

Prof. dr hab. inż. Jerzy Smolik
Łukasiewicz – Instytut Technologii Eksploatacji
26-600 Radom, Pułaskiego 6/10

Recenzja rozprawy doktorskiej mgra inż. Tadeusza KUBASZKA
pt. „Porowatość i wydajność osadzania – kryteria doboru warunków procesu natryskiwania cieplnego warstwy ceramicznej $ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$ powłokowej bariery cieplnej elementów części gorącej silników lotniczych”

Recenzja dotyczy rozprawy doktorskiej mgra inż. Tadeusza KUBASZKA pt. „*Porowatość i wydajność osadzania – kryteria doboru warunków procesu natryskiwania cieplnego warstwy ceramicznej $ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$ powłokowej bariery cieplnej elementów części gorącej silników lotniczych*”. Podstawą formalną wykonania recenzji było pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Rzeszowskiej im. Ignacego Łukasiewicza, dra hab. inż. Macieja Motyki, prof. PRz, z dnia 18.06.2021 roku.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska w całości zagadnień koncentruje się na **problematyce inżynierii materiałowej, w obszarze inżynierii powierzchni**. Rozprawa dotyczy wykorzystania metody natryskiwania plazmowego w warunkach ciśnienia atmosferycznego (*APS – Atmospheric Plasma Spray*), do nanoszenia warstw z ceramiki cyrkonowej domieszkowanej tlenkiem itru ($ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$), jako warstwy zewnętrznej w kompozycji wielowarstwowej – NiCoCrAlY / Al_2O_3 / ($ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$), spełniającej rolę powłokowej bariery cieplnej, w aplikacjach narażonych na działanie wysokiej temperatury.

Praca doktorska mgra inż. Tadeusza KUBASZKA stanowi analizę wpływu różnych rozwiązań technicznych realizacji metody APS oraz różnych parametrów procesowych natryskiwania, zarówno na parametry jakościowe powłoki (porowatość, mikrostruktura, adhezja, przewodnictwo cieplne), jak i na parametry ekonomiczne procesu (wydajność procesu, koszt, efektywność). Analizując rozwiązania techniczne metody APS Doktorant dokonał oceny wpływu sposobu wprowadzania proszku do strefy plazmy (promieniowe, współosiowe) oraz średnicy strumienia plazmy. Natomiast w zakresie parametrów procesowych Doktorant przeprowadził analizę wpływu: granulacji proszku, natężenia prądu wyładowania plazmowego, a także składu atmosfery gazowej, ze szczególnym uwzględnieniem natężenia przepływu wodoru. **Zaproponowana formuła pracy doktorskiej stanowi bardzo interesujące, oryginalne i jednocześnie cenne opracowanie naukowe zarówno pod względem wyników badań uzyskanych w dyscyplinie inżynieria materiałowa, jak również pod względem wiedzy ekonomicznej, mającej istotne znaczenie na podejmowane decyzje w zakresie efektywności i kosztów procesów natryskiwania plazmowego w przemyśle.**

Autor rozprawy przeprowadził bardzo szeroką analizę literaturową, w tym zarówno w obszarze różnych rozwiązań technicznych procesu natryskiwania plazmowego, jak i znaczenia tego procesu w wytwarzaniu powłokowych barier cieplnych stosowanych przemysłowo. Przedstawił opis zjawisk zachodzących w strumieniu plazmy podczas procesu natryskiwania, a także ich wpływu na mikrostrukturę oraz właściwości fizyczne i chemiczne wytwarzanych powłok. Wykazał się przy tym znajomością nowoczesnych, wysoko zaawansowanych technik badawczych, a także potwierdził swoje umiejętności praktycznego ich wykorzystania do charakteryzowania właściwości materiałów, w tym warstw i powłok. Na tej podstawie sformułował tezę pracy, opracował metodykę badań i zrealizował cykl zaplanowanych prac badawczych. Potwierdził także umiejętność analizowania uzyskanych wyników i na tej podstawie przeprowadził wnikliwy proces wnioskowania.

