



Politechnika Wrocławska

Katedra Obróbki Plastycznej, Spawalnictwa i Metrologii

dr hab. inż. Leszek Łatka, prof. uczelni

Wrocław, dn. 16.06.2025 r.

Katedra Przeróbki Plastycznej,

Spawalnictwa i Metrologii

Wydział Mechaniczny

Politechnika Wrocławska

ul. Wybrzeże Wyspiańskiego 27

50-370 Wrocław

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Amjadala Iqbala pt.

**„Characterization of destruction processes in two phase thermal
barrier coatings – model investigations in conditions of high
temperature oxidation and corrosion in liquid salts deposits”**

promotorzy: dr hab. inż. Grzegorz Moskal, prof. uczelni

Politechnika Śląska

prof. dr hab. inż. Albano Cavaleiro

Uniwersytet w Coimbrze

Podstawa opracowania recenzji:

Niniejsza recenzja została opracowana na podstawie pisma o sygnaturze RDIMa.512.1.2025 z dnia 16. kwietnia 2025 r., które zostało podpisane przez Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej, Prof. dra hab. inż. Adama Grajcara.



1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska Pana mgra inż. Amjadala Iqbala pt. „*Characterization of destruction processes in two phase thermal barrier coatings – model investigations in conditions of high temperature oxidation and corrosion in liquid salts deposits*” została zredagowana jako monografia licząca 114 stron. Zawiera ona spis treści, spis rysunków i tabel, wykaz oznaczeń i skrótów, siedem merytorycznych rozdziałów, spis literatury oraz streszczenie w języku angielskim, polskim oraz portugalskim. Praca została napisana w języku angielskim.

Przedłożona do recenzji dysertacja ma nieco odmienną strukturę od klasycznych rozpraw doktorskich. Autor po kilkunastu wprowadzeniu poświęconemu zagadnieniom powłokowych barier cieplnych (TBC) wskazuje lukę badawczą, która dotyczy dwufazowych układów warstwy ceramicznej. Jako zasadniczy przedmiot własnych badań Doktorant przyjął odporność powłok na utlenianie oraz korozję wysokotemperaturową. W tym celu postawił trzy pytania badawcze, które można uznać za tezę rozprawy:

- Czy układy dwufazowe są stabilne w wysokich temperaturach?
- W jaki sposób układy dwufazowe ulegną degradacji w środowisku żrącej soli Na_2SO_4 (pochodzącej z zanieczyszczeń paliwa, soli unoszącej się w powietrzu), która topi się w stosunkowo niskich temperaturach?
- W jaki sposób obecność faz podwójnych, w tym interfejsów i granic, wpływa na stabilność powłoki i jej odporność na zmiany faz lub degradację w wysokich temperaturach przy narażeniu na Na_2SO_4 ?

Następnie Doktorant przedstawia schemat pracy, w którym skrótowo opisuje co znajduje się w każdym rozdziale. Dopiero następny rozdział to szeroko zakrojony przegląd istniejącej literatury. Rozdział trzeci stanowi opis sposobu wytwarzania barier cieplnych oraz metod badawczych. Następne trzy rozdziały dotyczą wyników badań powłok trzech różnych materiałów: cyrkonianu lantanu (LZO), cyrkonianu gadolinu (GZO) oraz ceranu lantanu (LCO). Każdy z tych rozdziałów ma podobną strukturę, osobną dyskusję wyników dla danego materiału



oraz osobną literaturę. Ostatni rozdział to ogólne podsumowanie oraz ramowe wnioski.

Bibliografia dysertacji mgr inż. Amjadala Iqbala obejmuje ponad 160 pozycji, wśród których:

- 6 prac własnych, których Doktorant jest pierwszym autorem (4 z nich to artykuły z listy JCR, których sumaryczny IF = 24.3);
- większość cytowanych artykułów pochodzi z czasopism, w których zagadnienia nanoszenia powłok oraz ich szczegółowych badań są w głównym nurcie tematycznym oraz mają uznaną pozycję w międzynarodowym środowisku naukowym;
- można zaobserwować odpowiednio wyważone proporcje pomiędzy pracami klasycznymi dla opisywanych zagadnień a aktualną literaturą (artykułów z ostatnich 5 lat jest ponad 50);
- ponad 1/3 artykułów dotyczy technologii wytwarzania powłokowych barier cieplnych (co wskazuje na fakt, iż Doktorant poza inżynierią materiałową również zgłębiał zagadnienia związane z inżynierią mechaniczną);
- prawie połowa cytowanych źródeł dotyczy szeroko rozumianej charakterystyki systemów powłokowych barier cieplnych (m.in. odporność na szoki cieplne, ataki CMAS), co wskazuje na kompleksowe podejście Autora do opisywanych zagadnień (szczególnie w przeglądzie literatury).

