

dr hab. inż. Cezary Senderowski, prof. UWM  
Wydział Nauk Technicznych  
Uniwersytet Warmińsko- Mazurski  
ul. Oczapowskiego 11  
10-719 Olsztyn

## **Recenzja rozprawy doktorskiej Pani mgr. inż. Brygidy ZIMOWSKIEJ**

**pt. „Zastosowanie metody druku 3D do wytworzenia elementu silnika tłokowego  
z Inconelu 738LC”**

*wykonano na zlecenie z-cy Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria  
Materiałowa Politechniki Warszawskiej, Pani Prof. dr hab. inż. Anny BOCZKOWSKIEJ –  
pismo na podstawie Uchwały nr 196/II/2022 z dn. 25.03.2022 r.*

### **1. Informacje ogólne**

Recenzowana rozprawa stanowi „doktorat wdrożeniowy” realizowany we współpracy z firmą *General Electric (GE)* – pod opieką naukową *prof. dr hab. inż. Jarosława MIZERY* oraz *dr inż. Kingi WAWER* w roli promotora pomocniczego i *dr hab. inż. Ryszarda SITKA* w roli konsultanta naukowego – gdzie **celem nadrzędnym pracy jest opracowanie procesu technologicznego wytwarzania komory spalania wstępnego w spalinowym silniku tłokowym firmy Jenbacher 6, metodą przyrostową DMLS (Direct Metal Laser Sintering) ze stopu INC738LC.**

Zastosowane w pracy innowacyjne rozwiązania materiałowo-technologiczne, stanowią alternatywę dla stosowanych obecnie rozwiązań odlewania precyzyjnego stopu Nimonic 81, ulegającego intensywnej degradacji wskutek zużycia erozyjnego i korozji wysokotemperaturowej oraz zmęczenia cieplnego w agresywnych warunkach pracy *komory spalania wstępnego* w silnikach Jenbacher stosowanych w turbinach gazowych w przemyśle energetycznym.

Dla polepszenia właściwości użytkowych wytworzonego metodą *DMLS* elementu (*żarowytrzymałości i odporności na wysokotemperaturowe utlenianie*), poddano go dodatkowo:

- wielowariantowej obróbce cieplnej (*przesycania i starzenia*),
- ściskaniu izostatycznemu na gorąco w procesie HIP (*ang. hot isostatic pressure*),
- oraz procesowi chemicznego osadzania z fazy gazowej intermetalicznych powłok ochronnych typu Ni-Al metodą CVD (*ang. chemical vapour deposition*).

Analiza naukowa rozprawy, stanowi optymalizację parametrów procesu bezpośredniego spiekania laserowego metodą *DMLS* nadstopu *INC738LC* z uwzględnieniem:

- wpływu mocy i prędkości skanowania wiązki laserowej,
- oraz odległości pomiędzy kolejnymi ściegami (*ang. hatch spacing*),

na określone właściwości użytkowe wytworzonego elementu (*stopień porowatości, udział mikropęknięć i nieprzetopionych cząstek proszku oraz twardość struktury*), gdzie w badaniach zasadniczych określono też:

- wymiary geometryczne wytworzonej komory spalania wstępnego w stosunku do opracowanego modelu 3D,

- oraz skład fazowy, teksturę krystalograficzną i rozkład naprężeń własnych – w porównaniu do materiału referencyjnego (*w stanie po odlaniu – dotyczy tekstury*)

- oraz w stanie po obróbce cieplnej,

- a także po obróbce cieplnej i izostatycznym prasowaniu na gorąco (*HIP*)

– określonych w pracy jako „*obróbki po-procesowe*” wraz z procesem CVD wytwarzania intermetalicznych powłok ochronnych typu Ni-Al, przeprowadzonym w kolejnym etapie badań dla komparatywnej oceny stabilności strukturalnej nadstopu *INC738LC* w badaniach żaroodporności, gdzie oceniono też wpływ wytworzonej powłoki Ni-Al na właściwości mechaniczne nadstopu *INC738LC* w badaniach twardości i statycznej próbie rozciągania.

*Badania prowadzono z użyciem innowacyjnych technologii wytwarzania (DMLS, HIP i CVD) oraz zaawansowanych metodyk badawczych, m.in. (SEM/EDS, XRD,  $\sin^2 \psi$ ) – dostępnych na Wydziale Inż. Materiałowej Politechniki Warszawskiej oraz w innych renomowanych ośrodkach naukowo-badawczych (Politechnice Rzeszowskiej, Instytucie Ceramiki i Materiałów Budowlanych oraz Instytucie Lotnictwa – Sieć Badawcza Łukasiewicz), gdzie realizowano pracę doktorską.*

## **2. Ocena metodyczna rozprawy**

### ***(struktura, terminologia, styl i ortografia oraz bibliografia)***

Rozprawa zawiera **111 str.** maszynopisu **A5** i obejmuje **10** rozdziałów (z *Wstępem, Wnioskami i Literaturą*), gdzie zawarto **37** podrozdziałów z udziałem **73** rysunków w postaci schematów, obrazów i wykresów oraz **29** tabel prezentujących dane literaturowe i wyniki badań własnych wraz ze spisem **128** dobrze dobranych i aktualnych pozycji literaturowych (*jakkolwiek bez udziału publikacji Doktorantki popularyzujących Jej dorobek naukowy w czasopismach naukowych po krytycznej opinii recenzentów*).