W ocenie Recenzenta, rozprawa doktorska mgr inż. Tadeusza KUBASZKA stanowi spójne opracowanie naukowe, obejmujące wskazanie problemu naukowego (na podstawie analizy stanu wiedzy oraz własnych doświadczeń badawczych), dobór metodyki badawczej, wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych oraz prezentację uzyskanych wyników, ich dyskusję i wnioskowanie.

2. Ocena metodyczna rozprawy

Struktura rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska zawiera 136 stron, łącznie ze streszczeniem w języku polskim oraz języku angielskim, spisem treści i wykazem literatury – obejmującym 148 pozycji. Treść rozprawy została podzielona na 8 głównych rozdziałów z licznymi podrozdziałami, w następującym porządku:

1. Wprowadzenie
2. Studium literaturowe
3. Podsumowanie zagadnienia – teza i zakres pracy
4. Badania własne
5. Wyniki badań
6. Analiza wyników
7. Wnioski
8. Literatura

Tytuły rozdziałów w pełni odpowiadają ich merytorycznej zawartości. Kolejność poszczególnych rozdziałów stanowi spójne opracowanie naukowe, począwszy od zidentyfikowania problemu naukowego w ściśle określonym obszarze badawczym, poprzez dobór metodyki badawczej i wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych, aż po prezentację uzyskanych wyników, ich dyskusję i wnioskowanie.

Terminologia

Rozprawa jest napisana poprawnym językiem z użyciem poprawnej terminologii i wydana została na bardzo dobrym poziomie edytorskim. Wysoko oceniam terminologię dotyczącą problematyki inżynierii powierzchni, zarówno w zakresie charakteryzacji badanych powłok, jak również w zakresie stosowanych metod analitycznych. Świadczy to o bardzo dobrym rozeznaniu Doktoranta w obszarze objętym rozprawą, tj. inżynierii powierzchni, metod natryskiwania plazmowego, analitycznych metod badania właściwości warstw i powłok.

Styl i ortografia

Styl i ortografię recenzowanej rozprawy należy uznać za bardzo dobre. Pomimo dużej ilości wyników badań, konieczności porównywania wyników uzyskanych przy różnych parametrach procesowych, konieczności oceny wyników badań różnych właściwości fizycznych i chemicznych, pracę należy uznać za przejrzystą i zrozumiałą.

Literatura

Spis literatury obejmuje 148 pozycji krajowych i międzynarodowych, związanych z poszczególnymi zagadnieniami omawianymi w rozprawie. Spis literatury przygotowany został poprawnie, w układzie chronologicznym przywoływania poszczególnych pozycji w tekście. Autor stosuje wielokrotne przywoływanie wybranych publikacji w miarę potrzeb wynikających z zagadnień opisywanych w danym fragmencie tekstu. W ocenie Recenzenta dobór pozycji literaturowych jest właściwy, wystarczający i w pełni zgodny z aktualnym stanem wiedzy w obszarze recenzowanej rozprawy doktorskiej.

Ilustracje i tabele

Wszystkie ilustracje i tabele zamieszczone w rozprawie należy uznać za potrzebne, ułatwiające interpretację pracy oraz przygotowane starannie. W każdym przypadku wykorzystywania informacji literaturowych podpisy pod ilustracjami zawierają odnośnik wskazujący pozycję literaturową w spisie literatury, stanowiącą informację źródłową, co pozwala czytającemu rozszerzyć informacje, jak również wskazuje na dużą poprawność Autora w korzystaniu z literatury. Wszystkie rysunki i tabele są dobrze czytelne i bardzo dobrze opisane.