2. Tematyka rozprawy i problem badawczy

Tematyka podjęta przez Doktoranta w ramach niniejszej rozprawy jest aktualna i niezwykle cenna z utylitarne punktu widzenia. Systemy powłokowych barier cieplnych (TBC) są stale rozwijane od ponad pół wieku, a wyniki przeprowadzanych badań często są impulsem do nowatorskich wdrożeń w przemyśle lotniczym czy energetycznym.

Kierunki rozwoju systemów TBC są związane zarówno ze zwiększeniem ich trwałości, wydłużeniem czasu eksploatacji, jak i możliwości pracy w coraz to



wyższych temperaturach oraz niekorzystnym środowisku. Z utylitarnego punktu widzenia ma to prowadzić do zwiększenia niezawodności pracy np. turbin gazowych, co przekłada się bezpośrednio na wydłużenie czasu bezawaryjnej pracy, jak również zmniejszenie częstotliwości oraz ilości napraw.

Cele przedstawione powyżej można osiągnąć dwojako. Jednym sposobem jest modyfikacja procesu technologicznego wytwarzania powłokowych barier cieplnych. Na tym polu można mówić od dwóch metodach: natryskiwanie plazmowe z zawieszin, SPS oraz natryskiwanie plazmowe z roztworów, SPPS. Jednak w obu przypadkach można napotkać na pewne ograniczenia, szczególnie z punktu widzenia możliwości warunków przemysłowych. Drugi sposób to zastosowanie nowych materiałów przy niezmienionym procesie wytwarzania. Takie rozwiązanie wymaga wielu badań i analiz, jednak po uzyskaniu dobrych wyników jest to łatwiejszy sposób do wdrożenia w przemyśle.

W niniejszej rozprawie postawiony przez Doktoranta problem badawczy dotyczył właśnie zastosowania nowych materiałów oraz ich specyficznej architektury, mieszaniny dwóch faz: konwencjonalnego tlenku cyrkonu stabilizowanego tlenkiem itru (8YSZ) oraz cyrkonianu lantanu (LZO), cyrkonianu gadolinu (GZO) oraz ceranu lantanu (LCO) jako zewnętrzna warstwa powłokowej bariery cieplnej. Badania prowadzone były pod kątem odporności na utlenianie oraz korozję wysokotemperaturową. Wybór tematyki badawczej wpisuje się w ogólnoswiatowy trend poszukiwań możliwości pracy turbin w coraz wyższych temperaturach. Ponadto bardzo istotne jest opracowanie nowych lub zmodyfikowanych materiałów ceramicznych charakteryzujących się lepszymi własnościami w porównaniu do ich konwencjonalnych odpowiedników.

Biorąc pod uwagę wszystkie powyższe rozważania należy uznać, że zarówno z naukowego jak i utylitarnego punktu widzenia tematyka przedłożonej do recenzji dysertacji jest ważna oraz aktualna. *Expressis verbis* spełnia ona wymagania, jakie są stawiane pracom doktorskim, które są realizowane w dyscyplinie naukowej Inżynieria Materiałowa.



3. Analiza i ocena merytoryczna rozprawy

Na podstawie merytorycznej analizy zakresu oraz treści przedłożonej rozprawy należy wyraźnie stwierdzić, że wpisuje się ona w dyscyplinę naukową Inżynieria Materiałowa. Dysertację Pana mgr inż. Amjadala Iqbala uważam za interesującą oraz wartościową, zarówno pod względem naukowym, jak również utylitarnym. Doktorant prawidłowo zrealizował założone zadania badawcze, zaplanował i przeprowadził liczne eksperymenty, które dotyczyły zarówno materiałów powłokowych, jak również powłok po natryskaniu oraz poddanych działaniu czynników korozyjnych.

