



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 Przewodniczącą Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej, Prof. dra hab. inż. Adama Grajcara.



1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska Pana 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*” 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 utylitarne 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 o dwóch metodach: natryskiwanie plazmowe z zawiesin, 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 niezmiennym 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 utylitarne 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.