

dr hab. inż. Piotr Klimczyk  
Sieć Badawcza Łukasiewicz – Krakowski Instytut Technologiczny

Kraków, 2024-12-13

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pani mgr. inż. Marii Wiśniewskiej,

pt.: „*Opracowanie technologii wytwarzania metodą FAST/SPS kompozytów  $ZrO_2$ -CNTs przeznaczonych na osłony termiczne*”,

opracowana na zlecenie

Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Poznańskiej

(pismo nr DF-63/102/2024 Przewodniczącego Rady, Dziekana Wydziału Inżynierii

Materiałowej i Fizyki Technicznej, prof. dr hab. Mirosława Szybowicza)

### **1. Tematyka rozprawy oraz ocena istotności podjętego problemu naukowego**

Mgr inż. Maria Wiśniewska w swojej rozprawie doktorskiej przedstawia badania nad opracowaniem podstaw technologii otrzymywania spieków dwutlenku cyrkonu z dodatkiem wielościennych nanorurek węglowych, MWCNT (ang. Multi-Walled Carbon Nanotubes) z wykorzystaniem spiekania metodą SPS (ang. Spark Plasma Sintering). Otrzymywany z zastosowaniem powyższej technologii materiał kompozytowy zdaniem Autorki ma potencjalnie zastosowanie na osłony termiczne w statkach kosmicznych, narażonych na ekstremalne oddziaływania z cząsteczkami powietrza podczas przechodzenia przez atmosferę ziemską, szczególnie podczas powrotu statku na Ziemię.

Rozwój przemysłu kosmicznego w ostatnich latach znacząco przyspieszył, co wiąże się z rosnącym zapotrzebowaniem na nowe materiały, zdolne do funkcjonowania w warunkach skrajnie wysokich obciążeń cieplnych i mechanicznych, a jednocześnie charakteryzujące się relatywnie niską gęstością. Wymogi takie spełniają niektóre z materiałów ceramicznych należących do tzw. grupy UHTC (ang. Ultra-High Temperature Ceramics), o najwyższej temperaturze topnienia  $>3000$  °C. Są to głównie borki i węgliki i metali przejściowych, takie jak np. NbC, ZrC, TiC, ZrB<sub>2</sub> czy TiB<sub>2</sub>. Materiały UHTC mimo swoich zalet, mają pewne ograniczenia, takie jak kruchość, trudności w formowaniu oraz niską odporność na



utlenianie, która jest kluczowa w przypadku zastosowań na osłony termiczne. Obecnie prowadzone są więc intensywne badania nad opracowaniem kompozytów pozbawionych wyżej wspomnianych wad.

Dwutlenek cyrkonu, ze względu na korzystny zestaw swoich właściwości, wydaje się być obiecującym składnikiem takich kompozytów. Materiał ten jest powszechnie stosowany w wielu gałęziach przemysłu, między innymi jako składnik tzw. ceramiki zaawansowanej na narzędzia skrawające, jako elektrolit stały w ogniwach paliwowych i różnego rodzaju czujnikach (np. sonda lambda) oraz w medycynie na elementy implantów. Powszechność i popularność stosowania ceramiki na bazie tego związku chemicznego wynika przede wszystkim z dostępności surowca, dopracowanych technik jego przetwarzania oraz właściwości, takich jak m.in.: relatywnie duża wytrzymałość mechaniczna odporność na ścieranie i na kruche pękanie (umocnienie przez przemianę fazową), przewodnictwo jonowe w podwyższonych temperaturach, odporność chemiczna czy biogodność.

Połączenie  $ZrO_2$  z nanorurkami dla stworzenia kompozytu o dobrej spiekalności i optymalnych właściwościach eksploatacyjnych w warunkach ekstremalnych wymaga jednak przeprowadzenia systematycznych badań oraz rozwiązania wielu istotnych problemów technologicznych.

