

Gliwice, 19 marca 2026 r.

dr hab. inż. Radostaw Swadźba
Sieć Badawcza Łukasiewicz – Górnośląski Instytut Technologiczny
ul. K. Miarki 12-14
44-100 Gliwice

POLITECHNIKA POZNAŃSKA WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I FIZYKI TECHNICZNEJ		
DNIA	25-03-2026	DNIA
WPŁYNEŁO		

DF-510/31/2026

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Grzegorza Kubickiego
pt. „Opracowanie technologii wytwarzania powłok z faz MAX
metodą aerosol cold spray”

Niniejsza recenzja została opracowana w oparciu o pismo nr DF-63/8/2026 Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Poznańskiej, Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Technicznej, dr hab. Mirosława Szybolicza, prof. PP, w związku z uchwałą z dnia 5 grudnia 2025 r.

Wprowadzenie

Praca doktorska została zrealizowana pod opieką promotora, prof. dr. hab. inż. Jarosława Jakubowicza, oraz promotora pomocniczego, dr. hab. inż. Dariusza Garbca.

Rozprawa liczy 99 stron, zawiera 118 pozycji literaturowych, 16 tabel oraz 47 rysunków. Ma klasyczny i przejrzysty układ. Obejmuje streszczenie, wstęp, przegląd stanu wiedzy (stan techniki) wraz z podsumowaniem, sformułowanie celu rozprawy, opis metodyki badawczej, prezentację wyników i ich dyskusję, a także podsumowanie oraz wnioski końcowe.

Doktorant przedstawił swój dorobek naukowy, obejmujący 6 artykułów opublikowanych w wysoko punktowanych czasopismach naukowych oraz 1 artykuł w materiałach konferencyjnych. Brał udział w czterech konferencjach naukowych oraz uczestniczył w realizacji dwóch projektów międzynarodowych finansowanych w ramach programów Horyzont 2020 i Horyzont Europa, a także czterech projektów krajowych.

Odbył staż naukowy na Uniwersytecie Karola III w Madrycie. **Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że doktorant jest współautorem trzech patentów bezpośrednio związanych z tematyką rozprawy doktorskiej.**

Badania przedstawione w rozprawie były współfinansowane ze środków programu „Doktorat wdrożeniowy” Ministerstwa Edukacji i Nauki, realizowanego w latach 2021–2025 (nr grantu DWD/5/0214/2021).

Ocena merytoryczna pracy

We wstępie Autor formułuje następujący cel pracy: „Niniejsza praca ma na celu stworzenie kompleksowego rozwiązania, umożliwiającego syntezę innowacyjnych materiałów, jakimi są węgliki trójskładnikowe – fazy MAX, a następnie wytwarzanie powłok z ich użyciem, za pomocą autorskiej metody natryskiwania aerozolu na zimno.”

Cel rozprawy jednoznacznie wskazuje zarówno na aspekt materiałowy (synteza faz MAX), jak i technologiczny (opracowanie metody wytwarzania powłok). Podkreślenia wymaga interdyscyplinarny charakter podjętej problematyki, obejmującej zagadnienia z zakresu inżynierii materiałowej oraz technologii wytwarzania.

W przeglądzie literatury Doktorant przedstawił charakterystykę faz MAX, ich właściwości oraz metody syntezy. Wskazał, że fazy MAX stanowią grupę trójskładnikowych węglików i azotków o ogólnym wzorze $M_{n+1}AX_n$, gdzie M oznacza metal przejściowy, A – pierwiastek z grupy 13 lub 14, natomiast X – atom węgla lub azotu.

Autor trafnie podkreślił, że obecność silnych wiązań kowalencyjnych M–X, charakterystycznych dla materiałów ceramicznych, oraz relatywnie słabszych wiązań o charakterze metalicznym M–A w strukturze krystalicznej przekłada się na unikatowe połączenie właściwości fizycznych i mechanicznych. W rezultacie fazy MAX łączą cechy typowe zarówno dla materiałów ceramicznych (wysoka odporność termiczna, twardość, odporność chemiczna), jak i metalicznych (przewodnictwo elektryczne i ciepłe, pewna plastyczność, zdolność do przenoszenia obciążeń).

W przeglądzie literatury Doktorant omówił procesy natryskiwania cieplnego i kinetycznego, ze szczególnym uwzględnieniem natryskiwania na zimno (Cold Spray), osadzania aerozolu (Aerosol Deposition, AD) oraz natryskiwania kinetycznego faz MAX.

Przedstawił charakterystykę stanowiska ACS (Aerosol Cold Spray), opracowanego w Sieci Badawczej Łukasiewicz – Poznańskim Instytucie Technologicznym przy udziale Doktoranta, co należy ocenić jako istotny element jego wkładu koncepcyjnego i badawczego.

