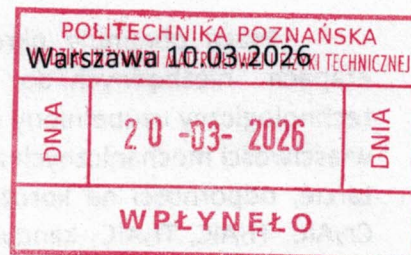


Dr hab. inż. Tomasz Mościcki, prof. IPPT PAN

Zakład Mechaniki Doświadczalnej

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

Ul. Pawińskiego 5B, 02-106 Warszawa



DF-510/29/2026

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. **Grzegorza Kubickiego**

pt. „**Opracowanie technologii wytwarzania powłok z faz MAX metodą aerozol cold spray**”

przygotowanej pod kierunkiem:

Promotora prof. dr hab. inż. Jarosława Jakubowicza

oraz dr hab. inż. Dariusza Garbca jako Promotora pomocniczego.

Recenzja opracowana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Poznańskiej, pismo nr DF-63/8/2026 z dnia 5 grudnia 2025 r.

1. Ocena trafności wyboru tematu, ogólna charakterystyka i analiza pracy

Fazy MAX, a w szczególności dwuwymiarowe MXene zostały odkryte około 15 lat temu i aktualnie są przedmiotem intensywnych prac technologicznych i badań naukowych. U podstaw tego zainteresowania leżą ich specyficzne właściwości tj. łączenie cech materiałów ceramicznych, jak i metalicznych. Fazy MAX wykazują szczególną odporność na warunki wysokotemperaturowe, tarciovo-zużyciowe i korozyjne, jednocześnie zachowując niską gęstość i zdolność do przenoszenia obciążeń. Dzięki tym szczególnym właściwościom faz MAX takich jak Cr_2AlC , Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 możliwe jest m.in. zastosowanie ich jako międzywarstwy w powłokowych barierach cieplnych, czy elementów grzewczych. Połączenie wysokiej odporności na zmiany strukturalne spowodowane oddziaływaniem promieniowania jonizującego, odporności na utlenianie oraz korozję wysokotemperaturową czyni fazy MAX obiecującym materiałem do zastosowań nuklearnych. Nie bez znaczenia jest też fakt, że fazy te mogą być prekursorem do wytwarzania materiałów 2D, jakimi są MXene, które z kolei mogą być stosowane jako np. powłoki chroniące przed interferencją magnetyczną czy elektrody do nowoczesnych baterii. Ze względu na to, że aktualnie używane metody otrzymywania fazy MAX są wciąż niedoskonałe, a ich użycie generuje wysokie koszty, konieczne jest opracowywanie nowych sposobów wytwarzania tych materiałów.

Z tego powodu temat przedłożonej pracy doktorskiej jest uzasadniony od strony poznawczej i aplikacyjnej. Jednocześnie, w świetle istniejącej bazy literaturowej na temat

technologii wytwarzania, badania czy nawet modelowania faz MAX nie łatwo jest znaleźć obszar badawczy i cele, które dotychczas nie były zrealizowane. Opracowanie nowatorskiej metody syntezy warstw z fazy MAX z użyciem niskociśnieniowego natryskiwania aerozolu na zimno jest oryginalnym wkładem naukowym w dotychczasową wiedzę nt. wytwarzania, jak i właściwości faz MAX w postaci powłok.

