



**Politechnika Łódźka**

Institut Inżynierii Materiałowej



Łódź, 17-11-2023 r.

Prof. dr hab. inż. Jacek Sawicki

Institut Inżynierii Materiałowej

Wydział Mechaniczny

Politechnika Łódźka

90-924 Łódź

ul. Stefanowskiego 1/15

## RECENZJA

**rozprawy doktorskiej mgr Moniki Duchny zatytułowanej:  
„Wytworzenie stopu niklu Inconel 713C z renem metodą przyrostową  
w celu zwiększenia właściwości użytkowych”**

### 1. PODSTAWA OPRACOWANIA

Podstawę opracowania stanowi pismo Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej podyktowane uchwałą Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa na Politechniki Warszawskiej z dnia 22 września 2023 r. i dołączona do niego rozprawa doktorska mgr Moniki Duchny pt. „Wytworzenie stopu niklu Inconel 713C z renem metodą przyrostową w celu zwiększenia właściwości użytkowych”. Promotorem pracy jest prof. dr hab. inż. Jarosław Mizera, a promotorem pomocniczym dr inż. Iwona Cieślik.

### 2. OGÓLNA CHARAKTERYSTYKA ROZPRAWY

Recenzowana rozprawa napisana została na 221 stronach maszynopisu formatu B5 w języku polskim. Praca składa się w sumie 10 głównych rozdziałów, w tym: 6 rozdziałów z podrozdziałami przedstawiającymi aktualny stan wiedzy, dodatkowo należy włączyć w tę część Wstęp do dysertacji oraz 4 rozdziałów stanowiących zasadniczą część merytoryczną pracy z analizą wyników i wnioskami końcowymi. Poza wymienionymi rozdziałami

Politechnika Łódźka Wydział Mechaniczny  
Siedziba: 90-537 Łódź, ul. Stefanowskiego 1/15,

Adres korespondencyjny:  
90-924 Łódź, ul. Żeromskiego 116  
NIP: 727-002-18-95, REGON 000001583

Institut inżynierii Materiałowej  
Bud A18 Sekretariat IV piętro pok. 444

e-mail: w1111@adm.p.lodz.pl  
tel. 42 631 30 30  
www.im.p.lodz.pl



HR EXCELLENCE IN RESEARCH



# Politechnika Łódzka

Instytut Inżynierii Materiałowej



w pracy zamieszczono wykaz oznaczeń i akronimów, streszczenie oraz bibliografię. Przegląd literatury został poprawnie wykonany na podstawie 278 pozycji, wśród których znajdują się artykuły, książki, materiały konferencyjne i dydaktyczne, a także źródła internetowe.

W przeglądzie piśmiennictwa Doktorantka na wstępie dogłębnie omawia grupę materiałów inżynierskich związaną z tematyką rozprawy tj. polikrystaliczne stopy na osnowie niklu. Dalej Autorka opisuje fizykochemiczne właściwości renu i związków które tworzy, przedstawia także wpływ tego pierwiastka na właściwości analizowanych w pracy stopów niklu. Następnie Autorka w kolejnych rozdziałach (4 i 5) przedstawiła wiele inicjatyw badawczych mających na celu technologiczne modyfikacje składu chemicznego i/lub fazowego materiałów, które umożliwiają poprawę ich właściwości użytkowych.

Naturalną drogą dalszej analizy teoretycznej (rozdział 6) było omówienie technologii wytwarzania przyrostowego ze szczególnym uwzględnieniem metody selektywnego spiekania wiązką lasera (SLM). W rozdziale tym Autorka przed wszystkim przedstawia metodę SLM ze szczególnym uwzględnieniem czynników wpływających na ten proces. Dodatkowo opisuje niepożądane defekty występujące po procesie SLM takie jak: porowatość, pęknięcia, niekompletne przetopienie. Skupienie uwagi na tych aspektach jest racjonalne w związku z optymalizacją procesu druku prowadzoną w części badawczej dysertacji.

W części tej brakuje jednak rozdziału związanego z wytwarzaniem proszków metali, ten aspekt został całkowicie pominięty w pracy, chyba że do jednej z takich metod zaliczmy rozdrabnianie mechaniczne przedstawione w rozdziale 4.

