie intensywności procesów strukturalnych i właściwości badanych dotychczas materiałów kompozytowych w zależności od rodzaju użytych tlenków stanowiło zachętę do podjęcia badań doświadczalnych zmierzających do uzupełnienia brakujących informacji o cechach strukturalnych i właściwościach nowych materiałów kompozytowych Al-CeO_2 i Al(Mg)-CeO_2 . Stąd głównym celem rozprawy doktorskiej była ocena właściwości mechanicznych i cech strukturalnych badanych materiałów oraz analiza wpływu podwyższonej temperatury i dodatku magnezu na zmiany strukturalne oraz właściwości badanych kompozytów.

Aby podjąć podjętej problematyce badawczej nakreślonej celem pracy oraz znalezieniem odpowiedzi na pojawiające się intuicyjnie pytania badawcze Autor we wstępnej części pracy, opierając się na danych literaturowych i pracach własnych dokonuje krytycznego przeglądu prac dotyczących mechanizmów umocnienia metali jak też mechanicznej syntezy kompozytów na osnowie aluminium i jego stopów. Takie podejście buduje przekonanie, że Autor rozprawy posiada odpowiedni zasób wiedzy i doświadczenia oraz właściwe rozeznanie w realizowanej tematyce badawczej. Dokumentują to omawiane bardzo liczne wyniki badań własnego środowiska naukowo-badawczego na tle osiągnięć znanych ośrodków międzynarodowych. Pozwala to na stwierdzenie, że tematyka rozprawy osadzona jest w aktualnym nurcie badań.

W szczególności, omawiając problematykę mechanicznej syntezy kompozytów Autor rozprawy w sposób przejrzysty charakteryzuje najistotniejsze elementy tego procesu wskazując na możliwości połączenia składników proszkowych metali i ceramicznych, których nie można łączyć w typowych procesach metalurgicznych, wskazując na zalety i ograniczenia tego procesu. Podkreśla, że umocnienie kompozytów metalicznych jest uwarunkowane rozdrobnieniem wyjściowych składników w procesie mielenia proszków

i metodyką mechanicznej konsolidacji proszku kompozytowego. Metoda mechanicznej syntezy materiałów kompozytowych wykorzystuje adhezyjny efekt połączenia silnie rozdrobnionych form metali, lub metali i związków chemicznych podczas mielenia mieszaniny proszków. Łączenie odbywa się w stanie stałym a procesy adhezyjnego i dyfuzyjnego łączenia składników strukturalnych zachodzą poniżej temperatury topnienia łączonych proszków. Skuteczność procesu mechanicznej syntezy, jak stwierdza Autor jest silnie uzależniona od rodzaju młynka, rodzaju i wielkości mielników, stopnia wypełnienia komory młyna kulami i wsadem proszkowym, czasu i prędkości mielenia, atmosfery ochronnej, środków smarujących (PCA) zapobiegających aglomeracji proszków, temperatury mielenia, intensywności chłodzenia, etc. Dużo uwagi poświęca szczegółowemu opisowi roli wymienionych parametrów na efektywność tego procesu.

Wskazuje na ciągłe poszukiwania materiałów kompozytowych charakteryzujących się niską masą właściwą, wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi oraz wysoką odpornością na działanie podwyższonej temperatury. Dokonuje przeglądu i charakterystyki kompozytów na osnowie aluminium umacnianych tlenkami metali otrzymanymi w procesie mechanicznej syntezy. Materiały te dzieli na dwie grupy. Pierwszą grupę stanowią kompozyty umacniane tlenkami takich metali, które nie rozpuszczają się w osnowie i nie tworzą faz międzymetalicznych z aluminium, na przykład tlenek ołowiu, tlenek cyny oraz inne. Do drugiej grupy zalicza kompozyty umacniane tlenkami, które po reakcji redukcji tlenku w kontakcie z osnową aluminiową lub aluminiowo-magnezową tworzą wydzielения faz międzymetalicznych, na przykład tlenek manganu, tlenek miedzi, tlenek srebra i inne. Materiały kompozytowe pierwszej grupy podczas wyżarzania do temperatury 400°C wykazują stabilną wartość twardości a po przekroczeniu której twardość spada i następuje wzrost porowatości wskutek redukcji tlenku przez osnowę aluminium, co prowadzi do redukcji objętości właściwej. Dla drugiej grupy materiałów kompozytowych lokalne zmiany objętości wynikające z reakcji tlenku z osnową można obliczyć podobnie jak dla grupy pierwszej, analizując objętość substratów i produktów na każdym etapie reakcji. Redukcja tlenków w osnowie powoduje najczęściej zmniejszenie objętości właściwej, ale dyfuzja metalu do osnowy i związane z tym powstanie nowych ziaren fazy międzymetalicznej może powodować lokalne zwiększenie objętości, co jak konkluduje Autor zapobiegać może zwiększaniu porowatości kompozytu.

