

Prof. dr hab. inż. Beata Leszczyńska-Madej
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica
Wydział Metali Nieżelaznych
Al. Mickiewicza 30
30-059 Kraków

**Recenzja pracy doktorskiej
mgr inż. Grzegorza Maciaszka**

pod tytułem:

„Analiza wpływu parametrów procesu fizycznego osadzania z fazy gazowej z odparowaniem za pomocą wiązki elektronów EB-PVD na właściwości użytkowe powłokowej bariery cieplnej TBC osadzonej na podłożu z nadstopu niklu”

przygotowanej pod kierunkiem Pana dra hab. inż. Andrzeja Nowotnika, prof. PRz

1. Podstawa opracowania

Recenzja została wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Rzeszowskiej im. Ignacego Łukasiewicza.

Podstawa prawna art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (z późn. zm.)

Opinia dotycząca przedmiotowej rozprawy doktorskiej zawiera trzy elementy:

- 1) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktoranta w dyscyplinie inżynieria materiałowa;
- 2) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktoranta ubiegającego się o nadanie stopnia doktora;
- 3) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego.

2. Charakterystyka i opis rozprawy

2.1. Ocena ważności i celowości podjętej tematyki badawczej

Przedłożona do recenzji praca mgr inż. Grzegorza Maciaszka pt. *„Analiza wpływu parametrów procesu fizycznego osadzania z fazy gazowej z odparowaniem za pomocą wiązki elektronów EB-PVD na właściwości użytkowe powłokowej bariery cieplnej TBC osadzonej na podłożu z nadstopu niklu”* napisana pod opieką Pana dr hab. inż. Andrzeja Nowotnika, prof. PRz, zawiera wartościowe wyniki dotyczące powłokowych barier cieplnych, stanowiących skuteczny sposób obniżenia temperatury podłoża części gorącej strefy turbinowych silników lotniczych. Rozwiązania tego typu mają bezpośredni wpływ na poprawę sprawności i trwałości jednostek napędowych, co czyni tematykę badań aktualną i o dużym znaczeniu aplikacyjnym. Tytuł rozprawy jest właściwy i w pełni odpowiada treści przedstawionych badań.

Podjęty temat wpisuje się w najnowsze trendy rozwoju technologii materiałowych, a jednocześnie odpowiada na istotną lukę w dostępnej literaturze. Dotychczasowe prace badawcze dotyczące procesu EB-PVD w przeważającej mierze koncentrowały się na

wybranych aspektach, bez pełnej analizy interakcji pomiędzy kluczowymi parametrami procesu, szczególnie w warunkach przemysłowych. Ograniczony dostęp do produkcyjnych urządzeń EB-PVD sprawia, że badania w skali odpowiadającej rzeczywistym procesom technologicznym są rzadkie, a uzyskane w nich wyniki mają wyjątkową wartość poznawczą i wdrożeniową.

Przeprowadzenie przez Doktoranta badań na urządzeniu przemysłowym SMART COATER firmy ALD Vacuum Technologies GmbH, pozwalającym na realizację procesów w skali zbliżonej do przemysłowej, umożliwiło uzyskanie wyników o wysokiej wiarygodności, istotnych zarówno z punktu widzenia poznawczego, jak i aplikacyjnego. Motywacją do ich wykonania było zapotrzebowanie na dane dotyczące optymalizacji warunków osadzania i wytwarzania powłok ceramicznych w procesie EB-PVD oraz modyfikacji parametrów przygotowania powierzchni podłoża elementów metalicznych. Zainteresowanie tym obszarem badań wyraziły wiodące światowe firmy z sektora produkcji silników lotniczych i powłok TBC, takie jak Ceramic Coating Center (SAFRAN i MTU), Honeywell, Pratt & Whitney (USA i Kanada), IHI (Japonia), Oerlikon (USA), Turbine Surface Technologies TSTL (USA) oraz Praxair. Wyniki pracy mogą przyczynić się do optymalizacji procesu EB-PVD i wspierać wdrożenia w przemyśle lotniczym.

