

Poznań, 25.11.2024 r.

Prof. dr hab. inż. Michał Kulka
Politechnika Poznańska
Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki Technicznej
Instytut Inżynierii Materiałowej

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Kamila Bochry pt. „Warstwy i powłoki funkcjonalne do zastosowań w mechanizmach kosmicznych”

Recenzję rozprawy doktorskiej mgr. inż. Kamila Bochry opracowałem zgodnie z uchwałą Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa na Politechnice Warszawskiej z dnia 20.09.2024 r., na podstawie pisma Zastępcy Przewodniczącej Rady, Pani prof. dr hab. inż. Anny Boczkowskiej z dnia 24.09.2024 r.

1. Analiza pracy

Rozprawa doktorska pt. „*Warstwy i powłoki funkcjonalne do zastosowań w mechanizmach kosmicznych*” realizowana była w ramach programu Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego pt. „Doktorat wdrożeniowy”. W związku z tym, większy nacisk położono na rozwiązanie pewnych problemów technicznych niż na cele naukowe w postaci dogłębnego opisanie poszczególnych zagadnień czy zaobserwowanych zjawisk. Badania były realizowane we współpracy z Europejską Agencją Kosmiczną oraz firmą Astronika w ramach projektów JUICE oraz BoomCoat. Rozprawa związana jest z perspektywicznym kierunkiem rozwoju inżynierii materiałowej dotyczącym wytwarzania powłok w kontekście zastosowania ich w mechanizmach kosmicznych.

Rozprawa doktorska mgr. inż. Kamila Bochry wraz ze streszczeniami w języku polskim i angielskim, spisem treści, spisem rysunków, spisem tabel oraz bibliografią (48 pozycji) liczy 226 stron. W ramach tej pracy zrealizowano i opisano dwie ścieżki badań: kwalifikacyjną oraz badawczo-rozwojową (R&D). Obie ścieżki dotyczyły powłok wytwarzanych na podłożu z brązu berylowego, z którego taśmy są formowane w rury o przekroju otwartym, zwane „tubular boom”. Celem ścieżki kwalifikacyjnej było wstępne rozpoznanie rozwiązań dostępnych na rynku, zbadanie wybranej powłoki oraz zastosowanie jej na antenach urządzenia RWI (Radio Wave Instrument), stanowiącego część sondy JUICE (JUperiter ICy

moon Explorer), która wystartowała w kwietniu 2023r., by po kilku latach lotu poznawać m. in. Galileuszowe księżyce Jowisza i ich otoczenie. Kwalifikowaną powłoką była powłoka typu DLC (Diamond-Like Carbon), stosowana w celach ochronnych, a także regulująca właściwości termo-optyczne na antenach urządzenia RWI.

Na bazie doświadczeń ze ścieżki kwalifikacyjnej zdecydowano się poszerzyć wiedzę o możliwości stosowania także innych powłok w mechanizmach kosmicznych wytwarzanych głównie na rurach typu „tubular boom” z brązu berylowego, co znalazło swój wyraz w drugiej ścieżce badań – badawczo-rozwojowej (R&D). Do przetestowania wybrano kilka powłok, a dodatkowo przeprowadzano wstępną obróbkę mechaniczną podłoża w celu uzyskania możliwie równomiernej topografii powierzchni. Niektóre z tych powłok nanoszono na „tubular boomy” wykonane z kompozytu polimerowego zbrojonego włóknem węglowym (CFRP). W ścieżce badawczo-rozwojowej wykazano przydatność szerszej gamy powłok wraz z wstępną obróbką mechaniczną dla zastosowań w mechanizmach kosmicznych. Wykazano, że dzięki powłokom można uzyskać szeroki zakres właściwości termo-optycznych, a zatem pasywną kontrolę nad zakresami temperatury, do jakiej będą się nagrzewać, bądź wychładzać odsłonięte elementy satelitów czy sond kosmicznych.

Niewątpliwie rozprawa porusza szereg specyficznych problemów technicznych z punktu widzenia stosowania powłok w mechanizmach kosmicznych i w tym aspekcie zawiera interesujący aspekt nowości poruszając istotne problemy dotyczące inżynierii materiałowej, a dokładniej inżynierii powierzchni materiałów.

1.1. Analiza stanu zagadnienia

Rozprawa doktorska mgr. Inż. Kamila Bochrzy ma dość specyficzny układ treści, odmienny od układu typowych rozpraw, które są opracowywane w celu uzyskania stopnia doktora nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa. Autor podzielił pracę na dziewięć głównych rozdziałów, przy czym pierwsze dwa to streszczenia rozprawy w języku polskim i angielskim. W rozdziale 3. *Wstęp* Autor opisuje działalność firmy Astronika, we współpracy z którą powstała rozprawa w programie „Doktorat wdrożeniowy, Edycja II”. Już w tym rozdziale pojawiają się zagadnienia związane z analizą stanu zagadnienia. Autor wyjaśnia niemający w języku polskim odpowiednika termin „tubular boom” określający technologię, bazującą na cienkich taśmach, które mogą być nawinięte na szpule, dzięki czemu w czasie startu rakiety zajmują bardzo ograniczoną przestrzeń, a po zwolnieniu mechanizmów trzymających (np. na orbicie) są one rozwijane w sztywne, proste struktury o przekroju okręgu, a właściwie pierścienia o bardzo małej grubości. Autor identyfikuje zastosowanie