W tym kontekście wybór tematyki pracy doktorskiej Pani mgr. inż. Marii Wiśniewskiej, jest w pełni uzasadniony a przedłożona do recenzji rozprawa doktorska doskonale wpisuje się w aktualne obszary badań w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych. Przedstawiony przez Doktorantkę cykl prac prezentuje kompleksowe badania, które pozwalają na lepsze zrozumienie złożonych zależności pomiędzy: właściwościami proszków wejściowych do otrzymywania kompozytów typu  $ZrO_2$ -CNTs, składem jakościowym i ilościowym mieszanek, sposobem ich ujednorodniania, parametrami spiekania SPS oraz mikrostrukturą, składem fazowym i właściwościami otrzymanych spieków, a szczególnie właściwościami cieplnymi, najbardziej istotnymi dla proponowanych zastosowań tych tworzyw. Dlatego też można stwierdzić, że tematyka podjęta przez Doktorantkę jest interesująca i istotna nie tylko pod względem naukowym, ale przede wszystkim aspekcie aplikacyjnym, zgodnie z założeniami programu Doktorat wdrożeniowy.

## 2. Zawartość rozprawy i jej charakterystyka

Przedstawiona do recenzji rozprawa przedstawia prace wydane w **cyklu trzech publikacji** Doktorantki na temat otrzymywania i badań kompozytów ceramicznych o osnowie  $ZrO_2$  zawierających w swoim składzie nanorurki węglowe.

Pierwsza z publikacji dotyczy badań wpływu udziału MWCNT w kompozycie o osnowie jednoskośnego dwutlenku cyrkonu ( $m-ZrO_2$ ) na właściwości elektryczne i cieplne tego kompozytu. Druga praca przedstawia opracowanie podstaw technologii wytwarzania



demonstratora osłony cieplnej – elementu o średnicy 75 mm o zakrzywionych powierzchniach czołowych, z kompozytu o osnowie częściowo stabilizowanego dwutlenku cyrkonu (3YSZ) z dodatkiem 10% obj. MWCNT, otrzymywanego metodą SPS. Trzecia, zamykająca cykl publikacja, dotyczy wytworzenia i badań powłoki ceramicznej z całkowicie stabilizowanego dwutlenku cyrkonu (8YSZ) mającej zabezpieczać kompozyt 3YSZ-10MWCNT przed utlenianiem w warunkach ekstremalnych.

Wszystkie trzy publikacje zostały wydane w okresie ostatnich dwóch lat (2023 – 2024), w czasopismach o zasięgu międzynarodowym, indeksowanych przez najważniejsze bazy danych publikacji naukowych jak *Scopus* czy *Journal Citation Reports*. Według wykazu MNiSW punktacja tych czasopism wynosi od 100 pkt. dla *Ceramics International* i *Coatings* do 140 pkt. dla *Journal of the European Ceramic Society*. Doktorantka jest pierwszym autorem wszystkich trzech publikacji. Należy tutaj zaznaczyć, że wymienione czasopisma są bardzo popularne w środowisku badaczy zajmujących się tzw. ceramiką zaawansowaną a publikowanie w nich gwarantuje dotarcie do międzynarodowego grona wybitnych ekspertów w tej dziedzinie.

Opracowanie na pierwszych stronach zawiera *Wykaz dorobku naukowego* Doktorantki, *Streszczenia* w języku angielskim i polskim oraz krótki *Wstęp* po czym następują dwa główne rozdziały zatytułowane: *Opracowanie technologii wytwarzania kompozytów* i *Wyniki badań*. Rozdziały te porządkują pracę ze względu na zagadnienia inżyniersko-technologiczne i naukowo-badawcze. Podział taki umożliwił uporządkowanie rozprawy pod względem treści ale należy pamiętać, że oba typy zagadnień przeplatały się zapewne nierozdzielnie podczas realizacji doktoratu i podział chronologiczny pracy byłby zupełnie inny. Na końcu rozprawy znajdziemy *Podsumowanie*, *Bibliografię*, *Wykaz prac* wchodzących w skład rozprawy doktorskiej oraz *Oświadczenia współautorów* o ich udziale w prezentowanych publikacjach.