Praca napisana jest poprawnym językiem technicznym z wykorzystaniem właściwej terminologii (*z nielicznymi nieścisłościami wskazanymi dalej w części oceny merytorycznej rozprawy*) oraz cechuje się przejrzystym układem zagadnień analizowanych typowo dla rozpraw doktorskich, przy osobliwym zaakcentowaniu celu pracy już we *Wstępie* monografii – pomimo, że określenie *celu i zakresu pracy* stanowi w monografii odrębny rozdział 4.

Prezentowane zagadnienia zawarte są w przeglądzie literatury z *podsumowaniem aktualnego stanu wiedzy oraz oczekiwanych wymagań i potrzeb rynku*, uzasadniających przyjętą koncepcję badań eksperymentalnych według opracowanego schematu badań



własnych z użyciem innowacyjnych technologii: przyrostowej DMLS, HIP i CVD oraz zaawansowanych metodyk badawczych SEM/EDS, XRD i  $\sin^2\psi$  dla realizacji założonego celu pracy.

Rozprawa poprzedzona jest Wstępem stanowiącym uzasadnienie podjętej tematyki badawczej w zakresie studiów literaturowych i badań właściwości technologicznych i użytkowych nadstopu INC738LC w formie **komory spalania wstępnego**, wytworzonej metodą addytywną **druku 3D** poprzez **selektywne przetapianie i spiekanie laserowe cząstek proszku** z użyciem technologii DMLS – w aspekcie potencjalnego jej wykorzystania przy produkcji **spalinowych silników tłokowych Jenbacher 6** dla turbin gazowych w przemyśle energetycznym – z uwzględnieniem również użytych w pracy rozwiązań obróbek po-procesowych: *przesycania i starzenia, HIP oraz CVD*.

**Przyjęte** (w oparciu o przegląd literatury i określony cel pracy wdrożeniowej), **rozwiązania** materiałowo-technologiczne **procesu wytwarzania komory spalania wstępnego metodą przyrostową DMLS** (selektywnego spiekania laserowego cząstek proszku stopowego INC738LC) – **poddanej następnie wielowariantowej obróbce po-procesowej**: *przesycania i starzenia oraz zagęszczania struktury w procesie izostatycznego ściskania na gorąco w procesie HIP, jak też osadzania z fazy gazowej metodą CVD intermetalicznych powłok ochronnych typu Ni-Al* – **stanowiły podstawę opracowania zakresu badań własnych z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych** (SEM/EDS, XRD, tekstury krystalograficznej i naprężeń własnych oraz badań żaroodporności i właściwości mechanicznych: twardości i wytrzymałości w statycznej próbie rozciągania) – **dla sprawdzenia określonych właściwości technologicznych i użytkowych wytworzonej komory spalania wstępnego** – **komparatywnie do właściwości użytkowych tego samego stopu INC738LC wytworzonego w procesie odlewania**.

Przedstawiona kolejno w rozprawie **analiza uzyskanych wyników badań i wyciągnięte wnioski pozwoliły określić wytyczne technologii wytwarzania elementu silnika tłokowego metodą przyrostową DMLS z nadstopu Inconel 738LC – spełniając tym samym założony cel pracy**.

W aspekcie edycyjnym rozprawy posiada ona właściwy poziom edytorski – z dobrą przejrzystością prezentowanej grafiki i stabelaryzowanych wyników badań (zarówno w zakresie przeglądu literatury, jak i wyników badań własnych), niestety z dość dużą ilością nieczytelnych rysunków ze względu na zbyt mały rozmiar czcionki, markery powiększenia i opis legend (rys. 17, 19, 23, 34, 61, 67 i 68).

Niektóre z rysunków posiadają też opisy w języku angielskim (rys. 7, 12, 20-23 i 30) bez odniesień i tłumaczenia na język polski, w którym to języku redagowana jest rozprawa doktorska, gdzie nie uniknięto też błędów ortograficznych (*odmiany przez przypadki, gubienie lub zamiana liter oraz brak znaków interpunkcji*) – co zaznaczono w opiniowanym egzemplarzu rozprawy; jednak ich udział, generalnie nie wpływa negatywnie na całościowy odbiór pracy o wysokiej wartości merytorycznej.

W składni zdań stosuje się prawidłowe zachowanie nawiasów i znaków tabulacji, jakkolwiek w nielicznych przypadkach zdania są z użyciem terminologii wymagającej dyskusji, na co zwrócono uwagę w dalszej części recenzji „Ocena merytoryczna rozprawy”.