Brakuje również rozdziału podsumowującego stan wiedzy i ujawnienia zasadność badań i celu pracy. Autorka w kolejnym rozdziale (7. Cel i zakres pracy), przedstawiła jednak motywację realizacji swojej pracy którym było:

*„... uzyskanie lepszej dyspersji renu poprzez zastosowanie domieszkowania w układzie koloidalnym, co powinno przełożyć się na zwiększenie jednorodności mikrostruktury i wyższe właściwości eksploatacyjne domieszkowanego stopu,*

*... badania prowadzono w aspekcie analizy wpływu sposobu domieszkowania renu oraz jego stężenia w roztworze na wzrost właściwości użytkowych stopu IN 713C. ”*



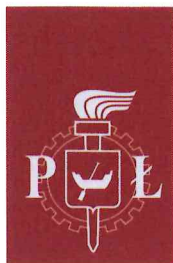


Jednocześnie pozwoliło to sformułować Autorce cel użytkowy, który stanowił zarazem główne przesłanki do podjęcia badań: „... *poprawa właściwości eksploatacyjnych w wysokiej temperaturze stopu niklu IN 713C poprzez domieszkowanie go jonami renu w układzie koloidalnym bazując na metodzie chemicznej Pechiniego*”.

Realizacja założonego celu pracy prowadzona była bardzo starannie, o czym świadczy przyjęty w pracy zakres badań i wykorzystane metody badawcze przedstawione w rozdziale 8. Autorka bardzo rzetelnie prezentuje tu cały proces przygotowawczy i planowania badań, poczynając od scharakteryzowania odlewu stopu IN 713C (wykorzystanego do wytworzenia proszku stopu IN 713C), domieszkowania proszku stopu inconel 713C renem metodą chemiczną w cieczy, po wytwarzanie próbek w technologii druku 3D (proces SLM) stosując jako materiał wsadowy proszki stopu IN 713C oraz IN 713C:Re<sup>7+</sup>. Opisane także zostały wykorzystane metody i urządzenia badawcze, które pozwoliły określić i opisać właściwości wytworzonych proszków oraz próbek. Rozdział kończy schemat pokazujący całą metodykę przyjętą do realizacji pracy doktorskiej. Opis metodologii badań i wytwarzania próbek badawczych oceniam jednoznacznie pozytywnie, podkreślając równocześnie, że przyjęty zestaw metod badawczych łączy w sobie nowoczesne metody badań mikrostruktury, składu chemicznego czy fazowego jak również tradycyjne metody służące określeniu właściwości mechanicznych czy żaroodporności.

Doktorantka kompetentnie dobrała metody i techniki badań wykorzystywanych w inżynierii materiałowej, co pozwoliło, w kolejnym rozdziale 9 na scharakteryzowanie i domieszkowanie renem proszku IN 713C oraz wielokryterialną analizę wytworzonych materiałów wytworzonych w procesie SLM. Jest to interesujące kompendium wiedzy w zakresie wpływu parametrów technologicznych procesu domieszkowania oraz wytwarzania w technologii druku 3D.

Doktoranta w oparciu o uzyskane rezultaty badań przeprowadziła w rozdziale 10 wyczerpującą dyskusję wszystkich otrzymanych wyników przeprowadzonych zgodnie z przyjętą metodyką badawczą. Na końcu rozdziału Doktorantka sformułowała wnioski, będące podsumowaniem i potwierdzeniem zrealizowanego celu pracy. Jednocześnie przedstawiła propozycję przyszłych badań nad poprawą wybranych właściwości



użytkowych stopu IN 713C:Re<sup>7+</sup>. Świadczy to o dobrej znajomości i wycucia analizowanego problemu badawczego przez Autorkę.

### 3. OCENA POZIOMU NAUKOWEGO I OSIĄGNIĘĆ ROZPRAWY

Tematyka pracy doktorskiej Pani mgr Moniki Duchny wpisuje się w główny nurt światowych badań nad poprawą właściwości użytkowych stopów przy zastosowaniu ich modyfikacji/domieszkowania metodami syntezy mechanicznej czy chemicznej. Recenzowana praca doktorska dotyczy bardzo ważnej grupy stopów niklu, gdzie długi czas eksploatacji elementów konstrukcyjnych w warunkach wysokotemperaturowych ma istotny wpływ na bezawaryjną długoletnią pracę, bezpieczeństwo oraz koszty.