takich elementów na anteny czy systemy pozycjonowania innych instrumentów pomiarowych i jako najczęściej stosowane materiały na „tubular boomy” wskazuje brąz berylowy CuBe2, CFRP (Carbon Fibre Reinforced Polymer) lub stal. Do najważniejszych wymagań stawianych urządzeniom wysyłanym w kosmos zalicza czynniki ekonomiczne, które narzucają minimalizację masy w celu zmniejszenia kosztów wysłania satelity na niską orbitę lub sondy w daleką podróż, a także warunki środowiskowe, w których będzie przebywać sprzęt od momentu jego produkcji aż po koniec jego użytkowania, tj. magazynowanie, integracje, testy, start rakiety i pobyt w środowisku kosmicznym czy to na orbicie ziemskiej czy w dalszej przestrzeni kosmicznej warunki środowiskowe, w których będzie przebywać sprzęt od momentu jego produkcji aż po koniec jego użytkowania, tj. magazynowanie, integracje, testy, start rakiety i pobyt w środowisku kosmicznym czy to na orbicie ziemskiej, czy w dalszej przestrzeni kosmicznej. W dalszej części tego rozdziału Autor opisuje najważniejsze czynniki środowiskowe, tj. wilgotne powietrze na Ziemi, zimne zgrzewanie przy starcie satelity lub sondy, czy czynniki oddziałujące w kosmosie. W dalszej części tego samego rozdziału 3. *Wstęp* Autor wskazuje, że źródłem podjęcia tematu rozprawy była próba znalezienia powłok ochronnych dla tubular boomów, zastosowanych jako anteny w urządzeniu RWI (Radio Wave Instrument) na potrzeby pierwszej misji kosmicznej klasy L (ang. large - wielka) Europejskiej Agencji Kosmicznej - JUICE (JUperiter ICy moon Explorer). Opisuje też misję JUICE i jej wymagania środowiskowe oraz wskazuje cel tej misji zbadanie układu Jowisza, z głównym naciskiem na trzy lodowe księżyce - Ganimedesa, Kallisto i Europę, przy czym podróż do tego układu rozpocznie się w kwietniu 2023 r. i zajmie ponad 7 lat. Autor przedstawia konstrukcję instrumentu RWI wykonanego z brązu berylowego i wskazuje na wymagania, które musi on spełnić wraz z wytworzoną na nim powłoką.

W dalszej części rozdziału 3. *Wstęp* Autor stwierdza, że bazując na doświadczeniach związanych z wdrożeniem powłoki na anteny zastosowane w instrumencie RWI, podjęto kroki mające na celu poszerzenie wachlarza dostępnych obróbek powierzchniowych oraz pogłębienie wiedzy o innych czynnikach, kształtujących właściwości „tubular boomów” i rozpoczęto oddzielny projekt, w ramach którego wytworzono oraz przebadano szereg powłok, będących możliwymi alternatywami dla wybranego wcześniej rozwiązania. Istotną część analizy stanu zagadnienia Autor zawarł też w rozdziale 4. *Przegląd literatury – dobór powłok*. W tym rozdziale Autor zawarł przegląd dostępnych rozwiązań w zakresie powłok o pożądanym właściwościach termo-optycznych możliwych do zastosowania na instrument RWI. Dodatkowymi kryteriami była dostępność sprawdzonego dostawcy powłok oraz historia użycia w zastosowaniach kosmicznych. Do wstępnego etapu zostały wybrane następujące

powłoki: Solar Black, TiAlN, DLC (Diamond Like Carbon), TiN, czarny tlenek miedzi (black copper) różnych dostawców. Zaprezentowane zostały zalety i wady każdej z tych powłok pod względem zastosowania w materiałach stosowanych w warunkach kosmicznych. Powyższy przegląd tych powłok i wstępne testy doprowadziły do tego, że do dalszych prac wybrana została powłoka DLC, w dalszej części pracy oznaczana jako DLC RWI. W rozprawie skupiono się zatem na opisie jej kwalifikacji do międzyplanetarnej misji kosmicznej, pomijając etap wstępnych badań przeprowadzonych w celu wyboru najlepszego rozwiązania.