Praca obejmuje określenie technologicznych parametrów procesów w kolejnych etapach niezbędnych do wytworzenia funkcjonalnych powłok z fazy MAX. Cały cykl technologiczny uzupełniony jest analizą właściwości eksploatacyjnych powłok, tj.: zbadaniem właściwości mechanicznych z zastosowaniem metody indentacji, odporności na zużycie przez tarcie, odporności na korozję oraz odporności na utlenianie. Do wytworzenia faz MAX: Cr_2AlC , Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 kandydat do stopnia doktora (KSD) wykorzystał elementarne proszki tytanu, aluminium, chromu oraz węgla w postaci grafitu. W pierwszym etapie proszki poddano mechanicznej syntezie z wykorzystaniem młynów planetarnych z czasem mielenia od 5 minut do 12 godzin. Następnie uzyskaną mieszaninę poddano spiekaniu iskrowo-plazmowemu. W kolejnym kroku KSD rozdrobnił spieczony materiał w celu przygotowania proszków do procesu natryskiwania. Parametry procesu osadzania z aerozolu opracowano stosując materiał Ti_2AlC . Zoptymalizowane parametry procesowe zastosowano do wytwarzania pozostałych dwóch materiałów. Ostatnim etapem uzyskania powłok o optymalnych właściwościach było ich ponowne spiekanie w temperaturze 1000 °C. W tym przypadku porównano spiekanie iskrowo-plazmowe oraz spiekanie swobodne. Oprócz przygotowania materiału powłoki ważnym elementem było również opracowanie metody przygotowania podłoża. Zastosowanie różnorodnych technik syntezy umożliwiło analizę porównawczą właściwości uzyskanych materiałów zarówno w postaci proszków, spieków, a także powłok, co jest także jednym z oryginalnych elementów pracy.

Struktura pracy jest logiczna i przejrzysta. Po przedstawieniu podstawowych danych nt. faz MAX oraz zwięzłego scharakteryzowania ich właściwości KSD przechodzi do metod ich syntezy, a w szczególności do natryskiwania cieplnego i kinetycznego. Jedną z metod wspomagania procesu kinetycznego osadzania powłok jest połączenie metody niskociśnieniowego natryskiwania na zimno z osadzaniem aerozolu, w wyniku czego opracowana jest nowatorska metoda natryskiwania aerozolu na zimno (ang. Aerosol cold spray, ACS), co zawarto w tytule pracy doktorskiej. Interesujące jest zestawienie metod natryskiwania kinetycznego do wytwarzania powłok z fazy MAX, z której go wynika, że aktualnie nie mam prac dotyczących niskociśnieniowego natryskiwania na zimno LCPS i lukę tą można zapełnić natryskiwaniem aerozolu na zimno (ACS). Tę część uważam za dobrze skonstruowaną. Ilość informacji i wybrane źródła literaturowe są wystarczające, aby na ich tle ocenić wyniki uzyskane przez Kandydata do stopnia doktora.

Cel pracy jest precyzyjnie sformułowany i nie budzi wątpliwości. W związku z tym, że jest to **doktorat wdrożeniowy** będący częścią programu Ministerstwa Edukacji i Nauki (numer grantu **DWD/5/0214/2021**) realizowanego w latach 2021-2025, głównym celem może tu być opracowanie technologii. Dlatego też technologia wytwarzania powłok z faz MAX: Cr_2AlC , Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 jest głównym celem rozprawy, co stanowi praktyczny i aplikacyjny charakter doktoratu. Następnie przedstawiono studia właściwości pokryć takich jak właściwości mechaniczne, odporność na zużycie cierne, odporność na korozję czy utlenianie, co odnosi się do części naukowej. Ważną częścią badawczo-naukową, są badania otrzymanych materiałów po każdej fazie procesu, jednakże nie zostało to przedstawione jako jeden z celów rozprawy. Całość przedstawiona jest w formie diagramu przedstawiającego

Schemat badawczy rozprawy doktorskiej (rysunek 17). Niestety jest barak odwołania do tego rysunku w tekście rozprawy. Ponieważ doktorat wdrożeniowy nie jest jedynie sprawozdaniem z wykonania prac inżynierskich, lecz naukowym dowodem na nowatorstwo wdrożonego rozwiązania, to w rozprawie brakuje postawienia i udowodnienia hipotez badawczych. Jednakże przy jasno zdefiniowanym celu pracy i podaniu zakresu badań sformułowanie hipotezy nie jest wymagane i jej brak w złożonej pracy nie wpływa na jakość rozprawy.