**Ze streszczenia** dowiadujemy się o podstawowych założeniach pracy oraz o wyzwaniach technologicznych stojących przed Doktorantką, między innymi związanych z opracowaniem osłony w formie monolitycznej z innowacyjnego kompozytu  $ZrO_2$ -CNTs, z zaznaczeniem, że dotychczas stosowane są jedynie osłony modułowe, składające się z dużej liczby niewielkich płytek wykonywanych głównie z  $Al_2O_3$ . Dowiadujemy się także o współpracy Doktorantki z niemiecką firmą Azimut Space w zakresie projektowania osłony. Ponadto poznajemy podstawowe zalety i ograniczenia metody SPS, zaproponowanej do wytworzenia demonstratora – wycinka osłony termicznej o średnicy 75 mm i zakrzywionych powierzchniach czołowych, przy czym cała hipotetyczna osłona wg przedstawionego projektu swoimi wymiarami gabarytowymi sięga jednego metra. Zdaniem recenzenta stwierdzenie, że *Opracowana technologia pozwala na wytworzenie monolitycznej osłony termicznej, co jest osiągnięciem na skalę światową* jest trochę na wyrost.

**Rozdział poświęcony opracowaniu technologii wytwarzania** kompozytów przedstawia kolejne etapy przeprowadzonych prac i rozwiązanych zagadnień inżynierskich. Obejmuje to: opracowanie składu kompozytu, dobór metody homogenizacji mieszanek, optymalizację



procesu spiekania SPS oraz testy pierwszej serii spieków o średnicy 50 mm w warunkach symulujących te występujące podczas wejścia w atmosferę ziemską statku kosmicznego.

Badania na doborze składu kompozytu dotyczyły trzech rodzajów proszków tlenku cyrkonu (m-ZrO<sub>2</sub>, 3YSZ, 8YSZ) z dodatkiem wielościennych nanorurek węglowych (MWCNTs). Badano także wpływ dodatku proszku Ta. Nanorurki miały wymiary 9,5 nm x 1,5 μm natomiast pozostałe proszki miały wielkości cząstek rzędu kilkudziesięciu nanometrów. Większość próbek ZrO<sub>2</sub>-MWCNTs była popękana po spiekaniu a dodatek tantalu nie rozwiązał problemu pęknięcia. Jedynie kompozyt 3YSZ-10%MWCNT nie wykazywał pęknięć a ponadto charakteryzował się największą gęstością i twardością. Dlatego też został on wybrany jako najlepszy materiał do dalszych badań.

Próby ujednorodniania mieszaniny proszkowej dwutlenku cyrkonu i nanorurek węglowych przeprowadzono z użyciem: mieszalnika Turbula, młynka planetarnego oraz dezintegratora ultradźwiękowego. Wyniki badań mikrostruktury spieków otrzymanych z mieszanek ujednorodnianych wymienionymi metodami jednoznacznie wskazały, że najlepszą metodą do przygotowania jednorodnej mieszaniny jest metoda ultradźwiękowa.

Równoległe z procesem doboru składu mieszaniny jak i metody jej skutecznego ujednorodniania optymalizowano parametry procesu SPS: ciśnienie prasowania, szybkość nagrzewania, temperaturę i czas spiekania. Opracowano oryginalne programy zapewniające najlepsze własnościowi materiału 3YSZ-10%MWCNT.

Opisano również prace nad konstrukcją matrycy, zapewniającą wymagany wkłęsłowy kształt próbki, odwzorowującej fragment osłony oraz zrelacjonowano rozwiązanie problemu optymalizacji parametrów sterowania PID urządzenia SPS dla większych średnic próbek dla zapewnienia równomiernego grzania.