W rozdziale 4. *Przegląd literatury – dobór powłok* Autor przedstawił także 6 powłok wytypowanych do badań w ramach drugiej ścieżki badań – badawczo-rozwojowej (R&D). Były to powłoki: DLC o składzie Cr/ CrN+CrCN/Cr-C:H, DLC o składzie Cr/ W-C:H, DLC o składzie Cr/CrN+Ag/ Cr-C:H, SiC w postaci Si_xC_y – niestechiometrycznego węgla krzemu, ZrO_x+Ag – tlenku cyrkonu domieszkowanego srebrem oraz CrNi+TiO_x - FeCrNi/ TiO_x. W rozdziale tym Autor wyjaśnia, że pierwotny temat pracy „*Warstwy i powłoki funkcjonalne do zastosowań w mechanizmach kosmicznych*” został zgłoszony przed rozpoczęciem projektu R&D wraz ze wstępnym oczekiwanym zakresem, pokrywającym zastosowanie także innych obróbek powierzchniowych, w wyniku których powstają technologiczne warstwy wierzchnie. Jednakże w toku prac zrezygnowano z nich, skupiając się na metodach PVD, jako najbardziej korzystnych. Niestety ze względów formalnych, zmiana wcześniej zgłoszonego tematu w ramach programu „doktorat wdrożeniowy” wiązałaby się ze znacznymi trudnościami. Z tego względu autor postanowił pozostać przy oryginalnym tytule. Należy tu nadmienić, że powłoki to też warstwy powierzchniowe, a Autor pisząc o „warstwach” miał prawdopodobnie na myśli technologiczne warstwy wierzchnie.

Uwagi i wątpliwości do tej części pracy

1. Wydaje się, że rozdziały 1. i 2. w postaci streszczeń rozprawy w języku polskim i angielskim nie powinny być traktowane jako rozdziały pracy. Owszem powinny być w pracy zamieszczone, ale jako jej odrębna część.
2. W mojej ocenie, niektóre fragmenty analizy stanu zagadnienia niepotrzebnie częściowo zostały włączone w rozdział trzeci *Wstęp*. Powinny one stanowić część rozdziału czwartego *Przegląd literatury – dobór powłok*.
3. Skrót CFRP należy raczej interpretować jako *Carbon Fibre Reinforced Polymer*, a nie *Carbon Fibre Reinforced Plastic*.

1.2. Cel i zakres pracy

Cel i zakres pracy został przez Autora wskazany w rozdziale 3.3 *Cel pracy: dwie ścieżki – Kwalifikacja i R&D* będącym częścią rozdziału trzeciego *Wstęp*. Autor podkreśla, że ze względu na napięty terminarz projektu JUICE wybór powłoki, która mogła być zastosowana w instrumencie RWI musiał być dokonany w stosunkowo krótkim czasie. Następnie rozwiązanie to należało doprowadzić poprzez kampanię kwalifikacyjną do wysokiego poziomu TRL (Technical Readiness Level). Dodatkowy projekt badawczy umożliwiający poszerzenie wyboru powłok rozpoczął się, gdy instrument RWI z kwalifikowaną powłoką był już zakwalifikowany do dalszych prac mających na celu doprowadzenie do zastosowania w misji (poziom TRL9). Z tego powodu ścieżki prac zostały rozdzielone i dla jasności przekazu w niniejszej pracy zostały też osobno opisane. Projekt badawczy z założenia miał doprowadzić wybrane rozwiązania do TRL5. Z uwagi na różnice w poziomach TRL oraz dodatkowe cele projektu badawczego, obie ścieżki (kwalifikacyjna i R&D) różniły się zakresem prac badawczych.

Za główny cel obu części Doktorant uznał techniczne określenie możliwości aplikacyjne różnych rozwiązań w konkretnych zastosowaniach przemysłu kosmicznego. Zatem zbadanie podstaw naukowych występujących tu zjawisk czy dogłębne badanie pojedynczych rozwiązań było celem drugorzędnym. Nadrzędnym celem pierwszej części (kwalifikacyjnej) było potwierdzenie czy wybrana powłoka spełnia minimalne stawiane przed nią wymagania (podane w rozdziale 3.2.2) i zachowuje te właściwości po ekspozycji na czynniki środowiskowe spodziewane w ramach misji JUICE. W drugiej części, określanej jako „projekt badawczy” lub „część R&D”, poza testowaniem podstawowych dla docelowych zastosowań parametrów oraz wpływu różnych czynników środowiskowych na nie, dodatkowo przeprowadzone zostały także badania dające odpowiedź na pytania, które nie znalazły odpowiedzi w ramach kwalifikacji instrumentu RWI. Na podkreślenie zasługuje fakt, iż wytyczne do badań, zakresy testowania były określane bazując m.in. na zestawie norm ESA, czyli standard ECSS (European Cooperation for Space Standardization).

Uwagi i wątpliwości do tej części pracy

W mojej opinii wskazanie celu i zakresu pracy powinno nastąpić w ramach osobnego głównego rozdziału pracy po analizie literatury, a zatem po rozdziale czwartym „*Przegląd literatury – dobór powłok*”.

1.3. Część doświadczalna

Część doświadczalna rozprawy obejmuje przedstawienie metodyki badań i uzyskanych wyników i składa się z pięciu kolejnych rozdziałów: 5. *Metodyka*, 6. *Wyniki – ścieżka kwalifikacji*, 7. *Wyniki – ścieżka R&D*, 8. *Omówienie wyników* i 9. *Podsumowanie*.

