

Chorzów, 28.07.2014

Prof. dr hab. Józef Lelątko
Uniwersytet Śląski,
Wydział Informatyki i Nauki o Materiałach,
Instytut Nauki o Materiałach,
41-500 Chorzów, 75 Pułku Piechoty 1A

Recenzja
rozprawy doktorskiej mgr Marty Gajewskiej
pt. „Characterization of Al-AlN composites produced using mechanical alloying or *in situ* method”

Tematyka badawcza recenzowanej rozprawy doktorskiej jest związana z aktualnym kierunkiem rozwoju inżynierii materiałowej w zakresie wytwarzania nowych lekkich materiałów kompozytowych dla niektórych, specyficznych zastosowań, np. w przemyśle lotniczym czy motoryzacyjnym. Ciągłe należą do nich kompozyty na osnowie stopu aluminium (AMC – aluminium matrix composite) wzmacniane cząstkami ceramicznymi. Materiały tego typu cechuje niska masa właściwa, większa wytrzymałość, sztywność, odporność zmęczeniowa, odporność na zużycie oraz zachowanie tych właściwości w zakresie wyższych temperatur niż stopy osnowy.

Praca mgr Marty Gajewskiej nakierowana jest na wytworzenie nowej grupy kompozytów Al-AlN o podwyższonych właściwościach mechanicznych w stosunku do opracowanych już kompozytów wzmacnianych np. takimi cząstkami ceramicznymi jak Al_2O_3 czy SiC.

Podejmowanie tej tematyki spełnia warunki nowatorstwa, ale też wymaga bardzo przemyślanego postawienia problemu badawczego, doboru odpowiednich technik wytwarzania, a także zaproponowania właściwych metod badawczych, które umożliwią uzyskanie wyników pozwalających na sformułowanie właściwych wniosków.

Przedstawiona praca ma w zasadzie klasyczny układ, tj. z wydzielonym wstępem, przeglądem literatury, tezą i zadaniami badawczymi, a następnie opisem części eksperymentalnej, dyskusją wyników oraz wnioskami, co zawsze nadaje takiemu opracowaniu przejrzystości i ułatwia poruszanie się w dyskutowanej tematyce. Niestety brak w niej osobnego rozdziału zawierającego stan wiedzy dotyczący materiału badań będącego przedmiotem pracy, tj. kompozytu Al-AlN. Autorka po krótkim wstępie dokonała obszernego przeglądu literaturowego dotyczącego rozwoju kompozytów na bazie stopów aluminium umacnianych cząstkami drugiej fazy. Przegląd ten zawiera treści, często podstawowe, opisujące sposoby otrzymywania (dwie techniki – mechaniczne stopowanie i *in situ*, które doktorantka stosowała przy wytworzeniu materiału badań), właściwości mechaniczne oraz wybrane fazy umacniające materiały kompozytowe na osnowie stopów aluminium. Wiedza dotycząca bezpośrednio kompozytów umacnianych cząstkami AlN zawarta jest jedynie w dwóch podrozdziałach (1.1.2.1 i 1.3.1.), a podsumowanie tej części pracy jest bardzo ogólne.

Analiza literaturowa pozwoliła Autorce sformułować następującą tezę pracy: „Kompozyty Al-AlN o poprawionych właściwościach mechanicznych mogą być wytwarzane na drodze mechanicznego stopowania proszków Al i AlN lub *in situ* w wyniku reakcji ciekłego Al ze sproszkowanym Mg_3N_2 ”.

Dla uzasadnienia tezy Doktorantka zrealizowała kompleksowy program badań mający na celu:

- systematyczne badania mikrostruktury i właściwości mechanicznych kompozytów Al-AlN wytworzonych metodą mechanicznego stopowania i prasowania na gorąco,
- sprawdzenie możliwości tworzenia cząstek AlN w osnowie aluminiowej używając jako nośnika azotu Mg_3N_2 , a następnie wytworzenie kompozytu Al-AlN

W obu przypadkach, podjęto próbę optymalizacji parametrów poszczególnych procesów pod kątem maksymalizacji właściwości mechanicznych wytworzonych materiałów.