W ogólnej charakterystyce rozprawy warto podkreślić obszerny zakres przeprowadzonych prac, na który składa się zarówno część technologiczna, jak i badawcza. Rozprawa składa się z 7 rozdziałów i wykazu literatury cytowanej w tekście. Wśród 118 pozycji można odnaleźć 5 prac Doktoranta.

Metodyka pracy nie budzi wątpliwości. Uwagę zwraca zwłaszcza rzetelna procedura przygotowania kolejnych procesów skradających się na uzyskanie funkcjonalnych pokryć z fazy MAX w tym mikrostruktury, badania faz czy składu uzyskanych materiałów na każdym z etapów. KSD zwraca również uwagę na wpływ podłoża i konieczność przeprowadzenia szczegółowej procedury ich przygotowania.

Podsumowanie i wnioski sformułowane są w sposób zwięzły ze wskazaniem najważniejszych ustaleń. Podsumowanie zawiera również wskazanie kierunków dalszych badań na bazie wyników uzyskanych w pracy doktorskiej. Przedstawione w rozprawie opracowanie nowoczesnej i oryginalnej technologii wytwarzania materiałów typu fazy MAX ma **fundamentalny i bezpośredni wpływ na dziedzinę inżynierii materiałowej**. Innowacje wprowadzone przez mgr inż. Grzegorza Kubickiego w metodach wytwarzania powłok Cr_2AlC , Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 metodą natryskiwania aerozolu na zimno nie tylko pozwalają wytwarzać materiały o ulepszonych właściwościach, ale także redefiniują sposób, w jaki inżynierowie mogą projektować, badać i wykorzystywać te materiały w przemyśle.

Na stronach 12-15 rozprawy KSD zamieścił swój dorobek naukowy. Pomimo że Kandydat do stopienia doktora wdrożeniowego nie musi legitymować się dorobkiem naukowym na tak wysokim poziomie, jak w przypadku doktoratów akademickich, to jest on wyróżniający. Mgr inż. Grzegorz Kubicki wykazuje 6 artykułów naukowych w renomowanych czasopismach (sumaryczny impact factor 26,552), przy czym w dwóch z nich jest pierwszym autorem, a w pozostałych drugim. Świadczy to o dużym wkładzie w te publikacje. Oprócz publikacji KSD ma już 2 patenty i jedno zgłoszenie patentowe. Wszystkie pozycje związane są technologiami przedstawionymi w rozprawie doktorskiej. W przypadku patentu P.439434 przyznanego w dniu 3.12.2024 pt. „Generator aerozolu, zwłaszcza cząstek stałych” mgr inż. Grzegorz Kubicki jest pierwszym autorem, co świadczy o jego znaczącym zaangażowaniu w powstanie wynalazku wymienionego w tytule. Na uwagę zasługuje również zgłoszenie patentowe zarówno europejskie, jak i krajowe o numerze P.443638 z dnia 30.01.2023 (UPRP) i EP23460039 (EPO) z dnia 31.10.2023 dotyczące przygotowania mieszaniny proszkowej i doboru optymalnych parametrów spiekania iskrowo-plazmowego węglików trójskładnikowych, w tym przypadku fazy MAX. W składzie międzynarodowym autorów Doktorant ponownie jest głównym autorem. Ponadto KSD wykazuje udział w pięciu projektach badawczych. Na szczególną uwagę zasługuje tu udział w międzynarodowym projekcie B+R o numerze 101135965 (Horyzont Europa) pt.: „Safe and Sustainable by Design Graphene/Maxens Hybrids” (SAFARI), gdzie Doktorant był współautorem wniosku projektowego i jest członkiem zespołu B+R oraz kierownikiem zadania projektowego. Ponadto KSD odbył miesięczny staż naukowy w Uniwersytecie Karola III w Madrycie.