Autor rozprawy przytacza także przykłady umacniania stopów aluminium z dodatkiem magnezu krzemkami, których wprowadzanie zamiast tlenków ma na celu uniknięcie nadmiernego utleniania osnowy wskutek reakcji zbrojenia (tlenku) z osnową. Wskazuje na istotny wpływ dodatku magnezu do aluminium na stabilność temperaturową twardości kompozytu aluminiowo-magnezowego wzmacnianego tlenkami. Podkreśla, że stabilne temperaturowo kompozyty można otrzymać nie tylko metodą mechanicznej syntezy, lecz

również na drodze konsolidacji plastycznej wstępnie sprasowanych proszków metalicznych. Zauważa, że wśród kompozytów metalicznych szczególnymi właściwościami charakteryzują się materiały kompozytowe wytwarzane z wykorzystaniem stopu utwardzanego wydzieleniowo.

Na tle tych rozważań oraz pojawiających się z dokonanego przeglądu literatury pytań badawczych, Autor rozprawy charakteryzuje materiał badawczy oraz metodykę badań. Do badań eksperymentalnych wybrano dwa rodzaje kompozytów a mianowicie Al-CeO₂ oraz Al(Mg)-CeO₂. Jako materiał zbrojący dobrano celowo tlenek ceru (CeO₂) ze względu na jego wysoką stabilność temperaturową (temperatura topnienia 2600°C), a przy tym tlenek ten jest materiałem nietoksycznym (gęstość 7,13 g/cm³). Kompozyty te zostały wykonane w laboratoriach Uniwersytetu Nihon w Tokio w ramach współpracy naukowej z AGH.

Kompozyt Al-CeO₂ wykonano z mieszaniny proszku aluminium o średniej wielkości ziaren 20 µm oraz dodatku proszku CeO₂ w ilości 9,1% masowych i średniej wielkości ziaren w zakresie od 1 do 8 µm. Natomiast dla kompozytu Al(Mg)-CeO₂ ośnowę wytworzono z mieszaniny proszku aluminium z dodatkiem 4,88% masowych magnezu o średniej wielkości ziaren 50 µm oraz 9,2% masowych CeO₂. Mieszaninę proszków (ok. 700 g) mielono w atmosferze ochronnej argonu oraz dodatkiem 5 % masowych etanolu w młynie typu attritor z prędkością obrotową mieszadła 120 obr/min, stosując intensywne chłodzenie pojemnika wodą. Do mielenia użyto kul ze stali o średnicy 9,5 mm. Zmielone proszki przesypało do cienkościennego pojemnika ze stopu 6061 i poddano prasowaniu (nacisk 500 MPa) na zimno. Sprasowany proszek w czasie jednej godziny odgazowano w próżni a następnie wyciskano kompozyt w temperaturze 400°C przy nacisku 100 MPa w postaci pręta o średnicy 7 mm. Tak otrzymany pręt stanowił materiał wyjściowy do dalszych badań eksperymentalnych.

Metody badawcze Autor dobrał odpowiednio do podjętej tematyki opierając je o badania strukturalne z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej, skaningowej (SEM) i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM, STEM), systemu do analizy składu chemicznego (EDX) oraz rentgenowskiej analizy fazowej (XRD). Badania uzupełniają pomiary mikrotwardości, wysokotemperaturowa próba ściskania oraz analiza termiczna wykonana w oparciu o skaningową kalorymetrię różnicową (DSC).