*W konkluzji „informacji ogólnych” i „oceny metodycznej rozprawy” stwierdzam, że recenzowana praca doktorska Pani mgr. inż. Brygidy ZIMOWSKIEJ stanowi wartościowe opracowanie naukowe w zakresie:*

*- technologii wytwarzania komory spalania wstępnego silnika tłokowego Jenbacher 6 – metodą druku 3D z proszku stopowego INC738LC, poprzez selektywne przetapianie i spiekanie laserowe cząstek proszku z użyciem technologii przyrostowej DLMS,*

*- oraz określonych właściwości użytkowych wytworzonego elementu, analizowanych dodatkowo po: po-procesowej obróbce cieplnej przesycania i starzenia oraz izostatycznego ściskania na gorąco w procesie HIP, jak też po wytworzeniu intermetalicznych powłok ochronnych typu Ni-Al metodą CVD,*

*gdzie na podstawie analizy prezentowanych wyników badań własnych, wyciągnięto konstruktywne wnioski – potencjalnie istotnie ważne dla użytkowego wykorzystania materiałowo-technologicznych efektów pracy wdrożeniowej w zastosowaniach przemysłowych.*

Recenzję opracowano z uwzględnieniem kryteriów określonych w: Ustawie z dn. 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. 2003 nr 65 poz. 595 wraz z późniejszymi zmianami; Dz.U. 2017 poz. 1789) oraz Ustawie z dnia 20 stycznia 2018 r. - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668 wraz z późniejszymi zmianami).

### **3. Ocena merytoryczna rozprawy**

Omawiane w rozprawie zagadnienia stanowią obszar ważnej dla zastosowań przemysłowych **problematyki wytwarzania z użyciem technologii DMLS (tj. selektywnego przetapiania i spiekania laserowego cząstek proszków metalicznych) – elementu spalinowego silnika tłokowego Jenbacher 6, jakim jest komora spalania wstępnego** wytworzona **metodą druku 3D** z żarowytrzymałego nadstopu niklu **INC738LC** – zabezpieczonego dodatkowo intermetaliczną powłoką ochronną typu Ni-Al syntetyzowaną w procesie *CVD* po wcześniejszej po-procesowej obróbce cieplnej *przesycania i starzenia* oraz zagęszczania struktury wytworzonego elementu w warunkach *izostatycznego ściskania na gorąco w procesie HIP*.

Przyjęte przez Doktorantkę założenia materiałowo-technologiczne są spowodowane koniecznością poprawy właściwości użytkowych *komory spalania wstępnego* wykonywanej obecnie ze stopu *Nimonic 81* w procesie odlewania precyzyjnego, która ulega intensywnemu zużyciu korozyjno-erozyjnemu i zmęczeniu cieplnemu w agresywnych warunkach pracy w temperaturze ok. 700°C, gdzie ekstremalnie może osiągnąć wartość nawet do ok. 1300°C.

Zastosowane w pracy innowacyjne rozwiązania materiałowo-technologiczne, docelowo mają stanowić ochronę przed korozją wysokotemperaturową, wykazując jednocześnie wysoką żarowytrzymałość, odporność na zużycie erozyjne i szoki termiczne *komory spalania wstępnego* tłokowego silnika spalinowego typu Jenbacher – stosowanego w turbinach gazowych w przemyśle energetycznym.



W przypadku tej pracy materiałem bazowym jest komercyjny proszek stopowy **INC738LC** o granulacji cząstek w zakresie ok. 23÷35 µm, który spiekano laserowo przy określonych parametrach procesu **DMLS** (*mocy i prędkości skanowania wiązki laserowej oraz odległości pomiędzy kolejnymi ściegami*) – badając następnie właściwości użytkowe wytworzonego elementu równocześnie z próbkami po po-procesowej obróbce cieplnej *przesycania i starzenia*, izostatycznego ściskania na gorąco (**HIP**), oraz syntezie intermetalicznej powłoki ochronnej Ni-Al metodą CVD, jak też tego samego materiału stopowego **INC738LC** po odlaniu (*dotyczy badań tekstury krystalograficznej, twardości, żaroodporności i właściwości mechanicznych w próbie statycznego rozciągania*).

Należy podkreślić, że zaplanowany przez Doktorantkę zakres badań własnych z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych, m.in. (**SEM/EDS, XRD, naprężeń własnych metodą  $\sin^2\psi$  i tekstury krystalograficznej**) – generalnie pozwala ocenić właściwości technologiczne badanego materiału **INC738LC** po jego wytworzeniu i wieloetapowej obróbce po procesowej oraz określić jego wytrzymałość mechaniczną, stabilność strukturalną, stopień umocnienia i odporność na wysokotemperaturowe utlenianie (*żaroodporność*) – *jednak bez oceny odporności na zużywanie erozyjne i szoki termiczne*, których to badań nie zaplanowano, a są one istotne w aspekcie utylitarne go zastosowania *komory spalania wstępnego – drukowanej 3D* z nadstopu **INC738LC**, ulegającej właśnie takiemu charakterowi zużycia.

Przedstawiając *problematykę analizowanych w rozprawie zagadnień materiałowo-technologicznych* – nietypowo bo już we wstępie (**rozd. 1**) określono **cel realizowanego doktoratu wdrożeniowego**, jakim jest „*opracowanie wytycznych technologicznych wytworzenia komory spalania wstępnego silnika tłokowego Jenbacher 6 metodą druku 3D z proszku nadstopu niklu INC738LC*” dla wdrożenia w zastosowaniach przemysłowych przez renomowaną na rynku światowym korporację *General Electric (GE)*, gdzie w efekcie uzyskane wyniki badań mają stanowić **know-how innowacji procesowej** w zakresie doboru materiału oraz sposobu wytwarzania zaprojektowanego 3D elementu silnika tłokowego z użyciem technologii **DMLS** (*selektywnego przetapiania i spiekania laserowego cząstek proszku stopowego INC738LC*).