2. Ocena merytoryczna rozprawy

Omawiane w rozprawie zagadnienia materiałowo-technologiczne stanowią obszar ważny dla zastosowań przemysłowych związanych z problematyką wytwarzania powłok z fazy MAX o wyjątkowo korzystnych właściwościach użytkowych (niskiej gęstości, a jednocześnie wysokiej stabilności termicznej oraz odporności na zużycie i korozję). Przeznaczona do wytwarzania powłok fazy MAX technologia natryskiwania aerozolu na zimno z późniejszą obróbką po procesową w postaci spiekania swobodnego oraz spiekania iskrowo-plazmowego stanowi potencjalnie korzystne rozwiązanie umożliwiające ochronę powierzchni nowych i regenerację zużytych części maszyn.

Najbardziej wartościowe elementy pracy to:

1. Opracowanie metody wytwarzania powłok Cr_2AlC , Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 charakteryzujących się dużym stopniem zagęszczenia i brakiem pęknięć poprzecznych. Wady te były charakterystyczne dla metody wysokociśnieniowego natryskiwania na zimno. Uzyskane wydajności osadzania powłok są znacznie większe od uzyskanych metodą klasycznego osadzania aerozolu.
2. Porównanie właściwości uzyskanych materiałów w różnych fazach przygotowywania powłok. Dzięki temu można porównać zmiany, jakie zachodzą dla różnych postaci badanych materiałów tj. fazy proszkowej, litych materiałów po spiekaniu, powłok oraz powłok z zastosowaniem obróbki po procesowej w postaci spiekania swobodnego, czy iskrowo-plazmowego. Nie bez znaczenia jest również wyznaczenie zakresu parametrów niezbędnych do wytworzenia proszków na etapie mielenia i spiekania, jak i syntezy samych powłok obejmującej osadzanie i późniejszy poprocesing.
3. Uzyskanie właściwości powłok zbliżonych do materiałów litych (czyli osiągnięcie wysokiej gęstości, twardości i spójności strukturalnej) przynosi szereg kluczowych korzyści inżynierskich. Pozwala to na połączenie zalet podłoża z doskonałymi właściwościami powierzchniowymi, bez ryzyka typowego dla cienkich, kruchych warstw.
4. Szczegółowa analiza właściwości eksploatacyjnych uzyskanych powłok pozwala na potwierdzenie możliwości aplikacyjnych zarówno metody, jak i samych powłok. W szczególności:
 - Przeprowadzone badania wytrzymałości adhezyjnej wskazują na wysoką wytrzymałość powłok, powyżej 40–60 MPa. Dodatkowo, testy zarysowania poprzecznego wskazują na korzystny wpływ obróbki końcowej podłoża na przyczepność i spójność powłok Ti_2AlC i Cr_2AlC . Podobny efekt uzyskano w przypadku właściwości mechanicznych powłok, z wyjątkiem powłok Cr_2AlC spiekanych swobodnie, które wykazały zwiększoną porowatość w wyniku dyfuzji aluminium prowadzącej do tworzenia węglików Cr_3C_7 i Cr_3C_2 .
 - Przeprowadzone testy zużycia ciernego wskazują na niski współczynnik tarcia podczas prób w przeprowadzonych w temperaturze pokojowej. Wraz ze wzrostem temperatury badania zużycia współczynnik tarcia wzrasta do 0,5–0,8, a objętościowy wskaźnik zużycia maleje. Najniższe współczynniki tarcia niezależnie od temperatury uzyskano dla Ti_2AlC . Mechanizm zużycia

tego materiału ulega zmianom wraz ze wzrostem temperatury: zużycie abrazyjne w temperaturze od 20 do 300°C, zużycie abrazyjno-oksydacyjne w temperaturze do 600°C oraz zużycie oksydacyjne w temperaturze powyżej 900°C.

- Testy utleniania w wysokiej temperaturze potwierdzają tworzenie się tlenków aluminium i metalu przejściowego na powierzchni powłok. W przypadku powłoki z Ti_2AlC warstwa tlenków wytworzona została dopiero w wyniku próby przeprowadzonej w temperaturze 600°C, co wskazuje na większą odporność na utlenianie w porównaniu do pozostałych dwóch materiałów.
- Testy potencjodynamiczne wskazują na wzrost odporności powierzchni na korozję w przypadku powłoki fazy MAX. Jednak odporność na korozję jest nieco niższa niż w przypadku faz MAX w formie litej. Szybkość korozji $CR = 0,038$ (prawie dwukrotnie niższa niż podłoża S235) wskazuje, że potencjalnie najkorzystniejszym materiałem powłokowym w środowisku roztworu chlorku sodu jest Ti_2AlC .