Uważam zatem, że wybór tematu jest w pełni uzasadniony, a podjęte badania celowe i istotne dla rozwoju inżynierii materiałowej.

2.2. Ocena układu rozprawy doktorskiej oraz ocena zastosowanego piśmiennictwa

Rozprawa ma klasyczny układ i składa się z siedmiu rozdziałów. Liczy łącznie 107 stron, z czego 40 stron – wliczając rozdział *Wprowadzenie* oraz *Podsumowanie stanu zagadnienia – Cel pracy* – stanowi analizę stanu wiedzy. Bibliografia obejmuje 134 pozycje, w tym artykuły naukowe, monografie oraz dokumenty branżowe, i została opracowana starannie. W pracy zabrakło spisu rysunków oraz spisu tabel. Zawarto natomiast wykaz najważniejszych skrótów oraz streszczenia w języku polskim i angielskim. Wnioski zostały zamieszczone w rozdziale *Podsumowanie*. Numeracja rozdziału *Wprowadzenie* wydaje się zbędna. Zawartość studium literaturowego, wraz z podsumowaniem stanu zagadnienia i określeniem celu pracy, uzasadnia przyjęte proporcje między częścią literaturową a eksperymentalną. Rozprawa zawiera 42 rysunki i 14 tabel. Struktura pracy jest przejrzysta, a treść poszczególnych rozdziałów i podrozdziałów jest spójna z ich tytułami.

Podział rozprawy zaproponowany przez Doktoranta należy uznać za prawidłowy.

Pierwszy rozdział pracy stanowi *Wprowadzenie*. W rozdziale drugim, zatytułowanym *Studium literaturowe*, Autor przedstawił charakterystykę powłokowych barier cieplnych, omówił materiały ceramiczne stosowane w ich wytwarzaniu oraz opisał proces EB-PVD wraz z czynnikami technologicznymi. Cennym elementem jest rozdział *Podsumowanie stanu zagadnienia – cel pracy*, w którym wskazano luki w dotychczasowych badaniach. Dotychczasowe prace koncentrowały się głównie na modyfikacji konwencjonalnych barier cieplnych, w tym metalicznej międzywarstwy, warstwy tlenków TGO oraz powłoki ceramicznej, przy czym dominowały materiały tlenkowe. Głównym celem tych badań było zwiększenie stabilności cieplnej powłoki ceramicznej w temperaturze powyżej 1000 °C. Autor trafnie podkreślił, że wysoki koszt urządzeń i procesów wytwarzania powłokowych barier cieplnych skłania przemysł lotniczy do poszukiwania alternatywnych metod osadzania powłok ceramicznych, co potwierdza aktualność podjętego tematu. Jednocześnie, jednym z istotnych atutów technologii EB-PVD pozostaje możliwość

uzyskania kolumnowej struktury powłoki ceramicznej, co znacząco zwiększa jej odporność na obciążenia mechaniczne oraz działanie dynamicznego strumienia gorących gazów. Ze względu na wysoką trwałość powłok w ekstremalnych warunkach, technologia ta pozostaje przedmiotem intensywnych badań, mimo wysokich kosztów i ograniczonego dostępu do produkcyjnych urządzeń EB-PVD. W literaturze brakuje jednak kompleksowej bazy danych umożliwiającej ocenę wpływu kluczowych parametrów procesu oraz przygotowania podłoża na właściwości użytkowe powłok kolumnowych. Tym samym precyzyjnie wskazany przez Doktoranta obszar wymagający pogłębionej analizy uzasadnia potrzebę realizacji szczegółowych badań, zwłaszcza pod kątem optymalizacji procesu i obniżenia jego kosztów.

Analiza dat publikacji przywoływanych źródeł wskazuje, że Autor korzystał zarówno z fundamentalnych pozycji sprzed lat, jak i z najnowszych opracowań opublikowanych w ostatnich pięciu latach. Świadczy to o starannym zapoznaniu się z aktualnym stanem wiedzy w zakresie tematyki rozprawy. Mocną stroną doboru literatury jest jej różnorodność – Autor odwołuje się do książek, artykułów naukowych, prac doktorskich oraz dokumentów branżowych. W wykazie literatury nie odnotowano pozycji, których autorem lub współautorem byłby Doktorant. Spis literatury został opracowany rzetelnie i z należytą starannością. Dobór źródeł uznać należy za trafny i adekwatny do poruszanej tematyki, nie zauważono istotnych braków w piśmiennictwie.

