

RECENZJA

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

1. Uwagi o wyborze tematyki i celu rozprawy

Rozwój transportu lotniczego wymaga budowy coraz większej liczby samolotów. Samoloty powinny się charakteryzować nie tylko jak najmniejszą masą ale również silnikami o jak największej sprawności. Osiągnięcie większej sprawności silników jest możliwe dzięki zastosowaniu wyższych temperatur spalania, co wymusza zastosowanie nowych rozwiązań konstrukcyjnych, nowych technologii wytwarzania oraz nowych materiałów. Ze względu na swoje właściwości mechaniczne w wysokiej temperaturze do takiej grupy materiałów zaliczyć należy stopy na osnowie niklu. Stopy te znajdują szerokie zastosowanie m.in. jako materiał na odpowiedzialne elementy w silniku lotniczym. Łopatki w turbinie gazowej silnika lotniczego w zależności od jej rodzaju, stopnia położenia i sposobu odprowadzania ciepła, pracują w temperaturze z zakresu 700÷950°C. Do tej grupy stopów niklu należy Inconel 713C. Wytrzymałość i stabilność strukturalna stopu Inconel 713C w wysokiej temperaturze zależy głównie od udziału objętościowego, kształtu, rozmiaru, rozmieszczenia i składu cząstek fazy γ' . Elementy ze stopu Inconel 713C są najczęściej precyzyjnie odlewane do form ceramicznych. Analiza danych wskazuje, że duża część odlewów jest dyskwalifikowana ze względu na ujawnione wady odlewnicze. Są to najczęściej pory, pęcherze, rzadzizny oraz pęknięcia. Wady te mogą być naprawiane technikami spawalniczymi, jednak stop ten jest uważany za trudno spawalny a nawet nie spawalny.

Istnieją kilka typowych technologii przyrostowych. Wszystkie one umożliwiają stworzenie elementu o skomplikowanym kształcie z różnych materiałów (nawet trudnych technologicznie), bez konieczności uruchamiania skomplikowanego i kosztownego

procesu np. odlewania. Jedną z zaawansowanych technologii wytwarzania złożonych części silników jest proces SLM (Selective Laser Melting).

Mgr. inż. Monika Duchna po analizie stanu zagadnienia założyła: „poprawę właściwości eksploatacyjnych w wysokiej temperaturze stopu niklu IN713C poprzez domieszkowanie go jonami renu w układzie koloidalnym bazując na metodzie Pechiniego”. Jest to cel pracy, który został uzasadniony w przeglądzie aktualnego stanu wiedzy. Autorka założyła również wykorzystanie technologii SLM, do wytwarzania elementów o skomplikowanych kształtach. W efekcie tego, w łańcuchu przyczynowo-skutkowym: wytworzenie proszku IN713C, modyfikacja proszku renem, wykorzystanie nowoczesnej technologii przyrostowej SLM, Doktorantka uzyskała polepszenie właściwości stopu, w tym właściwości mechanicznych i odporności na korozję wysokotemperaturową. **Należy zatem stwierdzić, że podjęta przez mgr inż. Monikę Duchna tematyka opisana w pracy pt: „Wytworzenie stopu niklu Inconel 713C z renem metodą przyrostową w celu zwiększenia właściwości użytkowych” jest ciekawa i wynika z przeglądu stanu wiedzy. Cel pracy został sformułowany jasno i czytelnie a zakres pracy jest ukierunkowany na realizację tego celu.**

2. Charakterystyka rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska została podzielona na 10 numerowanych rozdziałów, obejmujących: analizę literatury zakończoną sformułowaniem celu i zakresu pracy, opis metodyki badawczej oraz wyników badań, które po podsumowaniu były podstawą sformułowanych wniosków. Praca zajmuje 221 stron tekstu, zamieszczono w niej 136 rysunków w postaci zdjęć, schematów, wykresów i mikrostruktur oraz 24 tabele.