Cykl badań rozpoczęto od charakteryzacji kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂ w stanie wejściowym, który stanowiły wyciśnięte na gorąco pręty o średnicy 7 mm. Obserwacje struktury materiałów wyjściowych prowadzono przy użyciu mikroskopii świetlnej, mikroskopii elektronowej – skaningowej i prześwieceniowej.

Otrzymane obrazy mikrostruktury pozwalają Autorowi na stwierdzenie znacznej jednorodności składników strukturalnych. Opracowane histogramy rozkładu wielkości i powierzchni cząstek oraz obserwacje z użyciem większych powiększeń wskazywały na

obecność znacznej liczby bardzo małych cząstek, których mimo użycia binaryzacji kontrastu obrazów STEM i TEM nie udało się ich wielkości określić i z tej przyczyny nie zostały włączone do opracowanych histogramów. Określona została średnia arytmetyczna siecznej ziarna kompozytu Al-CeO₂ po procesie wyciskania na gorąco na poziomie 244 nm. Analiza fazowa (XRD) wykonana na odpowiednio przygotowanych próbkach wykazała występowanie piku pochodzącego od CeO₂ oraz od Ce₄O₇. Przy użyciu TEM i metody dyfrakcji elektronowej (SAD) potwierdzona została faza CeO₂ natomiast obecności fazy Ce₄O₇ nie udało się potwierdzić. Autor logicznie wiąże to z faktem występowania tego samego typu struktury Ce₄O₇ co CeO₂ oraz z nieznaczną różnicą w wielkości parametrów komórki elementarnej.

Podobne badania przeprowadzone zostały na próbkach kompozytu Al(Mg)-CeO₂. W tym przypadku średnia arytmetyczna siecznej ziarna kompozytu Al(Mg)-CeO₂ po procesie wyciskania na gorąco wyniosła 231 nm. Dodatek magnezu (4,88%) miał na celu zmniejszenie masy właściwej kompozytu i zwiększenie umocnienia roztworowego osnowy, a przy tym magnez charakteryzuje się większą skłonnością do wiązania tlenu niż aluminium, może zatem przyspieszać redukcję tlenku ceru (CeO₂). W oparciu o analizę fazową stwierdzona została obecność w tym kompozycie fazy międzymetalicznej Al₄Ce, tlenku Ce₇O₁₂ oraz tlenku typu spinel (Mg_{0,4}Al_{0,6})Al_{1,8}O₄. Analiza dyfrakcyjna z użyciem TEM umożliwiła identyfikację struktury wydzieli Al₄Ce. Nie było natomiast możliwe jednoznaczne określenie struktury krystalograficznej pozostałych wydzieli, w szczególności tlenku Ce₇O₁₂. Wydzielenia typu spinel były widoczne w osnowie materiału, lecz ze względu na bardzo małe wymiary uzyskanie dyfraktogramu punktowego, niezbędnego do oceny budowy krystalograficznej było niemożliwe.

Autor dysertacji ze względu na rolę temperatury wyniki badań wstępnych świadomie wzbogacił o analizę kalorymetryczną kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂ uwidaczniając występujące efekty cieplne przy nagrzewaniu ze stałą prędkością (10°C/min) do temperatury 700°C. Badania te pozwoliły również na wyznaczenie temperatury topnienia kompozytu Al-CeO₂ wynoszącej 639°C oraz kompozytu Al(Mg)-CeO₂ wynoszącej 629°C.

Stosownie do podjętej tematyki rozprawy zasadnicze badania eksperymentalne Autor rozpoczął od określenia wpływu czasu długotrwałego wyżarzania (do 168 godz.) w ustalonej temperaturze 500°C na zmiany twardości obu badanych kompozytów. Jak wykazano, twardość kompozytów malała monotonicznie z czasem wyżarzania zachowując wyższy poziom twardości dla kompozytu Al(Mg)-CeO₂. Ten wynik zaskoczył Autora gdyż oczekiwał, że długotrwałe działanie wysokiej temperatury (500°C) powinno spowodować znaczne zaawansowanie procesów chemicznych pomiędzy osnową a cząstkami umacniającymi. W odpowiedzi na stwierdzone zjawisko wykonane zostały badania mikrostruktury (SEM) na zglądach prostopadłych do osi wyciskanego pręta wyżarzonych przez 2 i 168 godzin

w temperaturze 500°C, w których wykazano dla kompozytu Al-CeO₂, że rozmiar cząstek po wyżarzeniu w temperaturze 500°C przez 168 godzin różnił się nieznacznie od rozmiaru cząstek otrzymanych po wyciskaniu (w stanie wyjściowym). Natomiast dla kompozytu Al(Mg)-CeO₂ dodatek magnezu spowodował znaczny wzrost cząstek umacniających zawierających cer, przekraczających rozmiar 0,5 µm, co udokumentowano porównawczymi histogramami rozkładu wielkości i powierzchni cząstek.