W niniejszej pracy należy podkreślić, że Doktorant przeprowadził kompleksowe badania materiałowe, poczynając od dogłębnej charakteryzacji materiałów powłokowych oraz wykonanych powłok. Efekty licznych eksperymentów przeprowadzonych pod kątem stabilności faz w warunkach korozji wysokotemperaturowej oraz utleniania Autor przedstawił w formie wielu zdjęć, analiz składu chemicznego, analiz składu fazowego oraz krzywych pochodzących z termicznej analizy różnicowej (DTA). Interesujące jest to, że dla przejrzystości wyników oraz wyciągniętych na ich podstawie wniosków, zaproponował indywidualne rozważania dla każdego układu materiałów.

Za najważniejsze osiągnięcie Doktoranta uważam kompleksowe wyjaśnienie mechanizmu degradacji dwufazowych powłok na bazie pierwiastków ziem rzadkich (La oraz Ga), zarówno jeśli chodzi o środowisko korozyjne, jak i utleniania w wysokich temperaturach. Ponadto na szczególną uwagę zasługuje fakt przeprowadzenia długotrwałych testów utleniania (do 2000 h), które jak dotąd nie zostały wcześniej przedstawione w literaturze przedmiotu. Istotne jest również porównawcze dwufazowych powłok z próbkami w formie sprasowanych proszków w odniesieniu do korozji wysokotemperaturowej i utleniania w temperaturze 1100 °C.



4. Uwagi krytyczne oraz sugestie

Recenzowana rozprawa została przygotowana poprawnie pod względem merytorycznym jak i językowym. Niemniej jednak kilka kwestii poruszonych w dysertacji budzi pewne zastrzeżenia (co jednak nie obniża pozytywnej całościowej oceny rozprawy). Uwagi (czasem pytania) sformułowano w trzech poniższych grupach o charakterze merytorycznym, ogólnym i semantycznym.

Uwagi natury merytorycznej:

1. Na str. 36 Autor stwierdził, że parametry natryskiwania warstwy podkładowej oraz zewnętrznej powłoki ceramicznej są takie same (podane w tabeli 3.2). Jest to bardzo dyskusyjne stwierdzenie, ponieważ warstwa podkładowa wykonana jest ze stopu metalicznego (NiCrAlY), podczas gdy powłoka zewnętrzna jest ceramiczna. Proszę o wyjaśnienie tej kwestii.
2. Nie zostały podane wymiary podłoża (szczególnie grubość), na które nanoszono powłoki.
3. Na str. 37 Autor stwierdził, że powłoki były natryskiwane na „płaskie podłoże”. Proszę o wyjaśnienie tego sformułowania.
4. Analizując tabelę 3.2 (parametry procesu natryskiwania) zaobserwowano kilka sformułowań, które są niejasne i wymagają wyjaśnienia przez Autora:
 - a. podawanie proszku [g/min] i natężenie podawania proszku [mm/s] mają różne jednostki oraz różne wartości;
 - b. obrót [obr/min] – ale czego?
 - c. średnica palnika plazmowego – podano wartość 150, natomiast zabrakło jednostek;
5. Rys. 4.3 – można zaobserwować liczne nieprzetopione cząstki proszku. Proszę o wyjaśnienie co mogło to spowodować. Ponadto na powierzchni widoczne są pęknięcia (rys. 4.3d), czy określono gęstość spękań? Czy przed natryskiwaniem przeprowadzono podgrzewanie wstępne? Również podobne nieprzetopione cząstki i spękania zaobserwowano na zdjęciach SEM powierzchni pozostałych powłok (rozdział 5. oraz rozdział 6.)
6. Czy przeprowadzono próby przyczepności powłok?



7. Porównując przekroje poprzeczne badanych powłok można zaobserwować różnice w grubości zarówno warstwy podkładowej jak i zewnętrznej dwufazowej powłoki ceramicznej. Ponadto, w przypadku powłoki GZO/YSZ warstwa podkładowa jest wyraźnie bardziej porowata. Proszę o wyjaśnienie tej kwestii.
8. Jaki jest cel przedstawiania zmian i powstawania nowych składników fazowych powłok GZO/YSZ po procesie długoterminowego utleniania (do 2000 h) w temperaturze 1100 °C dla różnych udziałów składników ceramicznych (25 % 8YSZ + 75 % GZO, 50 % 8YSZ + 50 % GZO, 75 % YSZ + 25 % GZO), podczas gdy w rozprawie doktorskiej badano tylko układ 50 % 8YSZ + 50 % GZO?
9. Dlaczego nie przeprowadzono badań termiczną analizą różnicową dla materiału LCO analogicznie do LZO i GZO?