Tematyka badań jest bardzo aktualna i interesująca od strony badawczej i aplikacyjnej, w szczególności, że pomimo istnienia wielu metod modyfikacji/domieszkowania proszków metali, w celu poprawy ich właściwości tj. żaroodporności oraz żarowytrzymałości, to nie wszystkie zostały jeszcze zastosowane i dogłębnie przebadane. Wybór renu jako domieszki jest bardzo ciekawym rozwiązaniem biorąc pod uwagę rozwój materiałów dla energetyki jądrowej, wymaga on jednak opracowania warunków procesu i parametrów syntezy prowadzonej w układzie koloidalnym.

Dysertacja ta jest też odpowiedzią na bardzo duże zainteresowanie nowymi technologiami wytwarzania, do jakich należą metody druku 3D, które stanowią atrakcyjną alternatywę do konwencjonalnych metod produkcji. Druk 3D przynosi wiele profitów, ale chyba najważniejszym jest możliwość badania nowych materiałów z proszków metali o unikalnych właściwościach z jednoczesnym poszukiwaniem/optymalizacją parametrów drukowania w celu uzyskania najlepszych rezultatów wydruków tj. wyeliminowania lub też minimalizacji niepożądanych defektów w wytworzonych elementach.

Wyniki recenzowanej dysertacji wnoszą nowe elementy do wiedzy w tym zakresie, a do oryginalnych i wartościowych osiągnięć Doktorantki, z naukowego punktu widzenia, zaliczam:





# Politechnika Łódzka

Institut Inżynierii Materiałowej

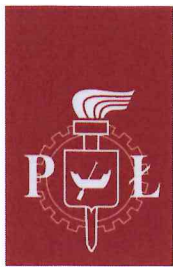


- zaproponowaną metodę domieszkiwania proszku stopu IN 713C jonami renu, co przyczyniło się do uzyskania homogenicznie rozmieszczonej domieszki renu w całej objętości proszku,
- wykazanie, iż zaproponowana modyfikacja stopu IN 713C renem wpływa korzystnie na jego żaroodporność oraz poprawę właściwości wytrzymałościowych w podwyższonej temperaturze,
- optymalizację parametrów druku 3D, dla analizowanego stopu, nie wykorzystywanego dotychczas w druku 3D.

W przedstawionej do oceny rozprawie doktorskiej mgr Moniki Duchny, Doktorantka podjęła się rozwiązania postawionego celu pracy, wykorzystując do tego szereg metod analitycznych tj. mikroskopię optyczną, skaningową mikroskopię elektronową, mikroanalizę rentgenowską EDS, rentgenowską analizę fazową XRD, spektroskopię podczerwieni FTIR, badania żaroodporności i żarowytrzymałości, co w pełni potwierdziło umiejętność doboru technik badawczych i projektowania badań eksperymentalnych, które były logiczne i uporządkowane.

Autorka posiada umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej, układ jej dysertacji jest logiczny, poprawny i czytelny, a zawarte w pracy badania naukowe są jak najbardziej celowe i ważne zarówno ze względów poznawczych jak i z punktu widzenia możliwości ewentualnych zastosowań dla innych rodzajów materiałów spiekanych w technologii druku 3D.

Oryginalność przedstawionych w dysertacji wyników i rozwiązań potwierdzona została publikacją: Duchna, M., Cieślak, I., Kloshek, A., Adamczyk-Cieślak, B., Zieniuk, M., Moszczyńska, D. and Mizera, J. (2022), "Ni-based alloy 713C manufactured by a selective laser melting method: characteristics of the microstructure", *Rapid Prototyping Journal*, Vol. 28 No. 4, pp. 777-788. <https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2021-0076>, której Autorka nie umieściła w literaturze recenzowanej pracy.