W odniesieniu do faz MAX Doktorant trafnie wskazał, że jednym z głównych ograniczeń ich szerszego zastosowania jest brak wydajnych metod syntezy umożliwiających otrzymywanie tych materiałów w większej skali, przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej czystości fazowej. Parametr ten ma kluczowe znaczenie dla zapewnienia stabilnych i powtarzalnych właściwości eksploatacyjnych elementów wytwarzanych z faz MAX.

Doktorant podkreślił, że metody natryskiwania kinetycznego – w szczególności natryskiwanie na zimno oraz osadzanie aerozolu – stanowią obiecujące technologie wytwarzania powłok na bazie faz MAX. Wynika to z ich ograniczonego oddziaływania cieplnego na materiał osadzany, co ma istotne znaczenie w kontekście wrażliwości faz MAX na degradację mikrostruktury pod wpływem podwyższonej temperatury.

Doktorant wskazał również na ograniczoną liczbę doniesień literaturowych dotyczących wytwarzania powłok z faz MAX z wykorzystaniem niskociśnieniowego natryskiwania na zimno (LPCS – Low Pressure Cold Spray), w szczególności w zakresie ich odporności korozyjnej, wysokotemperaturowej oraz właściwości mechanicznych. Zidentyfikował tym samym wyraźną lukę badawczą w tym obszarze.

Za zasadne uznał prowadzenie dalszych prac nad procesem natryskiwania aerozolu na zimno, rozwijanym na podstawie metody LPCS, z zastosowaniem generatora aerozolu oraz komory próżniowej charakterystycznej dla metody osadzania aerozolu. **Takie podejście wskazuje na próbę połączenia zalet obu metod i stanowi interesujący kierunek badawczy.**

Doktorant podjął problem obróbki poprocesowej powłok z wykorzystaniem spiekania swobodnego oraz spiekania iskrowo-plazmowego (SPS), a następnie przeprowadził ocenę wpływu tych procesów na mikrostrukturę wytworzonych powłok, ich właściwości mechaniczne oraz odporność na korozję i wysokotemperaturowe utlenianie.

Oceniając część rozprawy dotyczącą analizy literatury źródłowej należy stwierdzić, że stanowi ona zwięzłą i logiczną prezentację danych dotyczących metod wytwarzania, właściwości materiału i powłok MAX, oraz spójną całość wykonaną starannie pod względem stylistycznym. Stwierdzam, że rozdział dotyczący przeglądu literatury w pełni wyczerpuje wymagania stawiane pracy doktorskiej. W szczególności należy podkreślić wysoki poziom krytycznej analizy danych, które zawierają wiedzę o podstawach technologii wytwarzania powłok MAX. Ta podstawowa wiedza jak się okaże, z sukcesem zostanie wykorzystana w części praktycznej. Przegląd wykonano w oparciu o szeroki zasób danych literatury źródłowej.

W części badawczej pracy Doktorant przedstawił syntezę faz MAX z wykorzystaniem syntezy mechanicznej oraz spiekania iskrowo-plazmowego (SPS).

W układzie Cr–Al–C zaobserwowano wzrost intensywności pików dyfrakcyjnych faz na bazie chromu, co wskazuje na postępującą reakcję i tworzenie fazy docelowej. W układzie Ti–Al–C (2:1:1) zidentyfikowano fazy Ti_2AlC oraz TiC, natomiast dla składu 3:1:2 – TiC, Ti_2AlC i Ti_3AlC_2 . Wskazano na konieczność zastosowania spiekania SPS, szczególnie w przypadku Cr_2AlC , w celu zwiększenia czystości fazowej materiału. Zasadnie podkreślono znaczenie modyfikacji składu mieszaniny proszkowej, obejmującej podwyższoną zawartość Al i obniżoną zawartość grafitu. Zastosowanie spiekania SPS umożliwiło uzyskanie wysokiej czystości faz MAX: Ti_2AlC (98,1%), Cr_2AlC (99,4%) oraz Ti_3AlC_2 (99,4%).

W zakresie wytwarzania powłok Doktorant wyróżnił trzy etapy procesu: przygotowanie podłoża, przygotowanie materiału proszkowego oraz opracowanie parametrów natryskiwania. Przygotowanie podłoża obejmowało piaskowanie i kulowanie, natomiast materiał powłokotwórczy uzyskano poprzez rozdrobnienie spieków faz MAX. Do natryskiwania wybrano frakcję proszku o uziarnieniu $< 45 \mu m$.