Dla uzasadnienia określonego celu pracy wdrożeniowej – w analizie przeglądu literatury scharakteryzowano rodzaje i zastosowanie silników gazowych Jenbacher, ze szczególnym uwzględnieniem korzystnych właściwości zastosowania *komory wstępnego spalania* (**rozd. 2**), charakteryzując:

- jej budowę,
  - zasadę działania,
  - stosowane materiały (*Nimonic 81* oraz **INC738LC**),
  - oraz problemy eksploatacyjne,
- zwłaszcza ograniczoną żaroodporność, zmęczenie cieplne i erozję nadstopu *Nimonic 81* (**rozd. 3.1**), gdzie w kontekście określonego przedmiotu badań *innowacji procesowej* wyjątkową uwagę poświęcono:
- składowi fazowemu,
  - oraz mechanizmom umacniania nadstopu **INC738** (**rozd. 3.2**),



- jak też genezie i rozwojowi technologii *rapid prototyping – additive manufacturing* (tj. szybkiego wytwarzania prototypów gotowych elementów i urządzeń technikami przyrostowymi) – ze szczególnym uwzględnieniem technologii *DMLS* (rozdz. 3.3).

Analizę literaturową uzupełniono opisem uwarunkowań materiałowo-technologicznych dla selektywnego przetapiania i spiekania laserowego cząstek proszku nadstopów niklu metodą *DMLS* (rozdz. 3.4), charakteryzując też zastosowane w pracy po druku 3D obróbki po-procesowe (rozdz. 3.5), tj.:

- dwuetapową obróbkę cieplną (*przesycania i starzenia*) nadstopu *INC738LC*,
- wytwarzania powłok ochronnych poprzez chemiczne osadzanie z fazy gazowej (*CVD*),
- oraz prasowanie izostatyczne na gorąco (*HIP*).

W podsumowaniu aktualnego stanu wiedzy (rozdz. 3.6) – na bazie dostępnej literatury, przedstawiono przykłady zastosowanych dotychczas badań nadstopów niklu wytwarzanych technikami przyrostowymi (*SLM, SLS* oraz *DMLS*), określając też w tym zakresie wymagania i potrzeby rynku (rozdz. 3.7) – w aspekcie określonego w pracy celu badań.

W świetle rozpatrywanych zagadnień materiałowo-technologicznych, **istotne znaczenie w przeglądzie literatury** stanowi:

- analiza budowy strukturalnej nadstopu niklu *INC738* z charakterystyką faz formowanych w procesie odlewania i uzasadnieniem ich wpływu na określone właściwości użytkowe nadstopu *INC738* (rozdz. 3.2) – ze szczególnym uwzględnieniem bardzo pożądanej, bo stabilnej w wysokiej temperaturze fazy  $\gamma$ ” (rozdz. 3.2.1.1), gdzie wyjaśnienia wymaga użyte w opisie sformułowanie „*stabilność metalurgiczna*” – str. 14,

- opis **mechanizmów umacniania** struktury nadstopu *INC738* (***wydzieniowego i roztworowego***), co jest istotne w kontekście zastosowanej w pracy po-procesowej obróbki cieplnej *przesycania i starzenia* nadstopu *INC738* – po jego wytworzeniu w procesie selektywnego spiekania laserowego cząstek proszku metodą *DMLS* (rozdz. 3.2.2), gdzie wyjaśnienia wymaga również zastosowane w opisie pojęcie „*umocnienia wysokotemperaturowego*” – str. 16.

Przy ocenie analizy przeglądu literatury należy zaakcentować też zasadniczo słabe opracowanie zagadnień związanych z po-procesowymi technologiami:

- wytwarzania powłok ochronnych w procesie *CVD* (rozdz. 3.5.2)
- oraz prasowania izostatycznego na gorąco w procesie *HIP* (rozdz. 3.5.3),

gdzie praktycznie w ogóle nie przedstawiono żadnych istotnych danych materiałowo-technologicznych mających wpływ na właściwości użytkowe wytwarzanych materiałów (nadstopów niklu i faz międzymetalicznych typu *Ni-Al* – w kontekście określonego celu pracy), charakteryzując jedynie pobieżnie procesy *CVD* i *PVD* oraz *HIP*.

W kolejnym etapie w części badawczej rozprawy poprzedzonej określeniem sformułowanego już we Wstępie celu i zakresu pracy (rozdz. 4), scharakteryzowano proszkowy materiał badawczy w odniesieniu do materiału referencyjnego (tj. tego samego nadstopu *INC738LC* wytwarzanego konwencjonalnie w procesie odlewania).