Nieścisłości redakcyjne i terminologiczne

Stwierdzone nieścisłości redakcyjne i terminologiczne, w tym wymienione poniżej należy uznać za drobne błędy redakcyjne:

1. str.13; w.20 „*prędkość posuwu palnika (50 ÷ 2000 m/s)*”;
Wartość posuwu palnika 2000 m/s uznać należy za zawyżoną
2. str.35; w.9-11 „*Małe rozmiary cząstek powodują ich całkowite topienie się w strumieniu plazmy, również częściowe ich przejście w stan gazowy*”;
Lepszym terminem niż „... również częściowe ich przejście w stan gazowy”, wydaje się być: również częściowe ich odparowanie.

Zdaniem Recenzenta podkreślić należy bardzo wysoki poziom edytorski Rozprawy, w tym: jakość druku, przejrzystość grafiki i tabel, spójność i powtarzalność marginesów, tabulacji, wykorzystywania nawiasów, itp., co czyni pracę bardzo przejrzystą dla czytającego. W ocenie Recenzenta świadczy to o odpowiedzialności Doktoranta za formę i jakość prezentowania wyników badań naukowych.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

Jak stwierdzono, rozprawa stanowi spójne opracowanie naukowe, obejmujące wskazanie problemu naukowego (na podstawie analizy stanu wiedzy oraz własnych doświadczeń badawczych), dobór metodyki badawczej, wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych oraz prezentację uzyskanych wyników, ich dyskusję i wnioskowanie. W pracy zawierającej 8 rozdziałów można wyróżnić cztery główne części.

Część 1 stanowi **Analiza stanu wiedzy** w zakresie wytwarzania powłok z barierą cieplną (TBC – Thermal Barrier Coating), obejmująca rozdziały 1–3 rozprawy, tj.: 1 – Wprowadzenie, 2 – Studium literaturowe, 3 – Podsumowanie stanu zagadnienia – Teza i zakres pracy. W tej części rozprawy Doktorant charakteryzuje budowę powłok z barierą cieplną, opisuje rolę, jaką tego typu powłoki spełniają w przemyśle, jak również przedstawia ich znaczenie w tym obszarze. Autor rozprawy dokonuje również szerokiej charakterystyki procesów natryskiwania cieplnego, ze szczególnym ukierunkowaniem na proces natryskiwania plazmowego, który wykorzystał w swoich badaniach. Autor charakteryzuje czynniki technologiczne procesu natryskiwania plazmowego, w tym: konstrukcję palników, sposoby wprowadzania natryskiwanego materiału do strumienia plazmy, wpływ parametrów strumienia plazmy na właściwości wytwarzanych powłok (m.in.: porowatość, strukturę fazową). a także dokonuje analizy wpływu porowatości TBC na ich właściwości cieplne.

Tak skonstruowany opis stanu wiedzy oparty jest na bogatym przeglądzie literatury i stanowi bardzo dobre wprowadzenie w zagadnienia objęte rozprawą, wskazując jednocześnie bazę problemów umożliwiającą sformułowanie tezy i celu pracy. W sformułowanej tezie pracy Doktorant wyraża pogląd, że *„możliwe jest wytwarzanie powłok ceramicznych o prognozowanych właściwościach fizycznych – porowatości i grubości, przy zastosowaniu proszków tlenku $ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$ o mikrometrycznych i nanometrycznych wymiarach cząstek, w procesie natryskiwania plazmowego, w warunkach zapewniających dużą jego wydajność, z uwzględnieniem ich zastosowania na warstwę zewnętrzną powłokowych barier cieplnych stosowanych w części gorącej silników lotniczych”*.