Na podstawie przeprowadzonych badań Doktorant określił kluczowe parametry osadzania z aerozolu dla powłok Ti_2AlC , Cr_2AlC i Ti_3AlC_2 , obejmujące m.in. temperaturę i ciśnienie gazu roboczego, prędkość przesuwu próbki oraz odległość wylotu dyszy od podłoża. Na rys. 28 nie przedstawiono obrazów całej powłoki dla większych odległości dyszy od próbki. Zasadne byłoby również podanie grubości powłok

uzyskanych dla każdego zestawu parametrów (ciśnienie–odległość), co umożliwiłoby pełniejszą ocenę efektywności procesu. Wyjaśnienia wymaga ponadto przyczyna warstwowej budowy powłok wytwarzanych przy ciśnieniu 8 bar oraz odległościach 10 i 15 mm.

Otrzymane powłoki poddano następnie obróbce cieplnej z wykorzystaniem spiekania swobodnego (1000 °C, 2 h) oraz spiekania iskrowo-plazmowego (1000 °C, 1 min, 16 bar). **Wymaga doprecyzowania sposób doboru temperatury spiekania swobodnego. Z danych literaturowych wynika, że powłoki Ti_2AlC poddawane są zazwyczaj obróbce cieplnej w temperaturze ok. 800 °C, natomiast Cr_2AlC – w ok. 700 °C, głównie w celu ich krystalizacji.** Zasadne jest zatem uzasadnienie wartości przyjętych parametrów procesu, w szczególności temperatury 1000 °C, w kontekście jej wpływu na stabilność fazową i mikrostrukturę powłok.

W toku realizacji pracy Doktorant prowadził badania mikrostruktury oraz składu fazowego zarówno materiałów powłokotwórczych, jak i wytworzonych powłok. Dokonał także kompleksowej charakterystyki powłok, obejmującej ocenę przyczepności, odporności na zużycie cierne, korozję oraz utlenianie wysokotemperaturowe.

Badania wykazały, że podczas osadzania powłok na bazie faz MAX nie zachodzą przemiany fazowe ani amorfizacja struktury. W kolejnym etapie Doktorant przeprowadził próby technologiczne spiekania powłok metodą spiekania swobodnego oraz spiekania iskrowo-plazmowego (SPS). Dokonał szczegółowej charakterystyki i analizy porównawczej składu fazowego materiału proszkowego, powłok po natryskiwaniu oraz po obróbce poprocesowej. **Takie systematyczne i metodyczne podejście do opracowania technologii wytwarzania powłok wskazuje na umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktoranta.**

Badania wykazały, że w wyniku zastosowania procesu spiekania swobodnego w powłokach Ti_2AlC i Ti_3AlC_2 dochodzi do powstawania węglików tytanu, natomiast w powłokach Cr_2AlC – węglików chromu. Tego efektu nie zaobserwowano w przypadku spiekania iskrowo-plazmowego (SPS), przy którym stwierdzono wzrost intensywności sygnałów dyfrakcyjnych odpowiadających fazom MAX. **Analiza mikrostruktury**

wykazała, że grubość powłok wynosi kilkadziesiąt mikrometrów, jednak nie przedstawiono dokładnych wyników pomiarów dla każdej z powłok.

W wyniku spiekania swobodnego stwierdzono również dyfuzję pierwiastków pomiędzy powłokami a podłożem stalowym. W powłokach na bazie Ti dochodziło do tworzenia faz międzymetalicznych, m.in. Fe_4Al i Fe_3Al w podłożu oraz TiC na granicy powłoki z podłożem. W przypadku powłok Cr_2AlC dyfuzja była szczególnie wyraźna i wiązała się z powstawaniem węglików Cr_3C_7 i Cr_3C_2 oraz pojawieniem się porowatości w powłoce.

Doktorant wykazał, że zastosowanie spiekania iskrowo-plazmowego ogranicza powstawanie strefy dyfuzyjnej między powłoką a podłożem, zmniejsza poziom porowatości oraz ogranicza formowanie niepożądanych węglików.

Zwracam uwagę na występowanie w pracy określeń o charakterze potocznym lub nie w pełni adekwatnych do stylu naukowego, takich jak: „wylicencjonowane”, „jednym z konceptów”, „kolizja z materiałem podłoża” czy „integralność powłoki”. W mojej ocenie wskazane byłoby zastąpienie ich bardziej precyzyjną terminologią.