Wbrew przyjętej na początku koncepcji badań oceny właściwości użytkowych nadstopu *INC738LC* w stanie po selektywnym spiekaniu przetapianych laserowo cząstek proszku stopowego *INC738LC* w procesie *DMLS* – nie przedstawiono w pełni właściwości materiału wsadu proszkowego w stanie wyjściowym – w zakresie:



- jego składu chemicznego,
- analizy fazowej,
- stopnia umocnienia struktury w badaniach mikrotwardości,
- oraz gęstości nasypowej i sypkości,

gdzie nie podano też metody wytwarzania pozyskanego komercyjnie proszku stopowego *INC738LC*, co w konsekwencji ograniczyło możliwość analizy porównawczej struktury nadstopu *INC738LC* wytworzonego w procesie *DMLS* – w stosunku do materiału w stanie wyjściowym w postaci wsadu proszkowego.

Przy czym wyraźnie należy zaznaczyć bardzo dobre uzasadnienie przez Doktorantkę słuszności wyboru użytego materiału badawczego (nadstopu *INC738LC*) w kontekście określonego celu pracy, z przedstawionym w rozprawie argumentem utwardzania wydzieleniowego fazą  $\gamma''$  i umacniania roztworowego pierwiastkami stopowymi osnowy materiału, przy jednocześnie obniżonej zawartości węgla, co korzystnie wpływa na poprawę jego żarowytrzymałości i spawalności w stosunku do typowego nadstopu *INC738*.

Bazując na doświadczeniach naukowych z literatury, w kolejnym etapie badań technologicznych wytwarzania próbek dokonano optymalizacji parametrów procesu *DMLS* z uwzględnieniem mocy ( $P$ ) i prędkości skanowania wiązki laserowej ( $v$ ) oraz odległości pomiędzy kolejnymi ściegami ( $h$ ) – przy bardzo szerokim zakresie wartości określonych parametrów ( $P=20\div 150$  W,  $v=100\div 1100$  mm/s,  $h=20\div 60$   $\mu\text{m}$ ), gdzie na podstawie opracowanego projektu eksperymentu DOE (*design of experiment*) – przy zoptymalizowanych już parametrach przyrostowego spiekania laserowego w procesie *DMLS* i obliczonej objętościowej energii wiązki laserowej wytworzono zaprojektowaną **3D komorę spalania wstępnego (rozdz. 5)** – przedstawiając też warunki obróbek po-procesowych: rekrytalizacji, przesycania i starzenia oraz HIP i CVD (**rozdz. 6**).

Przy opisie zagadnień w tej części rozprawy – mocno kontrowersyjna i wymagająca wyjaśnienia jest teza o rekrytalizacji struktury materiału poddanego wielowariantowej obróbce cieplnej: przyrostowego podgrzewania i wygrzewania w próżni w temperaturze odpowiednio: 400, 1050 i 1200°C – wytworzonego wcześniej z materiału proszkowego w warunkach selektywnego spiekania przetopionych wiązką laserową cząstek proszku w procesie *DMLS* (jeszcze przed procesem HIP, gdzie właśnie dopiero w warunkach izostaticznego ściskania na gorąco potencjalnie mogłaby zajść *in situ* rekrytalizacja zagęszczanej struktury materiału).

W opisie nie doprecyzowano też, w jaki sposób przygotowano warstwę wierzchnią materiału podłoża (nadstopu *INC738LC*) przed osadzaniem CVD powłoki ochronnej

W kolejnym etapie w części badawczej pracy (rozdział 7) **scharakteryzowano zastosowane metodyki badawcze** użyte do analizy właściwości strukturalnych badanych próbek (z mikroanalizą składu chemicznego, składu fazowego, tekstury krystalograficznej na podstawie figur biegunowych), jak też naprężeń własnych metodą  $\sin^2\psi$  – wykorzystując w tym celu:

- mikroskop świetlny *Leica DM4000 M LED/6000 M* z analizą obrazu zglądów metalograficznych w jasnym polu widzenia,



- SEM/EDS również ze skaningową analizą prześwietleniową STEM cienkich folii przy użyciu wysokorozdzielczego skaningowego mikroskopu elektronowego (*FEI Nova NanoSEM 450*),

- XRD *Bruker D8 Advance* z analizą widm dyfrakcyjnych przy użyciu oprogramowania *Bruker EVA* i bazy danych *PDF-2*.

Ponadto, **w zakresie oceny właściwości użytkowych** wytworzonych próbek przeprowadzono badania:

- twardości metodą Vickersa (przy użyciu twardościomierza *Zwick Zhu*), zgodnie z normą *PN-86/H-04360*,
- statycznej próby rozciągania w temperaturze pokojowej i 650°C (z użyciem maszyny wytrzymałościowej *MTS 858*),
- żaroodporności zgodnie z tzw. normą niemiecką wysokotemperaturowego utleniania próbek w 1100°C przez 120 godz. (w pięciu 24 godzinnych cyklach).

Przy opisie metodyk badawczych – w rozprawie nie doprecyzowano warunków metody pomiaru porowatości struktury wytworzonych próbek, nie podając jakiego użyto oprogramowania do ilościowej analizy obrazów mikroskopowych, gdzie na przekrojach poprzecznych zglądów metalograficznych dokonano analizy objętościowej porów bez opisu sposobu transformacji powierzchniowej 2D na objętościową 3D – znanej skąd inąd w literaturze, na którą Doktorantka się jednak nie powołała.