Część 2 rozprawy stanowi własna, zaproponowana przez Doktoranta **Metodyka Badawcza**, obejmująca rozdział 4 – *Badania własne*. W celu weryfikacji postawionej tezy Doktorant opracował wieloetapowy, kompleksowy plan badań. Opracowana metodyka badawcza obejmowała:

- Etap 1 – dokonanie wyboru materiału i geometrii próbek badawczych, granulacji i składu chemicznego proszków wykorzystywanych do wytwarzania powłok TBC oraz typu stanowiska (Thermico) i typu palników plazmowych (1 – jednoelektrodowy Thermico A60, 2 – trójelektrodowy Mettech Axial III) do realizacji procesu natryskiwania plazmowego;
- Etap 2 – określenie oczekiwanych właściwości powłok TBC (grubość = $100 \div 120 \mu\text{m}$, porowatość = $4 \div 10 \%$) planowanych do wytworzenia, a także opracowanie parametrów procesu natryskiwania plazmowego (natężenie prądu wyładowania plazmowego, skład i przepływ atmosfery gazowej), które umożliwiają wytworzenia powłok TBC o przyjętych właściwościach, w różnych wariantach konfiguracji technologicznej (typ palnika, sposób wprowadzania proszku, granulacja proszku);
- Etap 3 – analiza wybranych właściwości fizycznych i chemicznych wytworzonych powłok TBC, w tym: grubości, porowatości, adhezji, składu chemicznego i fazowego,

mikrostruktury, przewodności cieplnej oraz odporności na utlenianie wysokotemperaturowe;

- Etap 4 – określenie wydajności i kosztów wytwarzania powłok TBC metodą natryskiwania plazmowego w różnych wariantach konfiguracji technologicznej (typ palnika, sposób wprowadzania proszku, granulacja proszku).

W tej części pracy Autor dokonał również wyboru i opisał metody badań materiałowych, potrzebnych do analizy wybranych właściwości fizycznych i chemicznych powłok TBC, zaplanowanych do wytworzenia w ramach badań, w tym m.in.: porowatości, struktury fazowej – dyfrakcja rentgenowska, składu chemicznego – metoda EDS, adhezji – scratch-test oraz przewodności cieplnej i odporności na utlenianie wysokotemperaturowe. Doktorant przeprowadził w tym zakresie szeroką analizę literaturową, wykazując się znajomością nowoczesnych, wysoko zaawansowanych metod badania materiałów.

Część 3 pracy stanowią **Wyniki badań**, i obejmuje ona rozdział 5 – *Wyniki badań*. W tej części pracy Autor rozprawy precyzyjnie realizuje przyjętą metodyką badawczą. W pierwszej kolejności, bardzo szczegółowo przeprowadził charakterystykę proszków wybranych do realizacji procesów natryskiwania plazmowego. Następnie, wykorzystując z dużym doświadczeniem wybrane metody badawcze, dokonał analizy wpływu różnych parametrów procesu natryskiwania plazmowego oraz różnych konfiguracji technicznych tego procesu na porowatość, grubość oraz mikrostrukturę wytwarzanych powłok TBC, a także na ich skład chemiczny i fazowy.

W dalszej części badań Autor rozprawy dokonał wyboru parametrów procesowych (natężenia prądu wyładowania plazmowego oraz składu i przepływu atmosfery gazowej) dla 6 różnych wariantów technologicznych realizacji procesu natryskiwania plazmowego, tj. granulacji proszku + typu palnika i sposobu wprowadzania proszku do strumienia plazmy. Następnie przygotował 6 różnych wariantów powłok TBC, dla których przeprowadził badania przewodności cieplnej oraz odporności na utlenianie wysokotemperaturowe. Badania te uzupełnił analizą mikroskopową powierzchni i przekroju powłok TBC, oceną grubości warstwy tlenków, a także analizą ich składu chemicznego, składu fazowego oraz adhezji.

W końcowej części badań Doktorant dokonał oceny wydajności i kosztów procesu natryskiwania plazmowego powłok TBC o masie 150 g, dla 6 różnych, przyjętych w rozprawie, wariantów technologicznych realizacji procesu natryskiwania plazmowego.