Finalnie, według opracowanej technologii spieczono serię próbek o średnicy 50 mm celem przesterowania ich w tunelu aerodynamicznym, w warunkach obciążenia strumieniem cieplnym 200 kW/m<sup>2</sup> w czasie 240 s. Testy zakończyły się niepowodzeniem, tzn. doszło do utlenienia (spalenia) nanorurek i szybkiej degradacji kompozytu.

W celu poprawy odporności spieków na utlenianie nałożono na powierzchnię próbek powłokę ochronną ze stabilizowanego dwutlenku cyrkonu (8YSZ), wykorzystując opracowaną w Łukasiewicz – PIT techniką natryskiwania na zimno aerozolu (ACS – Aerosol Cold Spray) a następnie wygrzewanie w temperaturach 1000 – 1200°C w celu konsolidacji powłoki.

Ze względu na brak możliwości ponownego przeprowadzenia testów w tunelu aerodynamicznym próbki poddano działaniu płomienia laboratoryjnego palnika butanowo-powietrznego przez 15 min. W wyniku działania płomienia, w końcowej fazie testu doszło do uszkodzenia powłoki, jednak nie zaobserwowano utlenienia się nanorurek w próbce pod powłoką.

**Rozdział zawierający wyniki badań** podzielony jest na podrozdziały wg metod badawczych i opisuje kolejno: modelowanie rozkładu temperatury w matrycy i spiekonym elemencie podczas procesu SPS, mikrostrukturę, gęstość, przewodność elektryczną,



właściwości cieplne, skład fazowy spieków, charakterystykę otrzymanego demonstratora oraz właściwości powłoki naniesionej w końcowej fazie na próbki demonstracyjne.

Modelowanie MES zostało przeprowadzone w celu doboru odpowiedniej izolacji termicznej matrycy grafitowej do spiekania. W najbardziej korzystnym wariancie osiągnięty rozkład temperatury był bardzo jednorodny a maksymalna różnica temperatur w spiekanej próbce wynosiła 17°C, co jest bardzo dobrym wynikiem. Zdaniem recenzenta, część pracy dotycząca modelowania powinna się znajdować w rozdziale poświęconym opracowaniu technologii, poprzedzając opis optymalizacji procesu SPS.

W podrozdziale zatytułowanym *Mikrostruktura* zamieszczono zdjęcia SEM proszków wyjściowych oraz spieków ZrO<sub>2</sub>-CNTs. Te ostatnie ujawniają lokalne aglomeraty nanorurek pomiędzy ziarnami ZrO<sub>2</sub>, jak również aglomeraty samego materiału osnowy.

Następnie zaprezentowano tabelę z wynikami pomiarów gęstości, z której wynika, że jedynie kompozyt 3YSZ-10MWCNT ma sięgająca 97% gęstości teoretycznej, natomiast pozostałe kompozyty mają gęstość na poziomie 80%. Autorka tłumaczy taki stan rzeczy optymalizacją parametrów spiekania SPS, szczególnie zwiększeniem ciśnienia do 60MPa, jedynie dla tworzywa 3YSZ-10MWCNT. Kompozyty o innych składach były spiekane wcześniej, przy ciśnieniu zaledwie 30 MPa.

W kolejnym podrozdziale przedstawiono wyniki pomiarów przewodności elektrycznej kompozytów w funkcji zawartości CNT w postaci wykresu. Dla tego typu materiałów obserwuje się skokowy wzrost przewodności o kilka rzędów wielkości w okolicy punktu perkolacji. Jednak przedstawiony wykres z uwagi na zastosowanie skali liniowej jest nieprecyzyjny i pozwala jedynie na bardzo zgrubne odczyty wartości. Dokładniejszy wykres w skali logarytmicznej znajdziemy w pierwszej publikacji z Cyklu Doktorantki, *Influence of carbon nanotubes on thermal and electrical conductivity of zirconia-based composite*. Generalne wnioski z przeprowadzonych pomiarów są takie, że najwyższą przewodnością, znacznie przewyższającą przewodności pozostałych badanych materiałów, charakteryzuje się kompozyt z 20 %-owym udziałem CNT. Przewodność kompozytu 3YSZ-10MWCNT jest zaś wystarczająca dla realizacji równomiernego grzania próbek w procesie SPS poprzez przepływ prądu przez całą objętość spiekane materiału, a nie tylko przez matrycę grafitową.