Do identyfikacji cząstek umacniających kompozyt Al-CeO₂ wykorzystano analityczne techniki prześwietleniowej mikroskopii elektronowej (TEM, STEM, SAD). Dokładnej stechiometrii tlenków nie udało się Autorowi ustalić metodą EDS ze względu na błąd wynikający z małych wymiarów cząstek, dopiero wykorzystując metody transmisyjnej mikroskopii elektronowej i metody dyfrakcji potwierdzono cechy struktury cząsteczki zbrojenia kompozytu który stanowił tlenek ceru CeO₂ (fcc, a=0,54113 nm). Przeprowadzone badania przy korzystaniu z rentgenowskiej analizy fazowej (XRD) nie potwierdziły obecności innych faz międzymetalicznych.

Dla tych samych warunków wyżarzania (temperatura 500°C, czas żarzenia 168 godzin) przeprowadzono podobne badania na próbkach kompozytu Al(Mg)-CeO₂. Dokonana analiza liniowa składu chemicznego (EDS) wydzieleni wykazała obecność cząstek zawierających cer, zróżnicowanych pod względem składu chemicznego. W cząstkach o rozmiarze powyżej 0,5 µm potwierdzono obecność aluminium i ceru. Wydzielenia tego typu obserwowane były już po procesie wyciskania, jednak po długotrwałym wyżarzaniu w temperaturze 500°C posiadały znacznie większe rozmiary, co jak konkluduje Autor świadczy o znacznym rozroście tej fazy. Dokonana analiza dyfrakcyjna TEM/SAD pozwoliła na potwierdzenie struktury krystalograficznej fazy Al₄Ce (tetragonalna, a = 0,43650 nm, c = 1,01000 nm). Piki charakterystyczne dla tej fazy stwierdzono również w widmie promieniowania uzyskanym podczas analizy XRD, natomiast nie stwierdzono występowania zauważalnych pików pochodzących od tlenku ceru CeO₂.

Oceniając wyniki tej serii badań Autor stwierdza, że mimo wyżarzania kompozytów w temperaturze 500°C przez 168 godzin nie nastąpiło całkowite zastąpienie cząstek tlenku ceru CeO₂ wydzieleniami Al₄Ce. Stąd pojawiło się kolejne pytanie badawcze, przy jakiej możliwie najniższej temperaturze wystąpi całkowite zakończenie reakcji cząstek tlenku ceru z osnową aluminiową? To skłoniło Autora do podniesienia temperatury wyżarzania do poziomu 550°C, przy zachowaniu czasu wyżarzania 168 godzin.

Wyżarzanie kompozytu Al-CeO₂ w temperaturze 550°C przez 168 godzin, jak wykazano w badaniach przy użyciu SEM doprowadziło do znacznego wzrostu cząstek umacniających zawierających cer, a przy większych powiększeniach obserwowano występowanie porowatości, której wcześniej nie obserwowano. Dalsze obserwacje prowadzone na cienkich foliach a liniowa analiza składu chemicznego potwierdziła, że

obserwowane cząstki za pomocą SEM/STEM zawierają aluminium i cer. Dyfrakcja z wydzieli (TEM/SAD) wykazała, że są to wydzielena fazy międzymetalicznej $Al_{11}Ce_3$ (struktura rombową), która nie była wcześniej obserwowana w tym kompozycie. Oprócz względnie dużych wydzieli fazy międzymetalicznej zauważalne było występowanie drobnych igieł prawdopodobnie tlenku aluminium. Małe rozmiary tych wydzieli nie pozwalały Autorowi na otrzymanie czytelny obrazu dyfrakcyjny potwierdzający obecność oczekiwanej struktury Al_2O_3 .