Przy ocenie tej części pracy należy podkreślić, że Doktorant wykazał się znajomością nowoczesnych, wysoko zaawansowanych metod badania materiałów, a także potwierdził umiejętność praktycznego ich wykorzystania. Uzyskane wyniki badań zostały przejrzysto udokumentowane. Sposób graficznej prezentacji wyników badań mikroskopowych, w tym: liczne zaznaczenia analizowanych szczegółów (m.in.: w przypadku badania odporności na wysokotemperaturowe utlenianie – rysunek 73, w przypadku badania adhezji – rysunki 90 ÷ 95) oraz precyzyjne podpisy pod rysunkami, wskazują na pełne zrozumienie przez Autora prezentowanych wyników. Należy przy tym podkreślić ujednolicony sposób prezentowania wyników badań materiałowych powłok TBC, uzyskanych dla różnych wariantów procesu natryskiwania plazmowego, co znakomicie ułatwiło ich wzajemne porównywanie i zbiorczą analizę. Oceniając przedstawione wyniki badań należy stwierdzić, że zarówno zakres zaplanowanych prac, jak również cel badawczy przyjęty w pracy doktorskiej, zostały w pełni zrealizowane.

Część 4 pracy stanowi **Analiza wyników**, obejmująca rozdziały 6 – *Analiza wyników* oraz 7 – *Wnioski*. W tej części rozprawy Doktorant przeprowadził analizę uzyskanych

wyników badań. Autor dokonał oceny właściwości wytworzonych powłok i na tej podstawie sformułował wnioski dotyczące przyjętej tezy pracy, jak również możliwości praktycznego wykorzystania uzyskanych wyników w przemyśle. Potwierdził tym samym umiejętność analizowania uzyskanych wyników i formułowania wniosków.

Na podstawie uzyskanych wyników badań Autor rozprawy sformułował 9 wniosków, z których za najważniejsze uważam:

- Wykazanie korelacji pomiędzy parametrami procesu natryskiwania plazmowego i konfiguracją techniczną tego procesu oraz grubością i porowatością wytwarzanych powłok TBC. Potwierdzenie możliwości wytwarzania metodą APS, powłok TBC o grubości 100µm i porowatości w zakresie 4% ÷ 10%.
- Przeprowadzenie oceny wydajności oraz kosztów wytwarzania metodą APS, powłok TBC o zadanych parametrach – grubości i porowatości.
- Określenie odporności na utlenianie wysokotemperaturowe, powłok TBC o różnych parametrach fizyko-chemicznych (skład chemiczny, skład fazowy, adhezja, grubość, porowatość), wytwarzanych metodą APS.

Tym samym Doktorant potwierdził postawioną w rozprawie tezę, że „możliwe jest wytwarzanie powłok ceramicznych o prognozowanych właściwościach fizycznych – porowatości i grubości, przy zastosowaniu proszków tlenku $ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$ o mikrometrycznych i nanometrycznych wymiarach cząstek, w procesie natryskiwania plazmowego, w warunkach zapewniających dużą jego wydajność, z uwzględnieniem ich zastosowania na warstwę zewnętrzną powłokowych barier cieplnych stosowanych w części gorącej silników lotniczych”.

Analiza części badawczej rozprawy oraz opisanych w niej wyników badań, generuje zdaniem Recenzenta wiele nowych wątków badawczych, jak również zagadnień do dyskusji, w tym m.in.:

1. Autor rozprawy napisał [str.120, w.28-29], cytat: „Próba odporności na utlenianie wysokotemperaturowe była podstawowym kryterium oceny i możliwości zastosowania wytworzonych warstw w technice lotniczej”.