Przewodność cieplna kompozytów maleje wraz ze wzrostem temperatury. Zawartość CNT nie ma jednoznacznego wpływu na właściwości cieplne tych tworzyw (nie zaobserwowano tutaj jednoznacznej zależności). Można jedynie zauważyć, że dla kompozytu zawierającego 20 % CNT przewodność cieplna jest wyraźnie mniejsza niż dla pozostałych kompozytów.

Skład fazowy spieków to głównie t-ZrO<sub>2</sub> z niewielkim udziałem fazy jednoskośnej. Badania potwierdziły, że MWCNT przyczyniają się do stabilizacji fazy t-ZrO<sub>2</sub>.

Celem zweryfikowania jednorodności spieków o zwiększonej średnicy  $\phi$  75 mm, z demonstratora wycięto wzdłuż średnicy 8 próbek o wymiarach ok. 9x10 mm, które następnie poddano kompleksowym badaniom. Wszystkie próbki miały podobne właściwości fizyko-



mechaniczne oraz skład fazowy, co potwierdza skuteczność opracowanej technologii w zakresie rozkładu temperatury i ciśnienia podczas spiekania.

Rozdział poświęcony badaniom kończy się przedstawieniem charakterystyk powłoki ochronnej z 8YSZ bezpośrednio po osadzeniu oraz po procesie wygrzewania w temperaturze 1200 °C. Wygrzewanie przyniosło oczekiwany efekt w postaci radykalnego zwiększenia właściwości mechanicznych powłoki. Twardość HV wzrosła 8x a moduł Younga 6x w porównaniu z odpowiednimi wartościami zmierzonymi dla powłoki bezpośrednio po osadzeniu.

### 3. Uwagi i pytania recenzenta

Recenzowana praca posiada niewątpliwie istotne walory poznawcze i stanowi wartościowy wkład Pani mgr. inż. Marii Wiśniewskiej w rozwój wiedzy i technologii dotyczącej otrzymywania kompozytów o osnowie dwutlenku cyrkonu z dodatkiem nanorurek węglowych. Rozprawa nie jest jednak pozbawiona błędów i uchybień, a jej lektura wzbudza pewne wątpliwości, z których najważniejsze recenzent zestawiał poniżej.

#### 3.1. Układ pracy

1. *Testy w tunelu aerodynamicznym* (str. 28-31). Wyniki testów próbek niepowlekanych, przeprowadzonych w tunelu aerodynamicznym oraz wyniki testów próbek z powłoką, przeprowadzonych z użyciem palnika laboratoryjnego zaprezentowano w rozdziale *Opracowanie technologii...*, natomiast wszystkie pozostałe wyniki, łącznie z wynikami modelowa, w rozdziale *Wyniki badań*. Skoro przyjęto konwencję podziału pracy na *Opracowanie technologii* i *Wyniki badań*, to wszystkie wyniki dotyczące właściwości materiałów powinny się znaleźć w tym drugim rozdziale. Ewentualnie można było również przyjąć podział bardziej chronologiczny, gdzie zagadnienia związane z opracowaniem technologii oraz badaniami spieków przedstawione są tak, jak po sobie następowały. Obecny podział nie jest do końca niekonsekwentny w wprowadza pewne trudności z właściwym zrozumieniem etapów prac.
2. *Modelowanie* (str. 32). Modelowanie powinno być umieszczone raczej w rozdziale poświęconym opracowaniu technologii SPS otrzymywania jednorodnych kompozytów bo temu ono służyło, a nie w rozdziale *Wyniki badań*. Również kolejność przedstawionych wyników mogłaby być nieco inna, np. mikrostruktura i skład fazowy przedstawiane są zazwyczaj obok siebie, co tworzy logiczny ciąg badań.



