

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Aleksandry Miazgi,
pt. „Mikrostruktura i wybrane właściwości kompozytów $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}$ ”

Kompozyty ceramiczno-metalowe, w tym kompozyty oparte o układ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}$, ze względu na swoje unikatowe właściwości znajdują coraz szersze zastosowanie w nowoczesnych gałęziach przemysłu i to zarówno jako materiały konstrukcyjne, jak i funkcjonalne. Stosowane techniki ich wytwarzania, począwszy od preparatyki materiałów wyjściowych, różnych sposobów wstępnego zagęszczania i spiekania (osiowe, izostatyczne lub np. wspomagane ultradźwiękami) dobierane są w zależności od składu chemicznego, postaci i udziału materiału osnowy i wzmocnienia, po analizie warunków termodynamicznych procesu. Dodatkowo, gdy zachodzi konieczność wyprodukowania elementu o większych wymiarach lub bardziej skomplikowanym kształcie, bez dodatkowej obróbki mechanicznej, wybór konkretnej techniki jest jeszcze trudniejszy. Jednym z możliwych sposobów rozwiązania tego problemu jest opracowanie technologii opartej o technikę odlewania żelowego, dedykowanej konkretnemu systemowi materiałowemu.

Właśnie temu zagadnieniu poświęcona jest przedstawiona do recenzji praca doktorska, której celem było zastosowanie techniki odlewania żelowego do formowania kompozytów $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}$, zawierających różne (0,5, 1, 3, 5, 10%obj.) ilości fazy ceramicznej i w której postawiono dwie tezy:

1. Metodą odlewania żelowego możliwe jest wytworzenie kompozytów o osnowie Al_2O_3 z jednorodnym rozmieszczeniem cząstek niklu,
2. Budowa fazowa kompozytów $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}$ kształtuje mikrostrukturę i właściwości tych materiałów; w szczególności obecność fazy spinelowej NiAl_2O_4 .

Proporcje przyjęte w rozprawie są prawidłowe. Początek pracy to wprowadzenie, w którym autorka zawarła uzasadnienie podjęcia tematu.

Rozdział pierwszy (27 stron) zawiera informacje literaturowe dotyczące: mikrostruktury kompozytów ceramika-metal, problemów w ich wytwarzaniu, metod ich formowania - w szczególności odlewania żelowego, właściwości mas lejnych, kompozytów tlenek glinu-nikiel

i fazy spinelowej glinianu niklu. Rozdział ten mówi również o zjawiskach zachodzących w układzie faza stała - faza ciekła. Podsumowanie rozdziału jest prawidłowe.

Rozdział drugi (2 strony) omawia cel pracy, jej zakres oraz postawione tezy.

Rozdział trzeci (97 stron) szczegółowo przedstawia część doświadczalną.

Podrozdział 3.1 dotyczy stosowanych w pracy technik badawczych, takich jak badania składu fazowego, mikroskopia elektronowa, badania mas lejnych (pomiar potencjału dzeta i rozmiaru cząstek, badania sedymentacji cząstek, wyznaczanie właściwości reologicznych mas lejnych), wyznaczanie właściwości kształtek w stanie surowym (gęstość i wytrzymałość) oraz wyznaczanie właściwości spieków (parametry fizyczne, twardość, odporność na kruche pękanie, wytrzymałości na zginanie, analizę stereologiczną mikrostruktury). Podrozdział 3.2 omawia metodykę badań (formowanie kształtek metodą odlewania żelowego i prasowania jednoosiowego jednostronnego). Podrozdział 3.3 zawiera wyniki badań i dyskusję wyników. W części 3.3.1 omówiono charakterystykę stosowanych proszków ceramicznych i metalicznych, w części 3.3.2 wyniki pomiarów potencjału beta, w części 3.3.3 właściwości reologiczne mas lejnych, w części 3.3.4 wpływ czasu, dodatków i odpowietrzania mas lejnych na czas indukcji procesu polimeryzacji, część 3.3.5 przedstawia wyniki badań sedymentacyjnych mas lejnych. Część 3.3.6 szczegółowo omawia rezultaty badań właściwości kształtek w stanie surowym – ich gęstości, wytrzymałości mechanicznej, mikrostruktury oraz wpływu atmosfery (powietrze, argon, atmosfera redukcyjna) procesu spiekania na mikrostrukturę spieczonych kształtek. Część 3.3.7 przedstawia właściwości kształtek po procesie spiekania. Rozdział czwarty (3 strony) to podsumowanie i wnioski końcowe. Wnioski, które podzielono na dwie grupy; pierwszą dotyczącą formowania kompozytów Al_2O_3-Ni metodą odlewania żelowego i drugą dotyczącą kształtowania struktury materiałów z systemu tlenek glinu-nikiel, są prawidłowe i mogą być bardzo pomocne przy opracowywaniu konkretnej technologii wyrobu. Zamieszczona na końcu pracy bibliografia liczy 173 pozycje.

Należy podkreślić, że konstrukcja pracy jest przemyślana, a kolejne etapy badań własnych autorki są wystarczająco liczne i podparte nowoczesnymi technikami charakteryzacji.

Chciałabym jednak zwrócić uwagę na pewne, istotne błędy i uchybienia:

- i. ilość pomiarów potencjału dzeta oraz rozmiaru cząstek (3.1.3.1) ustalono na 10, z punktu widzenia statystyki pomiarów jest to liczba zbyt niska,
- ii. próby spiekania prowadzono w temperaturze $1400^{\circ}C$ w piecu typu Carbolite 16/75/450, nie podano gdzie były prowadzone badania i czy piec był wyposażony w analizator składu atmosfery, czy - w przypadku spiekania w atmosferze argonu, stosowano

- płukanie rury pieca, co w sposób decydujący wpływa na formowanie struktury spieku (warstwy przejściowej ceramika-metal),
- iii. czas wygrzewania w temperaturze 1400°C wynosił dwie godziny - z punktu widzenia przyszłych aplikacji to czas zdecydowanie za długi i chyba nie wynikający z badań,
 - iv. niedosyt budzi zbyt mała liczba aktualnych publikacji z których tylko około 20% to publikacje wydane po 2010 roku,
 - v. najpoważniejszym jednak niedociągnięciem jest brak analizy warunków termodynamicznych procesu spiekania, przeprowadzony z uwzględnieniem rodzaju stosowanej atmosfery.

Wybrane błędy edytorskie:

- i. str. 11 wers 5 od dołu - jest: swobodne spiekanie, powinno być swobodnego spiekania,
- ii. str. 12 wers 3, 4, 5 – powtórzenie zdania,
- iii. str. 12 wers 2 punkt 1.1 – jest: spełniają stawianym im wymogom, powinno być: stawianych im wymogów,
- iv. str. 25 wers od 7 do 3 od dołu – nieprawidłowa forma odmiany wyliczanych zalet,
- v. rys. 16 str.46 – nieprawidłowy rysunek, część przestrzenna część płaska,
- vi. rys. 17 str. 47 – j.w.

W konkluzji stwierdzam jednak, że wybór tematyki pracy jest w pełni uzasadniony i na pewno ma znaczny potencjał aplikacyjny oraz, że rozprawa doktorska mgr inż. Aleksandry Miazgi, pt. „Mikrostruktura i wybrane właściwości kompozytów Al₂O₃-Ni” spełnia wymagania aktualnie obowiązującej Ustawy o Tytule Naukowym i Stopniach Naukowych, konieczne do uzyskania stopnia naukowego doktora nauk technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa i wnoszę do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie doktorantki do dalszych etapów procedury przewodu doktorskiego.