Przedstawiony przez Doktorantkę przegląd literatury obejmuje opis podstawowych stopów na osnowie niklu oraz technologii ich odlewania, opisano również wpływ renu na właściwości użytkowe, w tym tzw. „efekt renu”. W kolejnych rozdziałach zostały przedstawione metody syntezy mechanicznej oraz bardzo szczegółowo metoda zol-żel. Uzupełnieniem analizy stanu wiedzy był przegląd metod wytwarzania przyrostowego. Badania stanu wiedzy zostały przeprowadzone na podstawie aż 278 pozycji literaturowych, głównie z ostatnich 20 lat. Ich wyniki były podstawą sformułowania celu badań oraz założeń pracy, zdefiniowanych jako motywacja, w szczególności: „motywacją do realizacji celu pracy 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” a „badania prowadzono w aspekcie analizy wpływu sposobu domieszkowania renu oraz jego stężenia

w roztworze na wzrost właściwości użytkowych stopu IN 713C". Takie założenia są zgodne z kierunkiem rozwoju materiałów m.in. dla przemysłu lotniczego. Zaproponowany zakres pracy obejmujący: dobór odpowiednich warunków procesu domieszkowania proszku Re do stopu niklu IN713C, optymalizację parametrów druku 3D przy zastosowaniu selektywnego stapiania wiązką laserową (SLM) oraz ocenę wpływu wprowadzonej domieszki Re na właściwości mechaniczne i żaroodporność zmodyfikowanego stopu, należy uznać za prawidłowy.

Doktorantka zrealizowała szeroki program badań, który obejmował m.in.: wytworzenie proszku stopu niklu IN 713C metodą atomizacji gazowej, syntezę chemiczną jonów Re metodą Pechiniego i wykorzystanie proszku IN713C modyfikowanego renem do wytworzenia próbek metodą SLM. Z tych elementów zostały wycięte próbki do badań wytrzymałości w podwyższonej temperaturze oraz do oceny odporności na korozję wysokowytrzymałą. Uzupełnieniem badań na każdym etapie była: ocena metalograficzna struktury za pomocą obserwacji na mikroskopie świetlnym oraz elektronowym mikroskopie skaningowym, a także mikroanaliza składu chemicznego EDS, analiza EBSD wykorzystana do oceny wielkości i orientacji krystalograficznej ziarna wykonana po procesie SLM, analiza składu fazowego wykonana metodą XRD oraz wykorzystana do weryfikacji obecności Re w proszku IN713C spektrometria fourierowska. Na szczególne podkreślenie zasługuje bardzo szeroki wachlarz metod badawczych i umiejętność ich wykorzystania dokładnie w zakresie badań niezbędnych do realizacji celu pracy. Bardzo pomocny jest również schemat zastosowanych metod badawczych pokazany na str. 93. Pozwala on czytelnikowi na pełne zrozumienie metodyki badawczej zaproponowanej w pracy.

Wyniki poszczególnych etapów badań, tj. wytworzenia i charakterystyki proszku stopu IN713C, sposobu domieszkowania proszku jonami Re, optymalizacji procesu drukowania SLM i charakterystyki strukturalnej wykonanych elementów a następnie oceny właściwości mechanicznych w podwyższonych temperaturach i odporności na korozję wysokotemperaturową Doktorantka komentowała w poszczególnych rozdziałach, co ułatwia czytanie. Wykonane badania, omówione w podsumowaniu pozwoliły na sformułowanie 12 wniosków oraz na wyznaczenie dalszych kierunków badań.

W podsumowaniu należy stwierdzić, że praca jest napisana w klasycznym układzie, w sposób logiczny i czytelny na wysokim poziomie zarówno merytorycznym jak i edycyjnym.

3. Uwagi formalne

Czytając tekst rozprawy odnosi się wrażenie, że praca jest przemyślana i ukierunkowana na zrealizowane zakresu badań, tym samym osiągnięcie założonego celu. Świadczy to o dużych kompetencjach badawczych Doktorantki i doświadczeniu przemysłowym w rozwiązywaniu problemów naukowych.

W pracy ujawniono pojedyncze literówki i błędy stylistyczne, które w żadnym stopniu nie obniżają wartości merytorycznej pracy. W mojej opinii cennym uzupełnieniem byłoby podsumowanie części przeglądu literatury oraz na końcu sformułowanie zaleceń technologicznych wytworzenia proszku stopu IN713C, jego modyfikacji i drukowania 3D. Te informacje są bardzo pomocne we wdrożeniu zaproponowanej technologii do praktyki przemysłowej.