W rozdziale piątym Autor opisał metodykę badań poczynając od materiału wyjściowego, poprzez obróbkę mechaniczną próbek, wytworzenie na nich powłok, formowanie i obróbkę cieplną. Materiał wyjściowy stanowiła taśma CuBe₂ w stanie utwardzonym zgniotem o grubości od 50 do 80 µm. Próbkę przygotowywano w postaci płaskiej oraz „tubular boomów”. Celem obróbki mechanicznej (szlifowanie lub polerowanie taśmy) było uzyskanie izotropowych właściwości termo-optycznych. Powłoki testowane w rozprawie nanoszono techniką reaktywnego rozpylania magnetronowego (MSPVD – Magnetron Sputtering Physical Vapor Deposition). Autor dość szczegółowo opisuje stanowisko badawcze i sposób nanoszenia powłok. Formowanie taśmy do „tubular boomów” odbywało się na drodze obróbki plastycznej przy pomocy dedykowanego urządzenia, które pozwala na rolowanie taśmy wzdłuż na metalicznym rdzeniu o określonej średnicy. Następnie przeprowadzano obróbkę cieplną w postaci utwardzania wydzieleniowego. Ponieważ materiał jest dostarczony w stanie przesyconym, wystarczało nagrzać próbki do temperatury 300-330°C i wygrzewać w czasie 2-3 h, żeby doprowadzić do pojawienia się w obrębie ziaren równomiernie rozłożonych drobnych wydzieleni utwardzających materiał, który zyskuje odpowiednią sprężystość i przyjmuje finalny kształt „tubular boomu”. Jako potencjalny aspekt zastosowania badanych powłok rozważano także ochronę materiałów polimerowych przed warunkami panującymi na niskiej orbicie Ziemi, a więc przede wszystkim promieniowaniem UV oraz tlenem atomowym. Do badań zastosowano zatem także próbki z kompozytu zbrojonego włóknem węglowym o osnowie polimerowej CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer). Następnie Autor bardzo szczegółowo opisuje planowane testy osobno dla ścieżki kwalifikacyjnej i ścieżki R&D. Na podkreślenie zasługuje szeroki zakres proponowanych nowoczesnych technik badawczych. Obserwacje topografii powierzchni powłok wykonano przy użyciu Skaningowego Mikroskopu Elektronowego (SEM) HITACHI 5500, w trybie pracy PDBSE (Photo Diode BackScattered Electrons – obrazowanie elektronów wstecznie rozproszonych przy użyciu fotodiody). Rozwinięcie powierzchni zostało scharakteryzowane przy użyciu profilometru optycznego Veeco Wyko NT9300. Pomiary twardości wgniatania i zredukowanego modułu Younga wykonano z zastosowaniem urządzenia Hysitron Triboindenter przy obciążeniu 10 µN. Przeprowadzono testy podatności na zimne zgrzewanie. Dla ścieżki kwalifikacyjnej próbki zostały poddane cyklowi termiczno-próżniowemu, a dla

ścieżki R&D tylko cykлом termicznym w powietrzu z uwagi na duży koszt badań. Testowano ekspozycję na wilgoć w komorze klimatycznej ESPEC ARS-0680. Badania adhezji powłok przeprowadzono przy pomocy testu „peel-and-pull off”. Do badania adhezji powłok w ścieżce R&D stosowano również scratch test stosując urządzenie CSM Revetest. Badano odporność na zginanie przy pomocy testu, w którym próbki były testowane w dwóch kierunkach: wzdłuż oraz w poprzek taśm. Testy zmęczeniowe tubular boomów z powłokami w obu ścieżkach polegały na wielokrotnym rozwijaniu i zwijaniu boomów na szpule, przy czym w ścieżce R&D do testów przygotowano dedykowane urządzenie. Pomiary przewodnictwa elektrycznego prowadzono przy pomocy standardowego multimetru za pośrednictwem elektrod miedzianych naklejonych na szkielet wykonany w formie druku 3D. Badano właściwości termo-optyczne na podstawie pomiarów reflektancji (R) oraz emisyjności (ϵ). Badano ekspozycję na radiację, tj. wpływ promieniowania na właściwości powłoki DLC RWI (ścieżka kwalifikacyjna). Próbki pokryte taką powłoką zostały eksponowane na strumień cząsteczek symulujący przewidywane warunki w czasie misji JUICE. Próbki CFRP z powłokami innymi niż DLC (z uwagi na trudności metodyczne w pokrywaniu tubular boomów wykonanych z CFRP powłokami DLC) poddano testom umożliwiającym określenie stopnia ochrony przed atomowym tlenem. W rozdziale tym Autor wykazał się bardzo dobrą znajomością nowoczesnych metod i technik badawczych oraz umiejętnością właściwego ich doboru.