Uwagi krytyczne i dyskusyjne

- Tytuł rozprawy „Opracowanie technologii wytwarzania powłok z faz MAX metodą aerosol cold spray” jest zlepkiem nazewnictwa polskiego i angielskiego. Zastanawiające jest, dlaczego w tytule Doktorant nie użył nazwy polskiej opracowanej przez siebie technologii, którą stosuje w dalszej części rozprawy tj.: *natryskiwanie aerozolu na zimno*.
- W rozdziale 5.1.1 brak jest dokładnego określenia stosunku ilości użytych proszków. Nie do końca jest jasne czy badane materiały zostały wytworzone z mieszaniny o składzie stechiometrycznym, czy raczej udział któregoś z pierwiastków był zmniejszany, lub zwiększany. W rozdziale 6.1.1 odnajdujemy stwierdzenie: *„Przeprowadzona w późniejszym etapie optymalizacja stechiometrii wykazała konieczność zastosowania zarówno 10% mas. nadstechiometrii aluminium dla każdej z wymienionych mieszanin oraz 10% mas. podstechiometrii grafitu, celem kompensacji strat wynikających z częściowego odparowania aluminium oraz nadmiaru węgla spowodowanego dyfuzją węgla z narzędzi stosowanych w trakcie spiekania.”* Nie jest jasne czy dotyczy to tylko mieszaniny Cr-Al-C, czy wszystkich mieszanin? Na czy polegała ta optymalizacja i czy udział 10% został zweryfikowany. Jaki był skład mieszanin użyty do dalszych etapów wytwarzania powłok?
- Czy parametr chropowatości 0,8 μm i związane z tym szlifowanie/polerowanie był stosowany do wszystkich badań właściwości użytkowych czy tylko do badania wytrzymałości na zużycie cierne? Jaka była rzeczywista chropowatość próbek bezpośrednio po osadzaniu?
- Czy analizy wielkości cząstek była zweryfikowana metodami mikroskopowymi np. na podstawie rysunku 27? Doktorant wspomina, że tworzyły się konglomeraty i aglomeraty proszków. Czy czas mielenia wpływał na zmniejszenie ich ilości lub wielkości?
- W równaniu 9 występuje gęstość materiału próbki. Czy wielkość ta została wyznaczona eksperymentalnie, czy użyto wartości teoretycznych do wyznaczania szybkości korozji?

- W rozdziale 5.4.5 brakuje informacji, w jakiej atmosferze (powietrza czy tlenu) zostały przeprowadzone badania odporności na utlenianie wysokotemperaturowe.
- Doktorant opisuje zmianę pików odpowiadających płaszczyznom (002) i (104) w dość szerokim zakresie kątów. O ile w przypadku odbicia (002) w zakresie 8-15° jest tylko jeden pik, to dla (104) nie jest już to takie jednoznaczne. Odpowiednie płaszczyzny powinny zostać wskazane na rysunkach. Zastanawiający jest również brak widma odpowiadającego Al_2O_3 w przypadku Ti_3AlC_2 . Wątpliwość ta pojawia się w momencie analizy rysunku 38c, gdzie po spiekaniu swobodnym na powierzchni warstwy (dystans 60) pojawia się wyraźny przyrost tlenu i aluminium w analizie liniowej EDS.
- Czy próbki przed analizą SEM i EDS pokrywane były węglem (grafitem)? Niejasny jest nagły, wysoki przyrost ilości węgla w momencie, kiedy analizowana powłoka się kończy (str. 65-73).
- Na jakiej podstawie stwierdzono obecność Fe_3Al , Fe_4Al (str. 73)? Czy są to wyniki zaczerpnięte z literatury?
- Dyskusyjnym problemem od strony technologicznej jest wpływ mikrometrycznych proszków na urządzenia próżniowe. W jaki sposób w zaproponowanym urządzeniu do natryskiwania aerozolu na zimno poradzono sobie z tym problemem? Czy proszki nie powodują zatykania się filtrów, czy zacierania się mechanizmów w stanowisku próżniowym?
- W doktoracie wdrożeniowym dorobek stricte akademicki (publikacje) zwykle ustępuje miejsca doświadczeniu zawodowemu, znajomości branży i realnemu pomysłowi na wdrożenie wyników badań w przedsiębiorstwie. Kandydat powinien wykazać, że jego praca doktorska przyniesie „firmie” wymierne korzyści innowacyjne. Jednakże w rozprawie odniesienia te są ograniczone. Takie odniesienie wydaje się logiczne szczególnie w rozdziale „Wnioski”.