### 3.2. Uwagi merytoryczne

1. Skład kompozytu (str. 21-22). Doktorantka pisze, że *W przypadku próbek na bazie 8YSZ obserwowane zachowanie było podobne do tych wytworzonych z m-ZrO<sub>2</sub>...*, a większość próbek po procesie spiekania była pęknięta. Proszę spróbować wyjaśnić dlaczego kompozyty o osnowie niestabilizowanego m-ZrO<sub>2</sub> oraz w pełni stabilizowanego 8YSZ zachowywały się podobnie, tzn. pękały, a kompozyt o osnowie częściowo stabilizowanego 3YSZ, nie wykazywał pęknięć, a ponadto charakteryzował się największą gęstością względną i twardością? Czy podjęto próbę wyjaśnienia przyczyn takiego stanu rzeczy?
2. Spiekanie FAST/SPS (str. 25, tabela 1). Dla jakiej średnicy spieku przeprowadzano optymalizację parametrów spiekania, tzn., czy wartości parametrów prezentowane w tabeli 1 uzyskano na podstawie badań procesów SPS próbek  $\phi$  20 mm czy  $\phi$  75 mm? Z doświadczenia recenzenta optymalizacja procesu spiekania dla małych i dużych średnic przebiega nieco inaczej. W oparciu o małe próbki można zoptymalizować temperaturę spiekania, która jest niezależna od średnicy spieku. Czas spiekania musi być optymalizowany osobno dla małych i dużych próbek gdyż dla tych drugich czasy są dłuższe i trudno je oszacować spiekając małe próbki.
3. Powłoka (str. 29). W celu poprawy odporności spieków na utlenianie nałożono na powierzchnię próbek powłokę ochronną ze stabilizowanego dwutlenku cyrkonu (8YSZ). Materiał 8YSZ wybrano ze względu na *zbliżone właściwości do 3YSZ* – jak tłumaczy Autorka rozprawy. Dlaczego nie użyto proszku 3YSZ? Przecież ten miałby identyczne właściwości.
4. Testy płomieniowe (str. 30). Jaka była temperatura płomienia z palnika butanowo-powietrznego? W przypadku testów w tunelu podano moc strumienia ciepła jakim była obciążona próbka. Czy podjęto próbę policzenia mocy strumienia cieplnego w przypadku testów z użyciem palnika? Jak przeprowadzone testy palnikiem mają się do wcześniejszych testów w tunelu aerodynamicznym?
5. *Właściwości termiczne* (str. 35-36). Dlaczego nie ma jednoznacznej zależności pomiędzy zawartością CNT a dyfuzyjnością cieplną a zarazem i przewodnością cieplną (wyniki dla poszczególnych składów układają się chaotycznie), pomimo że ciepło właściwe wykazuje uporządkowaną zależność?
6. W *Podsumowaniu* (str. 43) pada stwierdzenie, że *...opracowana technologia na dziś umożliwia wytworzenie jedynie demonstratora osłony termicznej*. Wydaje się, że „demonstrator” to element (lub jego fragment), który przeszedł przynajmniej próby w warunkach zbliżonych do rzeczywistych. W przypadku przedstawionych wyników testów płomieniowych powstaje wątpliwość czy warunki były rzeczywiście zbliżone do tych panujących podczas wejścia statku z dużą prędkością (rzędu kilku tysięcy m/s.) w



atmosferę ziemską? Również stwierdzenie, że *Dzięki innowacyjności wykonanych prac pokazano, że technologia FAST/SPS umożliwia wytworzenie osłony termicznej jako monolitycznego elementu*, nie jest do końca zasadne, bo możliwość wytworzenia fragmentu nie jest tożsama z możliwością wytworzenia całości, na przykład, nie wiadomo, czy taka monolityczna osłona ceramiczna wytrzymałaby naprężenia cieplne podczas studzenia po spiekaniu oraz podczas eksploatacji. Zdaniem recenzenta na podstawie przeprowadzonych badań można było napisać jedynie, że technologia SPS jest obiecująca pod tym względem.