Rozdział 6. *Wyniki – ścieżka kwalifikacji* zawiera opis wyników badań powłoki oznaczonej jako DLC RWI. Doktorant prezentuje kolejno: obrazy SEM przekroju poprzecznego taśmy CuBe2 z naniesioną powłoką i pomiary grubości powłoki, obserwacje topografii powierzchni przy pomocy obrazów SEM, wyniki badań ekspozycji na wilgoć, wyniki badań próbek poddanych cykлом termicznym i termiczno-próżniowym z wykresami zmian temperatury/ciśnienia oraz pomiarami rezystancji podczas testów, badania ekspozycji na radiację z wynikami rozkładu natężenia prądu cząstek oraz skumulowanej liczby cząstek w czasie każdego z kroków ekspozycji: elektronów i protonów o różnej energii, wyniki badań adhezji testem „peel-and-pull off” próbek z powłoką w różnym stanie (wyjściowym, po ekspozycji na wilgoć, po testach termicznych i po ekspozycji na radiację) oraz uproszczonego testu „peel-and-pull off” na „tubular boomie”, wyniki pomiarów przewodnictwa powierzchniowego próbek, wyniki pomiarów termo-optycznych dla próbek w trzech stanach (wyjściowym, po cyklach termicznych, po ekspozycji na radiację) wraz z wykresami reflektancji w funkcji długości fali, wyniki badań zmęczenia (inspekcji wizualnej) próbek w postaci „tubular boomów” po poddaniu ich 30 cyklom zwijania i rozwijania, a także

podsumowanie ścieżki kwalifikacyjnej. Rzeczywiście, zgodnie uwagą Autora zaprezentowaną podczas formułowania celu pracy (rozdział „3.3 Cel pracy: dwie ścieżki – Kwalifikacja i R&D”), aspekt naukowy był w rozprawie drugorzędny, ustępując miejsca aspektom technicznym określającym możliwości aplikacyjne opisywanych rozwiązań w konkretnych zastosowaniach przemysłu kosmicznego. Niemniej jednak na podkreślenie zasługuje fakt, że powłoka DLC RWI została zakwalifikowana, zaakceptowana przez ESA, a w konsekwencji zastosowana w tubular boomach w lotnym modelu RWI. Instrument ten zamontowano na sondzie JUICE i przeszedł pomyślnie wraz z nią testy akceptacyjne całego systemu, a sonda wystartowała w połowie kwietnia 2023 r. Stanowi to niepodważalną wartość rozprawy.

W rozdziale 7. *Wyniki – ścieżka R&D* Doktorant zaprezentował wyniki kampanii R&D w zakresie obróbki mechanicznej oraz charakteryzacji powłok. Przedstawione w rozdziałach 7.1÷7.12 rezultaty dotyczyły powłok, które zostały naniesione na taśmy w stanie dostawy tj. bez szlifowania bądź polerowania. Kombinacja wybranych obróbek mechanicznych oraz wybranych powłok została przetestowana w ostatnim etapie projektu oraz opisana wyłącznie w rozdziale 7.13 *Testy zmęczeniowe*. Próbkę z powłokami na podłożu CuBe2 oraz na podłożu CFRP poddano wstępnej inspekcji wizualnej w poszukiwaniu potencjalnych defektów oraz innych niepożądanych cech. Próbkę taśm poddane obróbce mechanicznej zostały sfotografowane w świetle rozproszonym. Spośród wykonanych procesów obróbek mechanicznych do dalszych testów wybranych zostało 7 wariantów. Pokazano obrazy SEM przekrojów oraz powierzchni powłok. Dla każdej z nich wybrano po jednym reprezentatywnym przykładzie. W celach porównawczych zamieszczono także zdjęcie powierzchni taśmy CuBe2 w stanie wyjściowym bez powłoki. Skład chemiczny powłoki DLC1, DLC2, DLC3, SiC, ZrO_x+Ag oraz CrNi+TiO_x, badano metodą EDS. Wyznaczono też średnie grubości powłok. Na wszystkich powłokach DLC obserwowano sferyczne obiekty w postaci tzw. dropletów. Były to niewielkie krople materiału targetów (tu: chromu), które w czasie nanoszenia powłok były rozpylane metodą magnetronową. Jednakże na targacie mogło pojawiać się także wyładowanie łukowe, powodujące rozpylenie większych ilości materiału, który następnie mogło osiadać w widocznej formie. Aby potwierdzić powyższą hipotezę, Doktorant wykonał badanie składu chemicznego dla kilku takich obiektów. Wyniki pomiarów wskazywały na dużą zawartość chromu i węgla. Wszystkie wytworzone powłoki miały skład chemiczny i (w przypadku powłok DLC) kompozycję zgodną z oczekiwaną. W każdym przypadku w pomiarze EDS odnotowano piki miedzi pochodzące od podłoża. Odnotowane zostały niewielkie wyjątki, jak obecność zanieczyszczeń lub brak detekcji domieszkowanego pierwiastka. Zostały również zmierzone grubości powłok oraz określona ich równomierność.