Nie ujawniono też w analizie ilościowej ilości analizowanych obrazów dla każdej z 4 badanych próbek – przedstawiając jednocześnie odchylenie standardowe z uzyskanych wyników badań przy ocenie stopnia porowatości struktury na etapie optymalizacji parametrów wydruku 3D (rozdz. 8.1, rys. 38).

W opisie metodyki badań jest też niefortunny i bardzo kontrowersyjny zapis, że z wykorzystaniem metody analizy obrazu dokonywano „pomiaru gęstości porów” (str. 50) – co wymaga dyskusji, tym bardziej, że w dalszej części rozprawy „Wyniki badań i dyskusja” – analizę stopnia porowatości struktury w rozdz. 8.1 zatytułowano jako „Pomiar gęstości” (str. 61) – co wymaga wyjaśnienia, w jaki sposób rozumie się „gęstość porów”?

**Dokonując kolejno oceny osiągnięć wynikających z przeprowadzonych badań własnych Doktorantki stwierdzam, że przedstawione w rozdziale 8 wyniki badań realizowanych zgodnie z ustalonym wcześniej zakresem pracy – stanowią spójne opracowanie naukowe potwierdzające założony cel pracy wdrożeniowej, tj. „opracowanie wytycznych technologicznych wytworzenia komory spalania wstępnego silnika tłokowego Jenbacher 6 metodą druku 3D z proszku nadstopu niklu INC738LC.**

W pierwszym etapie przedstawiono wyniki optymalizacji wydruku 3D próbek wytworzonych przy odmiennych parametrach procesu DMLS wg opracowanego wcześniej projektu eksperymentu (DOE) – z analizą stopnia porowatości i twardości struktury nadstopu INC738LC, stanowiącą praktycznie jedyne kryterium doboru parametrów wytwarzania komory spalania wstępnego i próbek do dalszych badań – zgodnie planem pracy.

W efekcie ustalono optymalne parametry spiekania laserowego cząstek proszku INC738LC ( $v=1100$  m/s,  $P=150$  W i  $h=60$   $\mu$ m), dla których uzyskano wysoką twardość struktury przy najmniejszej ilości wad strukturalnych, gdzie w analizie uzyskanych wyników



badania nie podjęto próby wyjaśnienia **dłaczego twardość struktury formowanej z przetapianych i spiekanych laserowo cząstek proszku rośnie wraz ze wzrostem mocy lasera P [W]** (rys. 37), wyrażonej również nieprecyzyjnie jako gęstość energii E [J/mm<sup>3</sup>] przy analizie „zależności porowatości od mocy lasera” (rys. 38 – który nie koreluje z wnioskiem, że cyt. „*największą porowatość - ok 1.63% zaobserwowano dla próbki drukowanej przy niskiej wartości energii, tj. 65 J/mm<sup>3</sup>*”).

W następstwie udokumentowanych wyników badań (*obrazów mikroskopowych oraz wykresów twardości i porowatości struktury*), wykazując wpływ mocy lasera i gęstości energii na właściwości rozpatrywanych parametrów (twardości i stopnia porowatości struktury) – przy optymalnych już parametrach procesu DMLS wytworzono:

- **komorę spalania wstępnego**, którą poddano badaniom dokładności wymiarowej z użyciem skanera 3D (*Blue Light Scanner STEINBICHLER COMET L3D 8*),
- **oraz próbki**, z których część poddano obróbce po-procesowej: cieplnej (*przesycania i starzenia*), ściskania izostatycznego na gorąco w procesie HIP oraz syntezie powłok ochronnych typu Ni-Al w procesie CVD.

Przedstawione w rozprawie wyniki badań własnych, kolejno:

- dokładności wymiarowej *komory spalania wstępnego*,
- mikrostruktury,
- tekstury krystalograficznej,
- analizy fazowej i rozkładu naprężeń własnych

próbek stopu **INC738LC** – w stanie po wydruku 3D i obróbce po-procesowej oraz próbek po odlaniu, stanowią bez wątpienia bardzo dużą wartość poznawczą i dają możliwość wyciągnięcia konstruktywnych wniosków, czego nie wyeksponowano jednak należycie w analizie uzyskanych wyników badań własnych.

Na przykład, przy ocenie dokładności wymiarowej **komory spalania wstępnego** niejednoznacznie wyciągnięto wniosek (*wymagający dyskusji*), że powstałe różnice w geometrii wydrukowanego 3D elementu (*wg zaprojektowanego wcześniej w CAD modelu*) – cyt. „*wynikają z konieczności zastosowania wykańczającej obróbki mechanicznej*”, gdzie nie podkreślono nigdzie wcześniej w pracy, że uwzględniono naddatek na obróbkę wykańczającą, a uzyskana poprzez skanowanie 3D **odchyłka dolna** (w górnej części wytworzonego elementu) wynosi nawet **ei = -1,667 mm** w stosunku do wymiaru nominalnego (*przy nieznannej również tolerancji, która powinna być podana – szczególnie w przypadku planowania naddatku materiału na obróbkę wykańczającą*).