Uwagi natury ogólnej:

1. Tabela 1.1 – umieszczenie ZrO_2 oraz 8YSZ w grupie zaawansowanych materiałów ceramicznych jest pewnym nieporozumieniem. Można dodać tutaj uwagę, że powyższe materiały wprowadzono jako poziom odniesienia.
2. Tabela 3.1 – czy przedstawiony skład chemiczny podłoża to wynik własnych analiz Autora?
3. Rys. 3.1 – schemat jest słabo widoczny.
4. Zaobserwowano kilka pozycji w literaturze, które się powtarzają, przykładowo: [21] oraz [23] na końcu rozdziału 2., jak również [23] i [37] na końcu rozdziału 4.
5. Na str. 39 Autor podaje, że próbki poddano ekspozycji na działanie Na_2SO_4 sumarycznie przez 342 h, podczas gdy ekspozycja w temperaturze 920 °C trwała 240 h, natomiast w temperaturze 970 °C było to 96 h, co w sumie daje 336 h.
6. Autor stwierdza, że wszystkie proszki były to materiały komercyjne, ale poza proszkiem NiCrAlY nie podaje wytwórcy ani symbolu handlowego.



7. Rys. 4.1 – w podpisie powinno być podane powiększenie a nie wielkość paska skali.
8. Analiza przekrojów poprzecznych powłok – czy Autor określał ilościowo porowatość powłok, jak również kształt i wielkość porów?
9. Czy przeprowadzono pomiary naprężeń w powłokach?
10. Jaka była chropowatość powierzchni powłok przed testem korozji wysokotemperaturowej?
11. W wielu przypadkach (np. rys. 4.7, rys. 4.8) Autor w podpisach nie wyjaśnił czym są odpowiednie rysunki: „a”, „b)” itd.
12. Rys. 4.18 – przedstawiono 4 dyfraktogramy dla różnych czasów utleniania w temperaturze 1100 °C, jednak żaden z nich nie odpowiada 360 h, jak to jest w podpisie pod tym rysunkiem. Proszę o wyjaśnienie.
13. Zdjęcia SEM proszków powinny być ujednolicone co do powiększenia.
14. Rys. 5.17 – w podpisie powinna być informacja które dyfraktogramy odpowiadają jakiemu materiałowi.

Uwagi natury semantycznej:

1. Na str. 1 Autor stosuje skrót ACM jako *advanced ceramics*, podczas gdy powinno być *advanced ceramic materials* (zgodnie z wprowadzonym wykazem skrótów i symboli)
2. Tabela 3.2 – Autor jako „palnik” stosuje słowo „*burner*”, podczas gdy w literaturze przedmiotu poprawna nazwa to „*plasma torch*”.
3. Parametr nazwany przez Autora jako „odległość pomiędzy dyszą a podłożem” w literaturze przedmiotu określany jest jako „odległość natryskiwania”.
4. Na str. 62 najpewniej przez omyłkę podano utlenianie w temperaturze 1100 °C przez 3600 h zamiast 360 h.
5. Autor w podpisie pod rys. 5.13 umieścił informację, że są to wyniki dla termicznej analizy różnicowej, podczas gdy na osi pionowej znajduje się oznaczenie skaningowej kalorymetrii różnicowej. Proszę o wyjaśnienie.



Wniosek końcowy

Należy zdecydowanie podkreślić, że zawarte w mojej recenzji uwagi oraz sugestie nie wpływają na holistyczną ocenę rozprawy doktorskiej, która jest jednoznacznie pozytywna.