Poza SiC, które wykazywała pewne nierównomierności w grubości, a co za tym idzie nieidealne odwzorowanie podłoża, pozostałe powłoki były równomierne. Potwierdziły to również obserwacje powierzchni. We wszystkich przypadkach była ona odwzorowaniem pierwotnej topografii materiału wyjściowego. Wyniki pomiarów chropowatości profilometrem optycznym podzielone zostały na dwie grupy: porównanie pomiędzy powłokami a stanem wyjściowym oraz wybranych procesów obróbki mechanicznej do stanu wyjściowego. Na podstawie wyników dla powłok i materiału bazowego stwierdzono, że: wszystkie powłoki DLC wykazywały bardzo zbliżoną chropowatość do materiału wyjściowego; powłoka SiC wykazywała największe wartości wszystkich mierzonych parametrów, co było zbieżne z obserwacjami przekrojów, w których widoczne były niejednorodności w grubości powłoki, powodujące powstawanie dodatkowych lokalnych maksimów nieobecnych na podłożu; powłoka ZrO_x+Ag wykazuje minimalne zwiększanie chropowatości; powłoka $CrNi+TiO_x$ wykazywała dwuznaczne wyniki, tj. pomiar wykonany na obszarze 5x5 mm dał rezultat podobny do SiC, podczas gdy ten wykonany na mniejszej powierzchni (2,5x2,5 mm) wykazywał wyłącznie niewielki wzrost parametrów w stosunku do stanu wyjściowego. Na podstawie uśrednionych parametry chropowatości dla materiału bazowego w stanie wyjściowym oraz po różnych obróbkach mechanicznych stwierdzono, że wszystkie warianty obróbki mechanicznej pomimo wprowadzanych zmian w topografii i rozwinięciu powierzchni, nie zmieniają parametru R_a w sposób wystarczający by wykroczyć poza klasy chropowatości N4 i N5. W przypadku procesów obróbki mechanicznej, która miała na celu usunięcie kierunkowości rys z taśm CuBe2, poza końcową chropowatością, ocenie poddane zostały profile 2D otrzymane w wyniku skanu powierzchni. Profile 2D próbek szlifowanych wykazywały połączenie wzorów rys pierwotnych oraz nowopowstałych. W przeciwieństwie do obserwacji makro- i mikroskopowych zaprezentowanych w rozdziale 7.2 widoczne były pozostałości rys wynikających z procesu produkcji. Wyniki pomiarów termo-optycznych zostały przedstawione w dwóch formach: wykresów reflektancji w funkcji długości fali, które zaczerpnięto z raportu przedstawionego przez wykonawcę testów (Angstrom Laboratory/ Uniwersytet w Uppsali) oraz uśrednionych wartości absorpcyjności, emisyjności i ich stosunku. Na podstawie wykresów reflektancji w funkcji długości fali można było stwierdzić, że w większości przypadków kierunkowe ułożenie rys na taśmie CuBe2 wpływa na wyniki pomiarów termo-optycznych. Porównując poszczególne powłoki, najmniejsze rozbieżności wykazały DLC2 i DLC3. Na podstawie pomiarów reflektancji wyznaczono współczynniki absorpcyjności (α), emisyjności (ϵ) i ich stosunek (α/ϵ) dla próbek taśm w stanie dostawy (CuBe2), polerowanej oraz z powłokami. Powłoki DLC w znacznym

stopniu zmieniały zarówno absorpcyjność jak i emisyjność taśm CuBe₂, jednak w stanie wyjściowym stosunek α/ϵ był zbliżony do podłoża. Jednakże po obróbce cieplnej i cyklach termicznych właściwości te były prawie niezmiennie dla powłok DLC3, podczas gdy podłoża bez pokrycia w znacznym stopniu miało obniżony parametr emisyjności, przez co wartość α/ϵ zwiększała się o ponad 400%. Dla powłok DLC1 i DLC2, zmiany także są widoczne, lecz ich skala znacznie mniejsza. Pozostałe powłoki już w stanie wyjściowym charakteryzowały się większym stosunkiem α/ϵ , niż zarówno CuBe₂ jak i DLC. Nanootwardość powłok w porównaniu do materiału podłoża można podzielić na kilka przypadków: dla powłoki DLC1 uzyskano dwukrotnie większą twardość, dla DLC2 nanotwardość była mniejsza o ok. 20%, w przypadku DLC3 i ZrO_x+Ag otrzymano zbliżone wyniki przy różnicach nie większych niż $\pm 10\%$, dla powłok SiC i CrNi+TiO_x otrzymano zauważalnie większą twardość o ok. 15%. Porównując zredukowany moduł Younga (E_r) pomiędzy powłokami a materiałem podłoża powłoki stwierdzono, że: powłoka DLC1 miała taką samą wartość E_r dla powłoki i podłoża, powłoki DLC2 i DLC3 miały bardzo mały moduł, równy ok. 10% wartości wyjściowej, powłoka SiC wykazała spadek modułu o ok. 40%, a powłoki ZrO_x+Ag i CrNi+TiO_x wykazały zauważalny spadek modułu o 11-13%. W testach zimnego zgrzewania, porównując wykresy adhezji w czasie testu dla wszystkich badanych próbek, zaobserwowano dwie tendencje w zależności od materiału. Materiały metaliczne, czyli grupa obejmująca wszystkie próbki CuBe₂ bez powłok (stan wyjściowy, polerowana, szlifowana) oraz powłokę CrNi+TiO_x, charakteryzowały się dużą adhezją, ale też jej dużym rozrzutem, a minimalne wartości rzadko spadały poniżej 1N. Pozostałe powłoki, tj. wszystkie DLC, SiC oraz ZrO_x+Ag, charakteryzowały się mniejszym rozrzutem wyników i w czasie całego czasu trwania testu pojawiała się mała adhezja, tj. poniżej 200 mN. Na podstawie powyższych danych, przyjmując za granicę żywotności liczbę cykli, w których adhezja między próbką a przeciwpróbką była mniejsza niż 200 mN wyłącznie cztery próbki wykazały niezerową żywotność: DLC1 – 17 cykli, DLC2 – 212 cykli, DLC3 – 329 cykli i SiC – 389 cykli. Nie odnotowano żadnych niepożądanych efektów w czasie wykonywania testów cykliów termicznych w atmosferze powietrza. Inspekcja wizualna po ekspozycji na cykle termiczne nie wykazała widocznych zmian czy uszkodzeń powłok. Podczas scratch testów badano i obliczano siłę normalną, siłę tarcia, współczynnik tarcia, emisję akustyczną i głębokość penetracji. Dla badanych próbek wyznaczono siły krytyczne, o ile występowały, a mianowicie: LC1- siłę graniczną, dla której zarejestrowane są pierwsze pęknięcia w obrębie rysy; LC2- siłę graniczną, dla której zarejestrowane są pierwsze odpryski powłoki i LC3- siłę graniczną, dla której zarejestrowane jest pełne usunięcie powłoki i odsłonięcie podłoża w