W odniesieniu do tej części pracy nasuwają się następujące uwagi i pytania:

- Na profilach liniowych EDS (rys. 33–41c) nie oznaczono osi Y. Konieczne jest wskazanie, czy przedstawiono udziały atomowe czy masowe oraz czy wartości te są zgodne ze składem faz MAX.
- Porównanie mikrostruktur Ti_2AlC przed i po spiekaniu swobodnym (rys. 33 i 36) sugeruje wzrost porowatości, mimo, że Autor wskazuje na brak zmian morfologii; wymaga to komentarza.
- Dlaczego tylko w przypadku powłok Cr_2AlC stwierdzono zwiększoną zawartość tlenu a w przypadku powłoki Ti_2AlC i Ti_3AlC_2 nie?
- Należy wskazać, czy podczas spiekania stwierdzono powstawanie tlenków wewnątrz powłoki, ponieważ analizy EDS wykazują podwyższoną zawartość tlenu.
- Spiekanie swobodne powłok Cr_2AlC zwiększyło ich porowatość; w przypadku SPS efekt ten był mniejszy, ale również zauważalny. Warto odnieść się do mechanizmu tego zjawiska.

W toku pracy Doktorant przeprowadził badania przyczepności powłok metodami zrywania i poprzecznego zarysowania. Stwierdzono, że większość przetomów zachodzi na granicy rozdziálu kleju z powłoką, przy czym wyjątkiem jest powłoka Ti_2AlC , dla której odnotowano ok. 80% przetomów kohezyjnych. **Warto doprecyzować przyczynę tego zjawiska.**

Na podstawie testów poprzecznego zarysowania wykazano, że oba zastosowane procesy spiekania zwiększają odporność powłok Ti_2AlC i Cr_2AlC na pękanie oraz delaminację. Doktorant ujawnił również zasadnicze różnice w wpływie spiekania swobodnego i iskrowo-plazmowego na właściwości powłok Cr_2AlC , Ti_2AlC i Ti_3AlC_2 . Stwierdzono, że oba rodzaje spiekania zwiększają twardość powłok na bazie Ti, natomiast spiekanie swobodne powłok Cr_2AlC powoduje jej obniżenie. W przypadku wszystkich powłok spiekanie iskrowo-plazmowe prowadziło do zwiększenia twardości i modułu Younga do wartości zbliżonych do materiałów litych.

Doktorant scharakteryzował także wpływ temperatury na współczynnik tarcia oraz objętościowy wskaźnik zużycia powłok w zakresie 20–600 °C. Zaobserwowano, że dla powłok Cr_2AlC i Ti_3AlC_2 w temperaturze 200 °C współczynnik tarcia ulega obniżeniu, natomiast przy 400 i 600 °C obserwuje się jego wzrost. Na tej podstawie wyróżniono trzy rodzaje zużycia: abrazyjne, abrazyjno-oksydacyjne oraz oksydacyjne.

Doktorant przeprowadził również badania utleniania wysokotemperaturowego powłok w zakresie 400–800 °C przez 500 godzin, analizując przy tym skład fazowy powierzchni po testach utleniania i tarciovo-zużyciowych. Zgodnie z literaturą, podczas badań powłoki Cr_2AlC tworzyły tlenki glinu lub chromu oraz węgliki Cr_7C_3 , powłoka Ti_2AlC – tlenki tytanu i Al_2O_3 , a powłoka Ti_3AlC_2 – TiO_2 .

Na podstawie prób potencjodynamicznych wykazano, że wszystkie powłoki charakteryzują się wyższą odpornością na korozję w roztworze NaCl niż podłoże ze stali S235, przy czym najwyższą odporność wykazywała powłoka Ti_2AlC .

Dalsze uwagi:

- W opisie rys. 46 brakuje informacji dotyczących testów przeprowadzonych w temperaturze 800 °C; opis dla tej temperatury powtarza fragment odnoszący się do 600 °C.
- Nie przedstawiono zmian masy próbek ani wyników analizy mikrostruktury SEM po testach utleniania, co ogranicza możliwość pełnego porównania odporności powłok na utlenianie wysokotemperaturowe.

Podsumowanie

Podsumowując, pragnę zaznaczyć, że powyższe uwagi nie wpływają na pozytywną ocenę pracy, a wskazane przeze mnie błędy czy niedociągnięcia mają na celu doprecyzowanie interpretacji wyników oraz zwiększenie wartości merytorycznej pracy.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, jakim było opracowanie podstaw technologii wytwarzania powłok typu MAX, a Doktorant wykazał się odpowiednią wiedzą teoretyczną w dyscyplinie inżynieria materiałowa oraz umiejętnością samodzielnego prowadzenia badań naukowych. Spełnia zatem wymagania stawiane rozprawom doktorskim zgodnie z Ustawą Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce z dnia 20 lipca 2018 r. Wniosuję o dopuszczenie rozprawy doktorskiej do publicznej obrony.

P. I. T. S. A. A. A.
[Redacted signature]