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa doktorska **mgra inż. Amjadala Iqbala**, pt. *„Characterization of destruction processes in two phase thermal barrier coatings – model investigations in conditions of high temperature oxidation and corrosion in liquid salts deposits”* spełnia wymogi stawiane pracom na stopień doktora nauk inżynieryjno-technicznych, określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (Dz. U. 2024 poz. 1571 z późn. zm.). W związku z powyższym **wnioskuję o dopuszczenie** rozprawy doktorskiej mgra inż. Amjadala Iqbala pod publiczną dyskusję oraz procedowanie kolejnych etapów w zakresie ubiegania się przez Doktoranta o stopień naukowy doktora nauk inżynieryjno-technicznych.





PhD. DSc. Eng. Leszek Łatka, associate professor

Wrocław, 16th of June 2025

Department of Metal Forming,

Welding and Metrology

Faculty of Mechanical Engineering

Wrocław University of Science and Technology

27 Wybrzeże Wyspiańskiego Street

50370 Wrocław

REVIEW

of the PhD thesis by MSc. Eng. Amjad Iqbal entitled

**„Characterization of destruction processes in two phase thermal
barrier coatings – model investigations in conditions of high
temperature oxidation and corrosion in liquid salts deposits”**

Supervisors: PhD. DSc. Eng. Grzegorz Moskal, associate professor
 Silesian University of Technology
 Prof. Albano Cavaleiro, PhD. DSc. Eng.
 University of Coimbra

Basis of the review development:

This review was prepared on the basis of the letter with reference number RDIMa.512.1.2025, dated on 16th of April 2025, which was signed by the Chairman of the Scientific Discipline Council of Materials Engineering of the Silesian University of Technology, Prof. Adam Grajcar, PhD, DSc, Eng.



1. General characteristics of the dissertation

The PhD thesis by MSc. Eng. Amjad Iqbal entitled „Characterization of destruction processes in two phase thermal barrier coatings – model investigations in conditions of high temperature oxidation and corrosion in liquid salts deposits” has been prepared as a 114-page monograph. It includes a table of contents, lists of figures and tables, a list of symbols and abbreviations, seven substantive chapters, a list of references and a summary in English, Polish and Portuguese. The thesis was written in English.

The dissertation submitted for review has a slightly different structure than a typical PhD thesis. After a several-page introduction devoted to the issues of thermal barrier coatings (TBC), the author indicates a research gap that concerns two-phase ceramic layer systems. The PhD student has adopted the resistance of coatings to oxidation and high-temperature corrosion as the main subject of his own research. For this purpose, he has posed three research questions that can be considered the thesis of the dissertation:

- *Are two phase systems (pyrochlore and zirconia) stable at high temperature?*
- *How dual phase systems will degrade under an environment of a corrosive Na_2SO_4 salt (source from fuel impurities, airborne salt), which melts at relatively low temperatures?*
- *How the presence of dual phases, including interfaces and boundaries, affects the coating's stability and resistance to phase changes or degradation at high temperatures with Na_2SO_4 exposure?*

Then the PhD student presents a work scheme, in which he briefly describes what is in each chapter. Only the next chapter is a broad review of existing literature. The third chapter is a description of the method of producing thermal barriers and research methods. The next three chapters concern the results of tests on coatings of three different materials: lanthanum zirconate (LZO), gadolinium zirconate (GZO) and lanthanum cerate (LCO). Each of these chapters has a similar structure, a separate discussion of the results for a given material



and separate literature. The last chapter is a general summary and framework conclusions.

The bibliography of the dissertation of Mr. Amjad Iqbal includes over 160 items, which can be divided as follows:

- 6 own articles where PhD student is the first author (4 of them are papers from the JCR list with a total IF = 24.3);
- most of the cited articles come from journals in which the issues of coating deposition and their detailed investigations are in the core of interest and have a recognized position in the international scientific community;
- an appropriately balanced ratio can be observed an appropriately balanced ratio between classical references on the described issues and the current ones (over 50 papers from the last 5 years);
- more than 1/3 of the references concern the technology of manufacturing thermal barrier coatings (which indicates that the PhD student, apart from materials engineering, also explored issues related to mechanical engineering);
- almost half of the cited references concern the broadly understood characteristics of thermal barrier coating systems (including thermal shock resistance, CMAS attacks), which indicates the Author's comprehensive approach to the described issues (especially in the literature review).

2. The subject of the thesis and research problem

The subject taken up by the PhD student in this dissertation is current and extremely valuable from a useful point of view. Thermal barrier coating systems (TBCs) have been continuously developed for over half a century and the results of the research carried out are often an impulse for innovative implementations in the aviation or energy industry.