Z kolei przy ocenie elementów mikrostruktury próbek nadstopu **INC738LC** w stanie po obróbkach po-procesowych (**rozdz. 8.2**) – nie doprecyzowano sposobu identyfikacji zaznaczonych na **rys. 44-47** faz strukturalnych (*bez podania wyników EDS lub XRD*), przy jednocześnie dyskusyjnym stwierdzeniu, że cyt. „*szczęśliwy kształt widocznej na rys. fazy  $\gamma'$  może świadczyć o bardzo dobrej wytrzymałości materiału*” – **co powinno być obszerniej przedyskutowane** w analizie wyników badań własnych.

**Bardzo ważnym w świetle przedstawionych wyników badań nadstopu INC738LC jest ocena tekstury krystalograficznej próbek w stanie:**

- po odlewaniu (*jako materiału referencyjnego*),
- po drukowaniu 3D (SLM),



- oraz po drukowaniu 3D, izostatycznym zagęszczaniu HIP i wytworzeniu powłoki typu Ni-Al (CVD).

W świetle prezentowanych wyników badań Doktorantka wykazała silnie wykształconą teksturę krystalograficzną **nadstopu INC738LC** – bez względu na metodę jego wytwarzania. Przy czym, zarówno po odlewaniu, jak i po wydruku 3D stwierdzona orientacja krystalograficzna (111)  $\langle u v w \rangle$  – jest charakterystyczna dla struktur odlewniczych, gdzie w przypadku wydruku 3D wykazano też udział orientacji typu Goss (011)  $\langle u v w \rangle$ .

Zastosowane po-procesowe obróbki cieplne *przesycania i starzenia*, a w szczególności *zagęszczania izostatycznego na gorąco materiału w procesie HIP* – wykazały jednoznacznie przebudowę struktury z orientacją krystalograficzną: (011)  $\langle u v w \rangle$  (o dwukrotnie mniejszej objętości materiału w stosunku do stanu po drukowaniu 3D) oraz (101)  $\langle u v w \rangle$  i (100)  $\langle u v w \rangle$ , jako typowymi dla procesu rekrytalizacji, gdzie po długotrwałym procesie wysokotemperaturowej syntezy powłok metodą CVD w 1040°C nastąpił bardzo słusznie zauważony przez Doktorantkę rozrost fazy  $\gamma'$  – najprawdopodobniej w wyniku *rekrytalizacji wtórnej* – czego już w rozprawie nie podkreślono.

**Równie istotne w aspekcie przemysłowego zastosowania nadstopu INC738LC** – jest dokonana w rozprawie ocena rozkładu naprężeń własnych w strukturze materiału *po wydruku 3D* i określonym stanie obróbki po-procesowej (*cieplnej przesycania i starzenia oraz cieplnej wraz z HIP*), gdzie zastanawiające jest (*a nie poddane dyskusji*), dlaczego w świetle uzyskanych wyników badań po druku 3D materiał posiada rozciągający charakter naprężeń własnych, a przeprowadzona później obróbka cieplna *przesycania i starzenia* generuje naprężenia ściskające, które ulegają istotnemu wzrostowi po procesie HIP (co jest już raczej przewidywalne – *choć też nie zostało to wyraźnie przedyskutowane przez Doktorantkę w analizie uzyskanych wyników badań*), gdzie wyjaśnienia wymaga też, **jak należy rozumieć stwierdzenie**, że cyt. „na podstawie otrzymanych wyników można zauważyć **symetryczny rozkład naprężeń w badanych próbkach**” (str. 79).

**W kolejnym etapie analizy właściwości użytkowych wytworzonych próbek** – poprzedzając analizę wyników badań *żaroodporności*, podjęto próbę oceny mikrostruktury powłoki intermetalicznej typu Ni-Al wytworzonej metodą CVD na podłożu INC738LC, wraz z mikroanalizą składu chemicznego SEM/EDS (*mappingi*) oraz składu fazowego (XRD).

Przedstawione w tej części wyniki badań są jednak zbyt ogólnikowe i niejednoznaczne – z niestarannie okazaną dokumentacją fotograficzną, przy braku oznaczenia pierwiastków stopowych na poszczególnych obrazach map wykonanych w badaniach powierzchniowej mikroanalizy składu chemicznego SEM/EDS (rys. 61).

Dla określenia tlenu w badaniach SEM/EDS kluczowe jest wzorcowanie badanego układu lub przeprowadzenie badań z użyciem detektora WDS, czego nie wykonano – wykazując jednocześnie ok. 38% mas. tlenu w strukturze powłoki CVD, bez podkreślenia, że uzyskany wynik stanowi co najwyżej „*analizę ilościową*”, przy w ogóle niezrozumiałej już tezie, że „*brak stechiometrycznego składu chemicznego dla cząstek tlenu i aluminium może wynikać z widocznych skupisk chromu w zewnętrznej strefie podłoża*” (str. 80) – co wymaga wyjaśnienia.

Kontrowersyjne też jest stwierdzenie, że w strefie środkowej powłoki NiAl wytworzonej w procesie CVD, mogą formować się cyt. „*cząstki tlenku aluminium  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, które pochodzą*



z procesu piaskowania powierzchni próbek i nie zostały usunięte w wyniku mycia w płucze ultradźwiękowej w alkoholu etylowym”.