Podsumowując, należy stwierdzić, że zgromadzony i opracowany materiał literaturowy jest kompletny, starannie przygotowany oraz adekwatny do tematyki rozprawy, stanowiąc solidną i wystarczającą podstawę teoretyczną do realizacji podjętych badań eksperymentalnych. Na szczególne podkreślenie zasługuje rozdział *Podsumowanie stanu zagadnienia – Cel pracy*, który w syntetyczny i przejrzysty sposób uzasadnia wybór tematu oraz jasno określa kierunki badań.

2.3. Ocena celu i tezy pracy

Cel pracy został sformułowany w rozdziale 3 (*„Podsumowanie stanu zagadnienia – cel pracy”*) i odnosi się do wpływu wybranych parametrów procesu EB-PVD na właściwości powłokowych barier cieplnych. W szczególności Autor skoncentrował się na analizie wpływu stanu powierzchni międzywarstwy oraz parametrów procesu osadzania na mikrostrukturę, morfologię i przyczepność powłok ceramicznych. Celem badań było określenie takich parametrów technologicznych (prąd emisji, ciśnienie w komorze), które pozwalają uzyskać powłoki o najlepszych właściwościach użytkowych. **W tym miejscu chciałabym zapytać, jak Autor definiuje „najlepsze właściwości mechaniczne i fizyczne powłok”? Czy chodzi wyłącznie o przyczepność i odporność na degradację, czy także inne cechy, np. elastyczność czy odporność na szok cieplny?**

Sformułowana w pracy teza jest jasna i logicznie powiązana z celem pracy. Zakłada ona, że zarówno stan powierzchni międzywarstwy oraz parametry procesu EB-PVD mają kluczowy wpływ na morfologię, mikrostrukturę i właściwości barier cieplnych, a tym samym – na ich trwałość w warunkach eksploatacji. **Warto byłoby uzupełnić informację, dlaczego spośród wielu możliwych parametrów procesu wybrano właśnie te analizowane w pracy.**

Uważam, że zarówno cel, jak i teza zostały określone właściwie, a przyjęty program badawczy umożliwił ich realizację.

2.4. Ocena stosowanej metodologii, opisu badań własnych, dyskusji wyników i uwagi o charakterze merytorycznym do dyskusji

W rozdziale zatytułowanym Badania własne Autor dysertacji opisał materiał do badań – stop Inconel 718. Pomimo że materiał ten jest powszechnie znany, warto byłoby w pracy zamieścić jego skład chemiczny, ponieważ nie każdy czytelnik musi go znać. Tego elementu niestety zabrakło. Na przygotowanych próbkach ze stopu Inconel 718 wytworzono dyfuzyjną warstwę aluminidkową metodą bezkontaktowo-gazową o średniej grubości 60 μm . Następnie, aby zbadać wpływ obróbki mechanicznej międzywarstwy na chropowatość powłoki ceramicznej, próbki poddano zróżnicowanej obróbce powierzchni: zastosowano szlifowanie papierem o gradacji 320 (szlifowanie wstępne), 500 (szlifowanie precyzyjne) oraz polerowanie zawiesziną diamentową (ziarno 3 μm). Uwzględniono również próbkę referencyjną – bez dodatkowej obróbki powierzchniowej, po samym osadzeniu międzywarstwy. Po zakończeniu szlifowania, próbki poddano kulowaniu z użyciem ścierniwa szklanego (kulki 400–600 μm), a następnie wykonano pomiary chropowatości. Wszystkie próbki zostały oczyszczone w myjce ultradźwiękowej w alkoholu izopropylowym, a następnie poddane wygrzewaniu w temperaturze 1050 °C przez 30 minut w piecu próżniowym. Celem tego etapu było zredukowanie naprężeń powstałych w trakcie wcześniejszej obróbki oraz wytworzenie warstwy tlenków TGO.