The directions of development of TBC systems are related to increasing their durability, extending the life-time as well as the possibility of working in increasingly higher temperatures and in an unfavourable environment. From a



useful point of view, it leads to increased reliability of operation, e.g. gas turbines, which translates directly into extending the time of failure-free operation, as well as reducing the frequency and number of repairs.

The goals presented above can be achieved in two ways. One way is to modify the technological process of manufacturing thermal barrier coatings. In this field, two methods can be used: suspension plasma spraying, SPS, and solution precursor plasma spraying, SPPS. However, in both cases, certain limitations can be encountered, especially from the point of view of the possibilities of industrial conditions. The second way is to use new materials with an unchanged manufacturing process. Such a solution requires a lot of research and analysis, but after obtaining good results, it is an easier method to implement in industry.

In this dissertation, the research problem proposed by the PhD student concerned the use of new materials and their specific architecture, a mixture of two phases: conventional yttria-stabilized zirconium oxide (8YSZ) and lanthanum zirconate (LZO), gadolinium zirconate (GZO) and lanthanum cerate (LCO) as the outer layer of the thermal barrier coating. The research was conducted in terms of resistance to oxidation and high-temperature corrosion. The choice of research topic is in line with the global trend of searching for the possibilities of operating turbines at increasingly higher temperatures. In addition, it is very important to develop new or modified ceramic materials characterized by better properties compared to their conventional counterparts.

Taking into account all the above considerations, it should be recognized that from both a scientific and utilitarian point of view, the subject of the dissertation submitted for review is important and current. *Expressis verbis* it meets the requirements for doctoral theses, which are carried out in the scientific discipline of Materials Engineering.



3. Analysis and evaluation of the content of the dissertation

Based on the substantive analysis of the scope and content of the submitted dissertation, it should be clearly stated that it fits into the scientific discipline of Materials Engineering. I consider the dissertation of Mr. Amjad Iqbal to be interesting and valuable, both in terms of science and utility. The doctoral student correctly completed the assumed research tasks, planned and conducted numerous experiments, which concerned both coating materials, as well as coatings after spraying and subjected to the action of corrosive factors.

In this work it should be emphasized that the PhD student conducted comprehensive material tests, starting with an in-depth characterization of coating materials and coatings. The effects of numerous experiments conducted in terms of phase stability under high-temperature corrosion and oxidation conditions were presented by the Author in the form of many photographs, chemical composition analyses, phase composition analyses and curves from differential thermal analysis (DTA). It is interesting that for the clarity of the results and the conclusions drawn from them, he proposed individual considerations for each material system.

I consider the most important achievement of the PhD student to be the comprehensive explanation of the degradation mechanism of two-phase coatings based on rare earth elements (La and Ga), both in terms of the corrosive environment and oxidation at high temperatures. Moreover, special attention should be paid to the fact that long-term oxidation tests (up to 2000 h) were carried out, which have not been previously presented in the literature on the subject. The comparative analysis of two-phase coatings with samples in the form of compressed powders in relation to high-temperature corrosion and oxidation at a temperature of 1100 °C is also important.



4. Critical comments and suggestions

The reviewed dissertation was prepared correctly in terms of content and language. Nevertheless, several issues raised in the dissertation raise certain reservations (which, however, does not reduce the positive overall assessment of the dissertation). Comments (sometimes questions) were formulated in the three following groups of a substantive, general and semantic nature.

Comments on the merits:

1. On page 36 the Author stated that the spray parameters of the primer and the outer ceramic coating are the same (given in Table 3.2). This is a very controversial statement, because the bond-coat is manufacture from a metal alloy (NiCrAlY), while the top-coat is from ceramic. Please clarify this.
2. The dimensions of the substrate (especially thickness) on which the coatings were applied were not provided.
3. On page 37 the Author stated that the coatings were sprayed onto a "flat substrate". Please explain this statement.
4. When analyzing Table 3.2 (spraying process parameters), several formulations were observed that are unclear and require explanation by the Author:
5. powder feed [g/min] and powder feed rate [mm/s] have different units and different values;
6. revolution [rpm] – but of what?
7. plasma torch diameter – the value given is 150, but the units are missing;
8. Fig. 4.3 – numerous unmelted powder particles can be observed. Please explain what could have caused this. In addition, cracks are visible on the surface (Fig. 4.3d), was the density of cracks determined? Was preheating carried out before spraying? Similar unmelted particles and cracks were also observed on SEM images of the surfaces of the remaining coatings (Chapter 5 and Chapter 6).
9. Were the coating adhesion tests carried out?