obróbce rysy. Doktorant stwierdza, że negatywnie wyróżniała się powłoka ZrO_x+Ag , osiągając we wszystkich parametrach i stanach najmniejsze wartości sił krytycznych, a także szeroki rozrzut wyników. Poza nią żadna z powłok nie uległa uszkodzeniom innym niż spękanie w stanach OC (po obróbce cieplnej) lub OC+CT (po obróbce cieplnej i cyklach termicznych), tj. siły krytyczne LC2 i LC3 zawsze wynosiły powyżej 100 N. Wyniki otrzymane w teście peel-and-pull off były identyczne z tymi w kampanii kwalifikacyjnej. Na żadnej z próbek nie zaobserwowano delaminacji ani częściowego transferu powłoki na taśmę klejącą. W efekcie testu zginania nie stwierdzono wykruszania się lub delaminacji powłok we wszystkich testowanych przypadkach. Odnotowano jedynie pęknięcia w niektórych przypadkach, co nie jest pożądane, ale też nie stanowi przeciwwskazania w użytkowaniu powłok w docelowych mechanizmach. Wszystkie powłoki testowane pod kątem przewodnictwa elektrycznego wykazały bardzo dobre właściwości. Nieznaczne różnice obserwowane pomiędzy powłokami oraz wynikające z poddania ich obróbce cieplnej i cyklom termicznym świadczą o wysokiej odporności badanych powłok na te czynniki. Na podstawie wyników poprzednich badań Doktorant wytypował do badań zmęczeniowych 3 powłoki: DLC2, DLC3 i ZrO_x+Ag . Testy wykonano na dedykowanym urządzeniu, a za kryterium akceptacji przyjęto brak znaczącego zużycia powłok bądź uszkodzeń tubular boomu. Pomimo problemów zarówno z próbkami, jak i przeprowadzeniem badań, otrzymane wyniki były zadowalające. Ze względu na problemy opisane w rozdziale 5.1.2, testowi odporności na plazmę tlenową poddane zostały tylko powłoki inne niż DLC. Wykazano, że testowane powłoki, w szczególności SiC i $CrNi+TiO_x$, stanowią dobrą ochronę materiałów polimerowych przed atomowym tlenem, a więc warunkami panującymi na niskich orbitach ziemskich. Następnie Autor opisuje problemy związane z pomiarami termo-optycznymi i identyfikuje możliwe przyczyny tego, że wyniki testów termo-optycznych otrzymanych na próbkach z testów zmęczeniowych w znacznym stopniu odbiegały od oczekiwanych. Pomimo przeprowadzenia dodatkowej serii badań, nie udało się w pełni wyjaśnić przyczyn zaobserwowanych problemów. Niemniej jednak, pozwoliło to na poszerzenie wiedzy w temacie zarówno pomiarów termo-optycznych, jak i wpływu grubości powłok DLC na ich właściwości.

W rozdziale 8. *Omówienie wyników* Doktorant szczegółowo opisuje wpływ obróbki mechanicznej, obróbki cieplnej, cykli termicznych i termiczno-próżniowych oraz radiacji na badane właściwości stosowanych powłok. Rozdział 9. *Podsumowanie* Autor poświęcił sformułowaniu wniosków, dzieląc je na te najważniejsze i mniej istotne, a także wskazuje na zagadnienia, którymi warto byłoby się zająć w przyszłości.