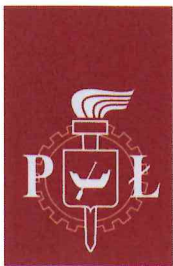
## 4. USTERKI EDYCYJNE I JĘZYKOWE, PYTANIA MERYTORYCZNE I DYSKUSYJNE

Pod względem językowym praca nie budzi moich zastrzeżeń. Występują jednak drobne błędy i niezręczności językowe, które zaznaczyłem w przedstawionym do recenzji egzemplarzu pracy. Przy pozytywnej ocenie przedstawionej do oceny rozprawy chciałbym zwrócić uwagę na kilka szczegółów:

- 1) na str.40 Autorka w pracy użyła pojęcia „Poprawę właściwości i wydajność materiału...” – co Autora rozumie pod pojęciem „wydajność” i jak by je scharakteryzowała,
- 2) na str.56 i 85 – błędnie powołano się w tekście na rys.24 powinno być rys.23 oraz rys.40b powinno być rys.39b,
- 3) na str.86 i str.122 Autorka przedstawia próbki (o wymiarach 10 x 10 x 10 mm oraz 10 x 10 x 6 mm) na których będzie prowadziła badania i które zostały wytworzone w druku 3D, na str.91 natomiast próbki do badań żaroodporności (rys.42) mają inne wymiary?
- 4) na str.92 przedstawiono mini-próbki do badań wytrzymałościowych – w której osi zostały one wycięte z próbek wytworzonych w procesie SLM oraz czy kierunek ma wpływ na wytrzymałość?
- 5) na str.128 – podczas optymalizacji procesu wydruku zmniejszono grubość nakładanego proszku do 20  $\mu\text{m}$  – jak technologicznie ma się to do uzyskanej frakcji proszku na poziomie 27,4  $\mu\text{m}$ ?
- 6) brak powołania w tekście na rys. 86 i 87 oraz tabelę 11,
- 7) na str.138 Autorka wskazuje, że wytworzone próbki charakteryzowały się znacznym stopniem chropowatości – w jaki sposób zostało to określone, i jak interpretować pojęcie „znacznym stopniem”?
- 8) na str.142 Autorka wskazuje na występowanie naprężeń szczątkowych – jakiego rodzaju/znaku mogą to być naprężenia i jakimi metodami można by potwierdzić ich istnienie?.

Pragnę podkreślić, że zauważone błędy, niedociągnięcia i niedostatki, które występują w pracy, nie zmieniają mojej pozytywnej i przychylniej oceny opiniowanej dysertacji,





a wymienione powyżej „uwagi” mają służyć jedynie obiektywnej ocenie dotychczasowej pracy i dalszemu rozwojowi naukowemu Doktorantki.

Oceniając pozytywnie rozprawę doktorską, pozwolę sobie na kilka uwag do dyskusji:

- 1) użyteczność proponowanych rozwiązań technologicznych prowadzi do poszukiwania nowych rozwiązań, dlatego też proszę o potencjalną analizę możliwości przetopienia wytworzonego proszku domieszkowanego renem i ponownej jego atomizację pod kątem tzw. „efektu renu”,
- 2) jakimi innymi metodami niż wymienionymi w pracy można by zmodyfikować/domieszkować renem zatomizowany proszek IN 713C przedstawiony w pracy doktorskiej.

## 5. PODSUMOWANIE I KONKLUZJA

Na podstawie powyższej opinii pragnę podkreślić oryginalność tematu i trafność doboru odpowiedniej metodyki badań dla założonego celu pracy. Stwierdzam, że Autorka rozprawy opanowała w stopniu bardzo dobrym warsztat badawczy niezbędny do realizacji pracy oraz wykazała się wiedzą umożliwiającą ich planowanie, analizy i interpretacje. Pragnę również podkreślić wartości poznawcze opiniowanej dysertacji, a przede wszystkim jej użyteczny wymiar, który jest propozycją poprawy właściwości użytkowych stopów niklu poprzez domieszkowanie ich renem.

Podsumowując stwierdzam, że opiniowana rozprawa doktorska mgr Moniki Duchny zatytułowana: „Wytworzenie stopu niklu Inconel 713C z renem metodą przyrostową w celu zwiększenia właściwości użytkowych”, zrealizowana w dyscyplinie inżynieria materiałowa, spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim w Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 r. (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789 z późn. zm.) i wnioskuję o dopuszczenie do jej publicznej obrony.

Łódź, 17-11-2023 r.

/ Prof. dr hab. inż. Jacek Sawicki /