W związku z powyższym chciałabym zapytać, czy wykonywano pomiary grubości dyfuzyjnej warstwy aluminidkowej po procesie obróbki powierzchniowej? Informacja ta byłaby istotna z punktu widzenia kontroli wpływu procesów mechanicznych na morfologię i mikrostrukturę warstwy.

W dalszej części pracy przedstawiono proces nanoszenia powłok ceramicznych z tlenku cyrkonu stabilizowanego tlenkiem itru (7% mas.), przeprowadzony metodą EB-PVD z wykorzystaniem urządzenia SMART COATER firmy ALD Vacuum Technologies GmbH. Parametry procesów zostały zestawione w tabeli 4.1 (str. 47). W mojej ocenie w tabeli tej warto byłoby uwzględnić również wyniki pomiarów chropowatości międzywarstwy aluminidkowej, szczególnie że Autor w opisie wskazuje na zróżnicowaną lub jednorodną chropowatość zastosowaną w poszczególnych wariantach. Wynik ten zamieszczony jest dopiero w dalszej części pracy, w rozdziale 5 (tabela 5.2).

W dalszej części pracy opisano przeprowadzone badania, obejmujące m.in. pomiary chropowatości (w tym miejscu warto byłoby uzupełnić informację o błędzie pomiarowym zastosowanego profilometru stykowego), analizę mikrostruktury, pomiary masy próbek, badania przyczepności powłok, testy wytrzymałościowe, próbę zarysowania oraz badania odporności powłokowych barier cieplnych na cykliczne utlenianie.

Zarówno w przypadku badania wytrzymałości próbek, jak i testów zarysowania, zabrakło informacji o liczbie próbek poddanych testom w poszczególnych wariantach. Warto również uzupełnić, czy uzyskane wyniki cechowały się powtarzalnością.

Choć zarówno proces, jak i zastosowana metodologia zostały w pracy ogólnie poprawnie opisane, to zdecydowanie zabrakło schematu poglądowego, który w sposób syntetyczny przedstawiałby kolejne etapy wytwarzania wraz z ich parametrami oraz zastosowaną metodologię badawczą. Tego typu graficzne podsumowanie ułatwiłoby czytelnikowi zrozumienie i uporządkowanie przebiegu badań.

Podsumowując, stwierdzam, że opis zastosowanej metodologii badawczej jest na ogół poprawny i świadczy o dużym nakładzie pracy włożonym w realizację eksperymentu. Na szczególne uznanie zasługuje szeroki zakres wykorzystanych technik badawczych oraz logiczny sposób ich doboru – każda z metod dostarczyła

istotnych danych, które wspólnie pozwalają na kompleksową ocenę badanych powłok. Plan badawczy został zaprojektowany w sposób przemyślany i szczegółowy. Pewne nieścisłości dotyczące parametrów niektórych etapów procesu oraz brak schematycznego przedstawienia metodologii i przebiegu badań nie wpływają istotnie na pozytywną ocenę tej części pracy, choć ich uzupełnienie z pewnością poprawiłoby przejrzystość i ułatwiło lekturę.

W rozdziale pt. *Wyniki badań i ich analiza* Autor dysertacji przedstawia uzyskane wyniki, dzieląc je na pięć obszarów tematycznych: (i) wpływ obróbki mechanicznej powierzchni międzywarstwy na właściwości użytkowe powłoki ceramicznej (rozdz. 5.1), (ii) wpływ prądu emisji na właściwości użytkowe powłoki ceramicznej (rozdz. 5.2), (iii) wpływ ciśnienia w komorze roboczej na właściwości użytkowe powłoki ceramicznej (rozdz. 5.3), (iv) badania przyczepności powłoki ceramicznej do międzywarstwy aluminidkowej (rozdz. 5.4) oraz (v) badania odporności powłok TBC na cykliczne utlenianie (rozdz. 5.5).