Uwagi dotyczące redakcji pracy

Praca napisana jest w sposób rzeczowy, układ rozdziałów jest logiczny. Edycja końcowa tekstu jest dobra. Jednakże zauważyłem kilka miejsc wymagających korekty:

- W rozprawie brakuje spisu symboli wraz z ich wyjaśnieniem. Powoduje to pewne trudności z analizą rysunków czy tabel. Co oznaczają np.: symbole D_{10} , D_{50} czy D_{90} str. 59-61, czy I_{corr} , E_{kor} , EW, CR str. 86-87, itd.
- Rysunek 44 a,b - opisy krzywych są nie zgodne z podpisem rysunku.
- Str. 30 linia 6 nad rysunkiem powinno być „do” zamiast „to”.
- Str. 43, Tabela 5, „Przepływ” powinien być w linii poniżej.
- Str. 48, rysunek 19, w opisie wzoru powinno być pole przekroju stożka zamiast pole powierzchni stożka.
- Str. 82, Tabela 15, linia 800C, zamiast C_7C_3 jest C_7C_c

3. Wnioski końcowe

Dokonując oceny osiągnięć wynikających z badań własnych Doktoranta, stwierdzam, że zaprezentowane wyniki badań są na wysokim poziomie merytorycznym, z ogólną konkluzją, że opracowanie metody natryskiwania aerozolu na zimno i wytworzenie w pełni funkcjonalnych warstw fazy MAX w zupełności potwierdzają określony cel pracy z wyciągnięciem konstruktywnych wniosków.

W podsumowaniu oceny merytorycznej rozprawy doktorskiej Pana mgr. inż. Grzegorza Kubickiego można stwierdzić, że prezentując wyniki badań własnych z użyciem zaawansowanych metodyk technologiczno-badawczych, w zupełności zrealizował On założony cel pracy, jakim było opracowanie technologii natryskiwania aerozolu na zimno dedykowanego fazom MAX. Przeprowadzona przez Doktoranta analiza wyników badań stanowi oryginalne i wartościowe opracowanie z dużym potencjałem wiedzy materiałowo-technologicznej w zakresie wytwarzania metodami natryskiwania na zimno – powłok z dowolnej fazy MAX.

Pomimo z reguły zawsze nieuniknionych uwag o charakterze merytorycznym w pracach doktorskich, należy mieć na uwadze, że w opiniowanej monografii – mają one charakter dyskusyjny i stanowią sugestie dla dalszego kształtowania warsztatu naukowo-badawczego Doktoranta, który w mojej opinii wykazał się dobrą umiejętnością planowania eksperymentu w oparciu o znajomość zaawansowanych metodyk technologiczno-badawczych, których wyniki poddane zostały dyskusji merytorycznej z poprawnym wyciągnięciem wniosków końcowych.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim, określone ustawą (Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce / Dz. U. 2018 r. poz. 1689 wraz z późniejszymi zmianami w zakresie nadawania stopni naukowych), wnioskując tym samym o dopuszczenie Pana mgr. inż. Grzegorza Kubickiego do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Poznańskiej.



Dokument podpisany
przez Tomasz Mościcki
Data: 2026.03.20 09:47:52
CET