Najlepsze wyniki w tym zakresie uzyskano dla powłok TBC wytworzonych z wykorzystaniem proszku Metco 6609 D50<1µm oraz palnika A60 (rysunki 72 ÷ 75), które charakteryzowały się najmniejszą grubością (≈30µm) oraz największą porowatością (16%), a tym samym nie spełniały przyjętych w badaniach, oczekiwanych parametrów powłok TBC tj.: grubość = 100 ÷ 120 µm, porowatość = 4 ÷ 10 %. Zgodnie z wynikami badań struktury fazowej, pokazanymi na rysunkach 69 – wykres 3, w powłoce tej, tlenek cyrkonu występował jedynie w postaci polimorficznej fazy T o strukturze tetragonalnej zachowującej stabilność do temperatury 2400°C – brak pików od fazy M. Pomimo, że w proszku Metco 6609 faza M tlenku cyrkonu o stabilności temperaturowej 1393°C została zidentyfikowana (rysunek 37; wykres 3; $2\theta \approx 28^\circ$). Świadczy to o bardzo złożonym, i należy uznać dotychczas niewyjaśnionym, wpływie poszczególnych parametrów powłok TBC – struktury fazowej, grubości, porowatości – na odporność na utlenianie wysokotemperaturowe, w tym szczególnie dla powłok wytwarzanych metodami natryskiwania cieplnego.

Zdaniem Recenzenta, w przyszłych badaniach dotyczących powłok TBC wytwarzanych metodą natryskiwania plazmowego, warto kontynuować problematykę dotyczącą wpływu struktury fazowej oraz porowatości powłok TBC na odporność na wysokotemperaturowe utlenianie.

2. Kolejnym ważnym zagadnieniem wydaje się być porównanie właściwości cieplnych powłok TBC o zbliżonej strukturze fazowej i grubości, ale różnej mikrostrukturze, w tym: kolumnowej, lamelarnej, mieszanej (?). Być może umożliwi to optymalizację ekonomiczną procesów wytwarzania powłok TBC w zależności od przeznaczenia elementów na bardziej i mniej odpowiedzialne w danej aplikacji, lub na bardziej i mniej narażone na działanie wysokiej temperatury.

Chcę podkreślić, że sformułowane w recenzji tematy do dyskusji, są w dużej mierze wynikiem skali problemów podjętych przez Doktoranta i w żaden sposób nie zmieniają one mojej pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy doktorskiej.

4. Wnioski końcowe

Na podstawie przeprowadzonej oceny rozprawy doktorskiej mgra inż. Tadeusza Kubaszka pt. „*Porowatość i wydajność osadzania – kryteria doboru warunków procesu natryskiwania cieplnego warstwy ceramicznej $ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$ powłokowej bariery cieplnej elementów części gorącej silników lotniczych*”, przygotowanej pod kierunkiem prof dr hab. inż. Jana Sieniawskiego, oraz pod opieką promotora pomocniczego dr inż. Marka Poręby stwierdzam, że rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, autor wykazał się szeroką wiedzą w obszarze inżynierii materiałowej, w tym szczególnie inżynierii powierzchni. Potwierdził swoje duże umiejętności w zakresie formułowania problemów badawczych, planowania badań i doboru metodyki badawczej, a także praktycznej realizacji badań materiałowych z wykorzystaniem nowoczesnych, zaawansowanych metod badawczych i analizowania uzyskanych wyników.

W mojej opinii wymieniona rozprawa doktorska w pełni odpowiada warunkom stawianym w ustawie Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce / Dz. U. z 2020 r. poz. 85, w zakresie nadawania stopni naukowych i na tej podstawie wnoszę o dopuszczenie mgra inż. Tadeusza Kubaszka do publicznej obrony.

Jednocześnie, biorąc pod uwagę istotność podjętego zagadnienia badawczego, wysoki poziom naukowy zrealizowanych procesów obróbki powierzchniowej oraz badań materiałowych wytworzonych powłok TBC, a także bardzo dobry poziom edytorski rozprawy, wnioskuję o wyróżnienie dla mgra inż. Tadeusza Kubaszka za przygotowanie rozprawy doktorskiej pt. „*Porowatość i wydajność osadzania – kryteria doboru warunków procesu natryskiwania cieplnego warstwy ceramicznej $ZrO_2 \times n \cdot Y_2O_3$ powłokowej bariery cieplnej elementów części gorącej silników lotniczych*”.

Radom, 23.08.2021



Prof. dr hab. inż. Jerzy Smolik