W podrozdziale 5.1, dotyczącym wpływu obróbki mechanicznej powierzchni międzywarstwy na właściwości użytkowe powłoki ceramicznej, zamieszczono tabelę 5.1 zawierającą wyniki dotyczące wpływu stanu powierzchni międzywarstwy na masę oraz grubość powłoki ceramicznej. Z kolei w tabeli 5.2 przedstawiono wyniki dotyczące wpływu chropowatości powierzchni międzywarstwy na chropowatość powłoki ceramicznej, wyrażoną wartością parametru R_a . Zestawienie tych danych w jednej wspólnej tabeli mogłoby być bardziej przejrzyste i ułatwiłoby analizę, zwłaszcza że Autor pisze, iż chropowatość międzywarstwy nie wpływa na masę ani grubość wytworzonej powłoki (informacja ta znajduje się przy opisie wyników tabeli 5.1), podczas gdy dane dotyczące chropowatości samej powłoki pojawiają się dopiero w kolejnym podrozdziale (5.1.1) oraz w tabeli 5.2.

W rozdziale 5.1.1 (str. 52) Autor słusznie zauważa, że chropowatość powierzchni międzywarstwy ma istotny wpływ na chropowatość osadzonej powłoki ceramicznej – wartość parametru R_a powłok zmniejszała się wraz ze spadkiem chropowatości powierzchni międzywarstwy. Jednakże, jak pokazują dane zawarte w tabeli 5.2, różnice w chropowatości powłoki ceramicznej pomiędzy próbkami szlifowanymi a polerowanymi nie są znaczne – szczególnie w przypadku powierzchni szlifowanej. Dla próbek szlifowanych papierem o gradacji 320, R_a powłoki ceramicznej wynosi 0,515–0,582, a dla papieru o gradacji 500: 0,398–0,562. Tymczasem chropowatość międzywarstwy wynosiła odpowiednio $R_a = 0,492$ – $0,545$ (papier 320) oraz $R_a = 0,203$ – $0,286$ (papier 500).

Proszę o szerszy komentarz dotyczący tych danych – w szczególności, czy różnice w chropowatości powłoki ceramicznej dla analizowanych wariantów przygotowania powierzchni międzywarstwy są statystycznie istotne.

Mikrostruktura powłok różniła się w zależności od parametrów procesu (prądu emisji, ciśnienia w komorze roboczej), a w szczególności od chropowatości międzywarstwy. Jak wskazuje Autor, zmniejszenie chropowatości międzywarstwy aluminidkowej sprzyjało zwiększeniu jednorodności powłok oraz redukcji szerokości pustych przestrzeni między kolumnami (porów). W związku z tym chciałabym zapytać, **czy w ramach badań określano ilość pustych przestrzeni między kolumnami (np. procentowy udział objętościowy) w zależności od parametrów procesu oraz chropowatości międzywarstwy aluminidkowej?**

Ponadto w pracy brakuje zdjęć mikrostruktury wykonanych przy większych powiększeniach, zarówno dla samych powłok, jak i dla międzywarstwy aluminidkowej oraz stref połączeń: podłoże-międzywarstwa i międzywarstwa-powłoka ceramiczna (YSZ).

W przypadku badań przyczepności powłoki ceramicznej do międzywarstwy aluminidkowej uzyskano szereg interesujących i wartościowych wyników, które opisano oraz zestawiono w formie tabelarycznej i na rysunkach 5.13, 5.15, 5.16, 5.17, 5.18 oraz 5.23. **Szkoda, że przedstawione wykresy nie zostały ujednolicone pod względem skali osi dla poszczególnych wariantów, co znacznie ułatwiłoby analizę i porównywanie wyników.** Autor wskazuje, że pomimo stosowania odpowiedniej procedury pozycjonowania próbek w procesie klejenia, jedynym czynnikiem wpływającym na obniżenie wartości wytrzymałości była postępująca w czasie degradacja kleju. W związku z tym chciałabym zapytać: **w jakim odstępie czasowym od procesu klejenia wykonywano badania? Czy dla wszystkich wariantów czas ten był jednakowy? Czy można założyć, że uzyskane wyniki obciążone są istotnym błędem z uwagi na postępującą degradację kleju w czasie?**

Chciałabym również zapytać, **dłaczego właśnie przy takich parametrach procesu (X–XIII) wykonano próbki do oceny odporności powłok TBC na działanie zmiennych obciążeń cieplnych?** Uzyskane wyniki są bardzo wartościowe, o znaczeniu zarówno poznawczym, jak i użytkowym. Szkoda, że nie zdecydowano się także na analizę mikrostrukturalną próbek po procesie cyklicznego utleniania — z pewnością dostarczyłaby ona dodatkowych, cennych informacji, wzbogacając interpretację otrzymanych rezultatów.