W wyniku realizacji badań uzyskano cenne wyniki, z których najważniejsze to:

- Za pomocą tych dwóch metod można wytworzyć kompozyty Al-AlN, przy czym wytwarzane na drodze mechanicznego stopowania a następnie spiekania charakteryzują się dobrymi właściwościami mechanicznymi, szczególnie kiedy są wzmacniane cząstkami o wielkości $\sim 1\mu m$.
- Metodą *in situ* można otrzymać kompozyt Al-AlN, w którym lokalnie ilość wzmacniającej fazy może wynosić nawet 80%. Wytworzone materiały są jednak strukturalnie niejednorodne i wymagają dalszych prac.
- Zaproponowanie mechanizmu oddziaływania ciekłego aluminium z wprowadzonym do niego azotem w postaci substratu Mg_3N_2 .

Zakres badań i teza opiniowanej pracy spełniają wymagania stawiane badaniom będącymi podstawą rozpraw doktorskich. Metodyka badań nie budzi zastrzeżeń, wszystkie techniki badawcze zastosowano celowo, a uzyskane wyniki badań i przedstawione wnioski uzasadniają postawioną tezę badawczą.

Jak każda praca badawcza wnosząca nowe wartości poznawcze tak i recenzowana rozprawa doktorska nie jest wolna od nieścisłości a niektóre ze stwierdzeń wymagają uściśleń czy wyjaśnień.

- Brak w opracowaniu odniesień do własnych publikacji zawierających wyniki badań zawarte w pracy.
- Braki w dokładnej analizie fazowej w oparciu o niektóre elektronogramy kołowe i dyfraktogramy rentgenowskie. Występują niezidentyfikowane refleksy na elektronogramach kołowych na Rys.5.10. i Rys.5.11. oraz linie na dyfraktogramach zamieszczonych na Rys.5.21., szczególnie na Rys.5.26..
- Doktorantka nie podjęła się analizy efektu przesunięcia linii dyfrakcyjnych od Al w stronę wyższych kątów wraz z wydłużeniem czasu mielenia.
- Zbyt małe obrazy HRTEM i FFT na rys. 5.15. (b - g) nie pozwalają dokładnie zapoznać się z efektami na nich występującymi a opisanymi w tekście. Na obrazach FFT podawane są jedynie kierunki osi pasa bez przypisania poszczególnym refleksom odpowiednich wskaźników. Wątpliwa jest również identyfikacja spinelu $MgAl_2O_4$ w oparciu o dwa refleksy na obrazie FFT.

- Brak analizy rozkładu wielkości cząstek proszków użytych do syntezy mechanicznej. Charakterystyka tych proszków w postaci: $<40\mu\text{m}$, $\sim 1\mu\text{m}$ i $<1\mu\text{m}$, nie pokrywa się z wynikami zamieszczonymi na rys.4.1b. gdzie niektóre cząstki posiadają rozmiar kilku mikrometrów.

W rozprawie występuje również szereg błędów edytorskich (np.: używanie przemiennie opisu badanych kompozytów jako Al-AlN lub Al/AlN, brak numeracji rysunku 5.5 (str. 44)) czy nieścisłości terminologicznych typu: mechaniczne polerowanie do wysokiej gładkości.

Opinia końcowa

Chcę zaznaczyć, że powyższe uwagi mają w dużej mierze charakter dyskusyjny i nie wpływają na moją pozytywną ocenę wartości merytorycznej pracy, ogólnej prawidłowości badań i zastosowanych technik badawczych. Należy je traktować, jako sugestie, których uwzględnienie może być pomocne Doktorantce w dalszej pracy naukowej. W podsumowaniu mojej oceny stwierdzam, że mgr Marta Gajewska otrzymała w swojej pracy oryginalne wyniki badań, dowiodła umiejętności przeprowadzenia i stosowania różnych technik badawczych, wykazała się umiejętnością planowania eksperymentu oraz analizą uzyskanych wyników. Uważam, że recenzowana rozprawa zawiera szereg wartościowych i oryginalnych rezultatów, które stanowiły bądź mogą stanowić podstawę publikacji w dobrych czasopismach naukowych. Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że Doktorantce udało się wytworzyć metodą *in situ* kompozyt Al-AlN na drodze oddziaływania ciekłego aluminium z wprowadzonym do niego azotem w postaci substratu Mg_3N_2 . Stanowi to niewątpliwie element nowości tej pracy.

Stwierdzam, że recenzowana praca mgr Marty Gajewskiej spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim, określone ustawą o stopniach i tytułach naukowych i kieruję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie wniosek o jej dopuszczenie do publicznej obrony.