4. Ocena merytoryczna rozprawy

W części teoretycznej Doktorantka przedstawiła charakterystykę stopów na osnowie niklu z uwzględnieniem struktury i opisem głównych faz występujących w tego typu materiałach. Informacje te uzupełnione o przegląd metod odlewania stopów niklu są przedstawione czytelnie i stanowią krótkie kompendium wiedzy w zakresie występujących faz w odlewniczych stopach niklu. Ten rozdział Autorka zakończył opisem stopu IN713C, zwracając uwagę na trudności z jego spawalnością.

Następnie został opisany ren (i jego związki), jako pierwiastek do modyfikacji proszku ze stopu IN713C. Pani mgr M. Duchna przedstawiła również zagadnienia związane z tzw. „efektem renu”. W tym rozdziale, w mojej opinii, brakuje opisu mechanizmu oddziaływania renu na stop IN 713C, co w efekcie podnosi jego właściwości.

Bardzo dobrze i ciekawie jest opisany proces syntezy mechanicznej proszków oraz metoda zol-żel w rozdziale 2. Ten zakres pracy zasługuje na szczególne wyróżnienie, ponieważ daje czytelnikowi jasne wytłumaczenie, dlaczego Autorka wybrała proces zol-żel do modyfikacji proszku IN713C. Kolejny rozdział napisany jako przegląd technologii wytwarzania przyrostowego zawiera oprócz informacji technologicznych także aspekty strukturalne, w tym niezgodności obserwowane w elementach wykonanych w technologii napawania 3D. W tej części pracy bardzo brakuje mi informacji nt. spawalności stopów niklu oraz pełnej informacji o czynnikach wpływających na spawalność metalurgiczną,

konstrukcyjną i technologiczną stopu IN713C. Te informacje są istotne z punktu widzenia stosowania procesów przyrostowych.

W podsumowaniu tej części pracy stwierdzam, że przeprowadzone rozpoznanie stanu wiedzy jest wykonane prawidłowo i wskazuje na duże doświadczenie przemysłowe i badawcze Autorki, co jest szczególnie ważne podczas realizacji prac, których wyniki mają być wdrożone do praktyki przemysłowej. Ta część pracy uzasadnia podjęcie tematu rozprawy a także sformułowania celu pracy. Opracowany zakres badań jest prawidłowy, spójny i logiczny a jego realizacja pozwoliła na osiągnięcie zakładanego celu.

Opisana metodyka i jej dobór wskazuje na dużą dojrzałość badawczą Doktorantki. Na podkreślenie zasługuje szeroka gama zaproponowanych technik badawczych, wykorzystanych do charakterystyki materiału podstawowego, opisu półproduktów oraz oceny właściwości uzyskanych próbek w procesie SLM.

Wyniki i opis badań własnych rozpoczyna podrozdział dotyczący wytworzenia proszku IN713C. W tej części Autorka bardzo zwięźle i rzeczowo opisała uzyskany w procesie atomizacji gazowej proszek ze stopu IN713C. Jego charakterystyka jest wystarczająca i jest podstawą do kwalifikacji proszku do dalszych modyfikacji. Mam pytanie związane z zawartością żelaza, które występuje w stopach do kilku procent. W tabeli 13 w wynikach analizy EDS nie ujawniono żelaza, podobnie jak nie zidentyfikowano piku od Fe na rys. 46 a pokazano mapy rozkładu powierzchniowego dla żelaza.

Bardzo szeroko został opisany proces domieszkowania proszku IN713C jonami renu. Autorka czytelnie przedstawiła eksperyment i opisała jego efekty. Na podstawie obserwacji proszku na SEM oraz analizy XRD i EDS, której wyniki Doktoranta pokazała w postaci widma promieniowania i map rozkładu poszczególnych pierwiastków, zmodyfikowany proszek IN713C jonami Re został zakwalifikowany jak materiał do wytwarzania stopu technologią SLM.