Podobne badania wykonane zostały na drugim kompozycie $Al(Mg)-CeO_2$ gdzie potwierdzona została obecność fazy Al_4Ce oraz uwidocznione występowania tlenków aluminium-magnezowych o nanometrycznych wymiarach i równoosiowym kształcie, dla których ze względu na małe rozmiary nie było możliwe jednoznaczne określenie typu struktury metodą dyfrakcji SAD.

Brak jednoznacznej odpowiedzi na postawione pytanie badawcze skłoniło Autora do wyżarzania obu kompozytów w temperaturze $600^{\circ}C$ przez 2 godziny. W tej serii badań stwierdzono występowanie oprócz drobnych wydzieli także względnie dużych wydzieli zawierających aluminium i cer, zarówno w próbkach kompozytu $Al-CeO_2$, jak i $Al(Mg)-CeO_2$. W oparciu o rentgenowską analizę fazową (XRD) w kompozycie $Al-CeO_2$ stwierdzono obecność faz Al_4Ce oraz $Al_{11}Ce_3$, których nie obserwowano w próbkach po wyciskaniu, a w kompozycie $Al(Mg)-CeO_2$ stwierdzono obecność faz Al_4Ce i $Al_{11}Ce_3$ oraz występowanie dodatkowych pików charakterystycznych dla tlenku typu spinel $MgAl_2O_4$.

Uzupełniające informacje o morfologii kompozytów uzyskał Autor na materiale stabilnym termodynamicznie przez przetopienie (temperatura $700^{\circ}C$), co miało miejsce podczas analizy termicznej wykonanej w oparciu o skaningową kalorymetrię różnicową (DSC). Na odpowiednio przygotowanych zglądach kompozytu $Al-CeO_2$ stwierdzono występowanie dużych wydzieli fazy Al_4Ce oraz obecność drobnych igiełek tlenku aluminium Al_2O_3 . Natomiast w kompozycie $Al(Mg)-CeO_2$ zaobserwowano występowanie trzech charakterystycznych obszarów, które zidentyfikowane zostały jako osnowa aluminium, osnowa aluminium-magnez a w niej tlenki magnezowo-aluminiowe, które były także obecne w obszarze występowania fazy Al_4Ce . W kompozytach po przetopieniu pojawiła się znaczna porowatość.

Dodatkowych informacji o właściwościach kompozytów $Al-CeO_2$ i $Al(Mg)-CeO_2$ poszukiwał Autor w badaniu zależności maksymalnego naprężenia rzeczywistego od temperatury odkształcania ($20^{\circ}C$, $100^{\circ}C$, $150^{\circ}C$, $200^{\circ}C$, $250^{\circ}C$, $300^{\circ}C$, $350^{\circ}C$, $400^{\circ}C$, $450^{\circ}C$, $500^{\circ}C$ i $550^{\circ}C$) w próbie ściskania ze stałą prędkością odkształcania $5 \cdot 10^{-3} \cdot s^{-1}$, ograniczając zakres odkształceń do $\varepsilon_i \leq 0,4$. Wyniki tych badań porównano z wykonanymi wcześniej badaniami na kompozytach $Al-Nb_2O_5$, $Al(Mg)-Nb_2O_5$ oraz $Al(Mg)-SiO_2$ wskazując na nieco wyższe własności kompozytów $Al-CeO_2$ i $Al(Mg)-CeO_2$.

Próbie ściskania wykorzystał Autor do wyznaczania czułości na prędkość odkształcania kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂ na podstawie skokowej zmiany prędkości odkształcania z $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ do $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Wyniki badań zilustrowano graficznie obrazując zmiany czułości na prędkość odkształcania w zależności od temperatury i wielkości odkształcenia rzeczywistego. Z badań tych wynika jak słusznie konkluduje Autor, że wartość odkształcenia, przy którym wykonywano skok prędkościowy, praktycznie nie ma znaczącego wpływu na wartość parametru „m” opisującego czułość na prędkość odkształcania.