10. Comparing the cross-sections of the investigated coatings, an appropriately balanced ratio can be observed differences in the thickness of both the bond-coat and the top-coat two-phase ceramic coating. Moreover, in the case of the GZO/YSZ coating, the bond-coat is clearly more porous. Please clarify this.
11. What was the purpose of presenting the changes and formation of new phase components of GZO/YSZ coatings after the long-term oxidation process (up to 2000 h) at 1100 °C for different shares of ceramic components (25% 8YSZ+75% GZO, 50% 8YSZ+50% GZO, 75% YSZ+25% GZO), while only the 50% 8YSZ + 50% GZO system was investigated in the doctoral thesis?
12. Why was no differential thermal analysis study carried out for the LCO material analogously to LZO and GZO?

General comments:

1. Table 1.1 – the placement of ZrO₂ and 8YSZ in the group of advanced ceramic materials is somewhat of a misunderstanding. It can be added here that the above materials were introduced as a reference level.
2. Table 3.1 – is the presented chemical composition of the substrate the result of the Author's own analyses?
3. Fig. 3.1 – the diagram is poorly visible.
4. There were several items in the literature that were repeated, for example: [21] and [23] at the end of Chapter 2, as well as [23] and [37] at the end of Chapter 4.
5. On page 39 the Author states that the samples were exposed to Na₂SO₄ for a total of 342 h, while exposure at 920 °C lasted 240 h and at 970 °C it was 96 h, which gives a total of 336 h.
6. The author states that all powders were commercial materials, but with the exception of the NiCrAlY powder, he does not provide the manufacturer or trade symbol.
7. Fig. 4.1 – the caption should indicate the magnification, not the size of the scale bar.



8. Coating cross-section analysis – did the Author quantify the porosity of the coatings as well as the shape and size of the pores?
9. Were stress measurements performed on the coatings?
10. What was the surface roughness of the coatings before the high temperature corrosion test?
11. In many cases (e.g. Fig. 4.7, Fig. 4.8) the Author did not explain in the captions what the relevant figures are: "a)", "b)", etc.
12. Fig. 4.18 – 4 diffraction patterns for different oxidation times at 1100 °C are shown, but none of them corresponds to 360 h, as is stated in the caption under this figure. Please clarify this.
13. SEM images of powders should be standardized in magnification.
14. Fig. 5.17 – the caption should include information about which diffraction patterns correspond to which material.

Semantic comments:

1. On page 1 the Author uses the abbreviation ACM as advanced ceramics, while it should be advanced ceramic materials (according to the introduced list of abbreviations and symbols)
2. Table 3.2 – The author uses the word “burner”, while in the literature the correct name is “plasma torch”.
3. The parameter named by the Author as "distance between the nozzle and the substrate" is referred to in the literature as "spraying distance".
4. On page 62, most probably by mistake, oxidation at 1100 °C for 3600 h was given instead of 360 h.
5. The author in the caption under Fig. 5.13 placed the information that these are results for differential thermal analysis, while the vertical axis contains the designation of differential scanning calorimetry. Please clarify this.



Final conclusion

It should be strongly emphasized that the comments and suggestions contained in my review do not influence the holistic assessment of the doctoral dissertation, which is unequivocally positive.

In conclusion, I state that the doctoral dissertation of MSc Eng Amjadal Iqbal entitled *"Characterization of destruction processes in two-phase thermal barrier coatings – model investigations in conditions of high temperature oxidation and corrosion in liquid salts deposits"* meets the requirements for theses for the degree of doctor of engineering and technical sciences, specified in art. 187 of the Act of 20th of July 2018 - *"Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce"* (Journal of Laws 2024, item 1571 as amended). In connection with the above, I request that the doctoral dissertation of Mr. Amjadal Iqbal be admitted to public discussion and that subsequent stages of the PhD Student's application for the academic degree of Doctor of Engineering and Technical Sciences be proceeded with.