Z informacji zawartych w rozdziale 9.4 dowiadujemy się, że brak jest danych dotyczących parametrów procesu SLM dla stopu IN713C, dlatego próby wytwarzania przyrostowego rozpoczęto na bazie niemodyfikowanego proszku IN713C. Jest zasadne z punktu widzenia doboru technologii. Ta część badań pozwoliła na opracowanie zakresu podstawowych parametrów napawania 3D proszkiem IN713C, które następnie posłużyły Doktorantce do optymalizacji procesu drukowania stopu IN 713C modyfikowanego renem. Autorka na podstawie badań metalograficznych ujawniła w wykonanych napoinach niezgodności spawalnicze, głównie w postaci porów i mikropęknięć. To badania były podstawą do zakwalifikowania do dalszych badań próbek ze stopu z dodatkiem 1%Re wytworzonych w technologii SLM. W przypadku zastosowania proszku o zawartości 3% Re

obserwowano liczne pęknięcia i pory, które mogły znacząco obniżyć właściwości użytkowe elementu, co zadecydowało o odrzuceniu tej modyfikacji. Efektem prób druku 3D było określenie najlepszych parametrów technologicznych napawania 3D oraz przygotowanie próbek do oceny właściwości użytkowych elementów wykonanych ze stopu IN713C modyfikowanego renem. W mojej opinii, w zakresie badań dotyczących optymalizacji procesu napawania przyrostowego zasadne byłoby wykorzystanie zasad planowania eksperymentu, co umożliwi ograniczenie liczby prób.

Przeprowadzone badania żaroodporności próbek SLM odniesione do wyników odlewu ze stopu IN713C wykazały, że stop z dodatkiem Re charakteryzuje się lepszą odpornością na korozję w warunkach wysokiej temperatury. Autorka swoje wyniki uzupełniła analizą mikrostrukturalną oraz mikroanalizą składu chemicznego i analizą XRD produktów korozji. Na tej podstawie bardzo precyzyjnie opisała kinetykę korozji uzupełniając swoje wyniki badań, porównaniem budowy poszczególnych warstw tlenkowych (tabela 23). Są to cenne wyniki, które stanowią istotne uzupełnienie wiedzy w inżynierii materiałowej.

Uzupełnieniem oceny właściwości użytkowych próbek SLM były pomiary twardości oraz badania wytrzymałości materiału napawanego w temperaturze 750°C. Wyniki te wskazują, że próbki z dodatkiem Re charakteryzują się większą twardością oraz większą wytrzymałością w stosunku do materiału podstawowego.

Zrealizowany program badań oraz uzyskane wyniki, szczegółowo omówione w poszczególnych rozdziałach zostały podsumowane w rozdziale 10. Na tej podstawie Doktoranta sformułowała 12 wniosków, które są prawidłowe i znajdują uzasadnienie w części badań własnych.

5. Uwagi końcowe

Rozprawa doktorska mgr Moniki Duchny jest oryginalnym rozwiązaniem problemu w zakresie materiałowym tj. modyfikowania stopu IN 713C renem oraz problemu technologicznego jakim było opracowanie technologii wytwarzania metodą druku 3D elementów ze zmodyfikowanego stopu IN713C. Przedstawione w pracy wyniki badań materiałowych, zarówno charakterystyka materiału podstawowego, wytworzonych wydruków oraz ocena ich właściwości użytkowych wskazują na bardzo dobrą wiedzę teoretyczną kandydatki w dyscyplinie inżynieria materiałowa oraz w obszarze zaawansowanych technologii materiałowych. Doktorantka wykazała się dobrą znajomością oraz umiejętnością praktycznego zastosowania różnorodnych narzędzi badawczych. Zakres rozprawy został

w pełni zrealizowany, a cel zarówno w obszarze poznawczym, jak i użytkowym został osiągnięty.

Stwierdzam zatem, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska pani mgr Moniki Duchny pod tytułem „Wytworzenie stopu niklu Inconel 713C z renem metodą przyrostową w celu zwiększenia właściwości użytkowych” spełnia wszystkie ustawowe kryteria stawiane rozprawom doktorskim, zgodnie z obowiązującą Ustawą z 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789 z późn. zm.) oraz Ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. poz. 1669, z późn. zm.) i wnioskuję o dopuszczenie mgr inż. Moniki Duchny do publicznej obrony rozprawy przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa na Politechniki Warszawskiej.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Pawel P.' with a long horizontal flourish extending to the right.