### 3.3. Uwagi redakcyjne

1. *Streszczenie* (str. 9), *Wyniki badań* (str. 37), *Podsumowanie* (str. 42). W pracy pojawia się kilkakrotnie sformułowanie *struktura fazowa*. Powinno być raczej *skład fazowy*.
2. Rys 4 (str. 24). Brak skali. Nie wiadomo jakiej wielkości są aglomeraty CNT oraz czy spiek otrzymany z mieszanki ujednorodnianej ultradźwiękowo jest jednorodny na poziomie mikrometrowym.
3. Rys 13 (str. 33). Pod rysunkiem obrazującym mikrostruktury kompozytów m-ZrO<sub>2</sub>-20MWCNT i 3YSZ-10MWCNT brakuje informacji jaką metodę ujednorodniania zastosowano w procesie otrzymywania tych konkretnych składów. Czy taką samą? Czy jest to metoda ultradźwiękowa?
4. Rys 14 (str. 35). Przedstawiony wykres z uwagi na zastosowanie skali liniowej jest nieprecyzyjny i pozwala jedynie na bardzo zgrubne odczyty wartości.

## 4. Podsumowanie i wniosek końcowy

W opinii recenzenta rozprawa doktorska Pani mgr. inż. Marii Wiśniewskiej w postaci w cyklu trzech publikacji otworzy spójną całość, napisaną poprawnym i zrozumiałym językiem.

Realizując pracę doktorską mgr. inż. Maria Wiśniewska wykazała się dojrzałością badawczą, umiejętnością planowania eksperymentów oraz zdolnością analizy i interpretacji otrzymanych wyników.

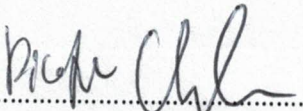
Zrealizowane badania pozwoliły na opracowanie podstaw technologii wytwarzania metodą SPS oryginalnych kompozytów o osnowie tlenku cyrkonu z udziałem nanorurek węglowych oraz na kompleksowo charakterystykę otrzymanych tworzyw.

Do najbardziej wartościowych i oryginalnych osiągnięć Autorki można zaliczyć opracowanie całego ciągu technologicznego otrzymywania kompozytów ZrO<sub>2</sub>-MWCNT, od doboru proszków i sposobu ich ujednorodniania, poprzez optymalizację technologii spiekania SPS aż do testów finalnych spieków, a w tym wymienione poniżej.



1. Opracowanie kilku wersji składu kompozytów i wytypowanie z nich najbardziej obiecującego 3YSZ–10%MWCNT, który został poddany ciągłowi zaplanowanych badań.
2. Opracowanie skutecznej metody homogenizacji mieszanek z nanorurkami.
3. Optymalizacja izolacji termicznej matrycy do spiekania SPS z zastosowaniem modelowania MES dla zapewnienia jednorodnego rozkładu temperatury w spiekany materiale.
4. Wytworzenie bardzo jednorodnych próbek kształtowych o zwiększonej średnicy.
5. Opracowanie powłoki zabezpieczającej nanorurki przed utlenianiem.

Biorąc pod uwagę innowacyjność rozprawy oraz wskazane niewielkie mankamenty, wyrażam opinię, że przedstawiona do recenzji praca doktorska w formie cyklu publikacji na temat „Opracowanie technologii wytwarzania metodą FAST/SPS kompozytów  $ZrO_2$ –CNTs przeznaczonych na osłony termiczne” jest oryginalnym osiągnięciem naukowym mgr. inż. Marii Wiśniewskiej i spełnia wszystkie warunki określone Ustawą z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (Dz.U. 2018 poz. 1668). W związku z powyższym wnoszę do Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Poznańskiej o dopuszczenie Pani mgr. inż. Marii Wiśniewskiej do jej publicznej obrony.

  
.....  
Piotr Klimczyk