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa stanowi rzetelną, dobrze zaplanowaną i spójną pod względem metodologicznym pracę naukową, o istotnym znaczeniu zarówno w wymiarze podstawowym, jak i aplikacyjnym. Przedstawione powyżej pytania i uwagi mają wyłącznie charakter dyskusyjny i służą doprecyzowaniu wybranych kwestii szczegółowych, nie stanowią zastrzeżeń merytorycznych wobec realizowanych badań.

2.5. Strona edycyjna pracy oraz poprawność językowa i stylistyczna

Korekta edytorska pracy została wykonana starannie. Tekst napisany jest poprawnym językiem, z wykorzystaniem ogólnie przyjętej terminologii naukowo-technicznej. Całość jest czytelna i spójna, co sprzyja płynności lektury. Autor umiejętnie wzbogacił opisy, dodając interesujące rysunki, wykresy oraz zdjęcia mikrostruktury, co znacznie zwiększa atrakcyjność pracy.

Autor nie ustrzegł się jednak drobnych błędów językowych i redakcyjnych. Powszechnie przyjętym określeniem jest np. „statyczna próba rozciągania”, nie jak Autor używa „próba statyczna rozciągania”. W manuskrypcie można znaleźć również pojedyncze literówki oraz powtórzenia (np. w rozdziale 5.4.1). Nie wpływają one jednak na ogólny, pozytywny odbiór tekstu. Rysunki i tabele wykonano starannie, są czytelne i dobrze powiązane z treścią.

Moje uwagi w tym zakresie nie wpływają na wysoką ocenę pracy ani jej merytoryczną wartość.

3. Wniosek końcowy

Zdaniem recenzenta oceniana dysertacja stanowi oryginalne i wartościowe rozwiązanie postawionego problemu badawczego, dowodząc szerokiej wiedzy teoretycznej Doktoranta

w zakresie inżynierii materiałowej oraz wysokich kompetencji w zakresie prowadzenia samodzielnych prac badawczych.

Niewątpliwym osiągnięciem jest opracowanie zoptymalizowanych parametrów procesu wytwarzania powłok TBC, w tym wnikliwe zbadanie ich odporności na działanie zmiennych obciążeń cieplnych, co w sposób przekonujący łączy walory poznawcze pracy z jej potencjałem aplikacyjnym. Na szczególne uznanie zasługuje umiejętne połączenie analiz mikrostrukturalnych, charakterystyki właściwości użytkowych oraz rzetelnej interpretacji wyników, co świadczy o dojrzałości naukowej Autora.

W świetle powyższej opinii, stwierdzam, że recenzowana rozprawa Pana mgr inż. Grzegorza Maciaszka pt. „Analiza wpływu parametrów procesu fizycznego osadzania z fazy gazowej z odparowaniem za pomocą wiązki elektronów EB-PVD na właściwości użytkowe powłokowej bariery cieplnej TBC osadzonej na podłożu z nadstopu niklu” spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki określonej w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (z późn.zm.) i wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Biorąc pod uwagę wysoki poziom merytoryczny rozprawy, szeroki zakres podjętych badań, aktualność tematyki, staranność opracowania oraz znaczenie uzyskanych wyników zarówno w obszarze badań podstawowych, jak i praktycznych zastosowań, zaliczam dysertację do kategorii prac wybitnie dobrych. **Tym samym wnioskuję o wyróżnienie rozprawy doktorskiej pana mgr inż. Grzegorza Maciaszka.**

.....
(podpis recenzenta)