Ostatnią serię badań strukturalnych z użyciem mikroskopii elektronowej (TEM, STEM, EDS) wykonał Autor dla wybranej temperatury odkształcania 500°C w celu sprawdzenia wpływu odkształcenia i efektów ewentualnej reakcji chemicznej między osnową a cząstkami CeO₂ na strukturę kompozytów. Dla kompozytu Al-CeO₂ stwierdzona została obecność tlenku ceru CeO₂, natomiast nie stwierdzono występowania wydzieleni fazy międzymetalicznej aluminiowo-cerowej. W próbkach kompozytu Al(Mg)-CeO₂ odkształcanych w temperaturze 500°C stwierdzono występowanie zaawansowanego procesu reakcji chemicznych pomiędzy cząstkami umacniającymi a osnową. W strukturze kompozytu obserwowano nie tylko cząstki tlenku ceru, ale także wydzielania bogate w cer (Ce₄Al).

Bardzo szeroki zakres pracy pozwolił Doktorantowi na zaprezentowanie swojego bogatego „warsztatu naukowego”, wiedzy i doświadczenia w prowadzeniu badań eksperymentalnych. Realizacja podjętej tematyki wymagała także użycia odpowiednich metod i nowoczesnych urządzeń badawczych.

Godny podkreślenia jest fakt krytycznego podejścia Autora zarówno do doniesień literaturowych jak też do wyników własnych prac. O dojrzałości badawczej świadczyć może świadomość pewnych ograniczeń i utrudnień związanych z osiągnięciem odpowiedzi na pojawiające się pytania badawcze.

Konsekwentna realizacja przyjętego zakresu badań dokumentuje wiarygodność otrzymanych rezultatów. Autor wykazał się nie tylko wiedzą teoretyczną, umiejętnym posługiwaniem się subtelnym warsztatem naukowym, ale także doświadczeniem praktycznym i szczególną wytrwałością. Potwierdzają to osiągnięte wyniki badań.

Autor wniósł dużo swojej inwencji i własnych pomysłów zmierzających do osiągnięcia zamierzonych celów. Opracowane zagadnienia zawierają w sobie zarówno aspekty poznawcze jak też użytkowe a nawet dydaktyczne.

Osobiste odniesienie do otrzymanych wyników badań zawarł Autor w rozdziale zatytułowanym „Analiza”, w którym wykazał dużą dozę obiektywizmu i rzetelności naukowej. Szczęólnego podkreślenia wymaga sprawne posługiwanie się subtelnym warsztatem naukowym oraz umiejętna interpretacja wyników badań, których rzetelność potwierdzana była innymi, adekwatnymi metodami badawczymi oraz szczegółowymi obliczeniami.

Umiejętnie potrafi korzystać z dorobku naukowego własnego i międzynarodowego środowiska naukowego. Dokonany przegląd literatury oraz dyskusja wyników badań w powiązaniu z umiejętnym i krytycznym spojrzeniem na własne rezultaty świadczy doskonałym rozeznaniu podjętej problematyki badawczej. W przekonującej formie zostały zaprezentowane wnioski dokumentujące podjęty temat i cel pracy.

Mimo tych niekwestionowanych zalet niestety, Autor nie uniknął błędów merytorycznych, dla przykładu na str. 108, (3 wiersz od góry) pojawiło się stwierdzenie, cyt. „Dla kompozytu Al-CeO₂ maksymalną ilość cząstek obserwuje się w zakresie wielkości 0,35 – 0,4 μm a w kompozycie Al(Mg)-CeO₂ w zakresie wielkości 0,45 – 0,5 μm ”. Nie potwierdzają tego wyniki badań i dane zamieszczone na rys. 18 i 19 oraz 25 i 26. Nieuporządkowane też zostały jednostki SI, a nawet w kilku przypadkach jest ich brak. Pojawiają się też pewne niezgrabności językowe oraz uchybienia stylistyczne, co można powiązać z niewystarczającą korektą końcową dysertacji.

3. Wniosek końcowy

Wielka determinacja, z jaką Autor starał się rozwiązać problem naukowy oraz praca włożona w przygotowanie dysertacji doktorskiej oraz 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 i wnioskuję o dopuszczenie Pana mgr inż. Tomasza Skrzekuta do publicznej obrony przedstawionej pracy przed Radą Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo – Hutniczej w Krakowie

Zajmiew Rokauski