Podsumowując, rzeczywiście aspekt technologiczno-aplikacyjny wytwarzanych powłok stanowił główny przedmiot zainteresowań Doktoranta. Generalnie, aspekt naukowy pracy związany z wyjaśnianiem zaobserwowanych zjawisk oraz badaniem określonych właściwości wytworzonych powłok może budzić pewien niedosyt. Jednakże nie oznacza to, że aspekt ten nie jest widoczny przy prezentacji zagadnień metodycznych oraz otrzymanych wyników. Autor wielokrotnie zwraca uwagę na problemy metodyczne przy wykonywaniu badań i stara się je rozwiązywać, modyfikując i dostosowując stanowiska badawcze, czy sposób prowadzenia badań. Przy prezentacji wyników, w ich omówieniu w rozdziale ósmym omawianiu wyników, a także przy formułowaniu wniosków Doktorant zwraca wiele razy uwagę na przyczyny otrzymywania określonych rezultatów poszczególnych testów oraz obserwowanych zjawisk. Niewątpliwie, przy tak szerokim zakresie eksperymentu trudno byłoby wyjaśnić i uzasadnić wszystkie zjawiska i otrzymane wyniki.

Uwagi i wątpliwości do tej części pracy

1. W rozdziale 5.5 *Mikrotwardość* należało dokładniej opisać metodykę badań twardości wgniatania i modułu Younga.
2. Stosowanie terminu „mikrotwardość” w odniesieniu do twardości badanej przy tak małym obciążeniu było nieuzasadnione. Należało raczej użyć terminu „nanotwardość”.
3. W rozdziale 5.13 *Zmęczenie* Doktorant wskazał, że (cyt.) „Testy zmęczeniowe tubular boomów z powłokami w obu kampaniach polegały na wielokrotnym rozwijaniu i zwijaniu boomów na szpule”, a za kryterium akceptacji przyjął „brak znaczącego zużycia powłok bądź uszkodzeń tubular boomu”. Prezentując wyniki w rozdziałach 6.8 *Zmęczenie* i 7.13 *Testy zmęczeniowe*, Autor dokonuje wizualnej inspekcji próbek i analizuje „ślady zużycia”, a w rozdziale 7.13 wręcz klasyfikuje próbki według „odporności na ścieranie”. Wynikało to zapewne ze specyfiki tych testów. Niemniej jednak, w żadnym fragmencie rozprawy nie zauważyłem wyjaśnienia, co rozumiemy pod pojęciem „zmęczenie materiału”, co je powoduje i jakie są jego skutki.

Na podkreślenie zasługuje forma prezentacji wyników badań. Praca jest bogato ilustrowana wysokiej jakości fotografiami i wykresami. W pracy zauważono błędy edytorskie, interpunkcyjne, czy stylistyczne, które zostaną przekazane Autorowi ustnie, a także anglojęzyczne opisy wykresów (np. rysunki 36-45, 50, 57-59, 108-120, 143-160). Często, zamiast sformułowań „większa”, czy „mniejsza” stosowano określenia „wyższa” lub „niższa”.

2. Wniosek końcowy

Zamieszczone w niniejszej recenzji uwagi krytyczne i wątpliwości nie umniejszają niekwestionowanej wartości pracy. Mgr inż. Kamil Bochra ma w dorobku współautorską publikację odnotowaną w bazie Scopus, w której opublikowano część badań z rozprawy doktorskiej z bardziej dogłębną analizą aspektów naukowych. Doktorant brał udział w projektach JUICE oraz BoomCoat realizowanych we współpracy z Europejską Agencją Kosmiczną (ESA) i firmą Astronika.

Przedłożona rozprawa doktorska, stanowi dość istotny wkład doktoranta w rozwój inżynierii materiałowej, a ściślej inżynierii powierzchni materiałów metalowych i polimerowych. Stosowane nowoczesne metody i techniki badawcze, często modyfikowane i dostosowywane do badanych materiałów, świadczą pozytywnie o dojrzałości naukowej, o dogłębnej wiedzy doktoranta w badanej dziedzinie i o zdolności do samodzielnego zaplanowania i przeprowadzenia eksperymentu. Mgr inż. Kamil Bochra przedstawił w rozprawie zagadnienia o istotnym znaczeniu z punktu widzenia aplikacyjnego i poznawczego. **Należy podkreślić, że kwalifikowana powłoka DLC wytworzona na instrumencie RWI została zaakceptowana przez Europejską Agencję Kosmiczną i zastosowana w sondzie JUICE, która półtora roku temu wystartowała.**

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska **spełnia wymogi ustawy** stawiane rozprawom na stopień doktora nauk technicznych. **Niniejszym wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o przyjęcie rozprawy, dopuszczenie Autora, mgr. inż. Kamila Bochry, do publicznej obrony, a po jej pozytywnym przebiegu o nadanie mu stopnia doktora nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.**