Z kolei w analizie XRD wnioskuje się zupełnie intuicyjnie, że „osnowę powłoki stanowi niestechiometryczna faza NiAl o najlepszej odporności na utlenianie spośród wszystkich faz z układu Ni-Al” – co bez potwierdzenia refleksu od nadstruktury fazy NiAl i braku analizy stopnia uprządkowania dalekiego zasięgu (LRO) dla fazy NiAl – jest bezprzedmiotowe, gdyż równie dobrze można przypuszczać, że osnowę powłoki stanowi nieuporządkowany roztwór stały  $\gamma$ -Ni(Al) – o już znacznie mniejszej odporności na utlenianie.

Przy czym, wyraźnie należy też podkreślić iż jednoznaczna analiza fazowa jest w tym przypadku znacznie utrudniona, gdyż linie dyfrakcyjne zidentyfikowane aż dla 5 faz strukturalnych (na podstawie kart materiałowych PDF – rys. 62) – nakładają się występując przy tym samym kącie ugięcia Bragga i wartości  $d_{hkl}$  (stanowiących kryterium identyfikacji fazowej).

Odnosząc się do uzyskanych wyników badań odporności nadstopu INC738LC na wysokotemperaturowe utlenianie, ich interpretacja stanowi swoistego rodzaju chaos, wynikający chyba już z pośpiechu przy finalizowaniu rozprawy, gdyż analizując wyniki zmiany masy w funkcji wygrzewania na zbyt mało czytelnym wykresie (rys. 64), oś rzędnych oznaczono jako ubytek masy [g], opisując jednocześnie w analizie uzyskanych wyników badań, że:

- cyt. „*największą odporność na utlenianie wykazały próbki wytworzone techniką DMLS i poddane obróbce cieplnej przesycań i starzenia + HIP z wytworzoną warstwą ochronną Ni-Al, dla których nie zaobserwowano ubytku masy, a wręcz przeciwnie - nastąpił przyrost masy*”,

- gdzie w kolejnym zdaniu oznajmiono już, że „*nieco mniejszy ubytek masy (na poziomie 1 g/mm<sup>2</sup>) posiadały próbki po druku 3D oraz obróbce cieplnej – w stosunku do 12 g/mm<sup>2</sup> ubytku dla stopu INC738LC po odlewaniu), a najlepiej zachowuje się materiał po obróbce cieplnej (przesycań i starzenia) oraz HIP z wytworzoną warstwą ochronną - na poziomie -0.9 g/mm<sup>2</sup>*” – co też w ogóle nie koreluje z wynikami przedstawionymi na wykresie, gdzie zmiany ubytku i przyrostu masy wyrażone są w [g] w funkcji czasu wygrzewania.

Jakkolwiek, należy podkreślić, że z przedstawionych wyników badań widać wyraźny trend korzystnego wpływu obróbki po-procesowej (przesycań i starzenia + HIP + CVD) na żaroodporność wydrukowanego wcześniej nadstopu INC738LC – na co słusznie zwróciła też uwagę Doktorantka, przypisując tą rolę formowaniu się na powierzchni intermetalicznej powłoki Ni/Al, stabilnych warstw tlenkowych typu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (o bliżej nieznanym odmianie alotropowej, bo zidentyfikowanych w badaniach SEM/EDS na podstawie stechiometrii aluminium i tlenu).

**W analizie oceny właściwości mechanicznych wytworzonych materiałów** ustalono ich twardość oraz wytrzymałość mechaniczną w próbie statycznego rozciągania w temperaturze otoczenia i 650°C, wykazując, że:

- największą twardość posiada materiał po druku 3D oraz obróbce cieplnej, co nie koreluje jednak z wynikami badań przedstawionych na wykresie (rys. 71), gdzie najwyższą twardość wykazuje materiał po wydruku 3D i obróbce cieplnej, ale również z powłoką NiAl wytworzoną w procesie CVD, przy czym faktycznie, jak słusznie podkreśliła to Doktorantka,



po-procesowa obróbka cieplna *przesycania i starzenia* powoduje zauważalny wzrost twardości wydrukowanego wcześniej nadstopu *INC738LC*,

- parametry wytrzymałościowe ( $R_p$  i  $R_m$ ) oraz **odkształcenie względne  $\epsilon$  [%]**, nadstopu *INC738LC* w stanie po wydruku 3D i wszystkich określonych stanach obróbki po-procesowej – są znacznie wyższe w stosunku do tego samego nadstopu w stanie po odlaniu,

- gdzie obróbka cieplna *przesycania i starzenia* powoduje wzrost wytrzymałości wydrukowanego wcześniej nadstopu *INC738LC*, a proces ściskania izostatycznego na gorąco jej spadek – pomimo wyższej twardości i bardzo wysokiego stanu ściskających naprężeń własnych w strukturze materiału po procesie HIP, co powinno być przedmiotem pogłębionej analizy uzyskanych wyników badań, której zabrakło w rozprawie.

**W ocenie końcowej uzyskanych wyników badań**, w podsumowaniu wraz z wnioskami (rozdz. 9 i 10), **Doktorantka przedstawiła wytyczne procesu wytwarzania nadstopu *INC738LC* metodą przyrostową *DMLS***, gdzie na podstawie przedstawionych wyników badań własnych wykazała bezwzględnie polepszenie właściwości eksploatacyjnych wytworzonej *komory spalania wstępnego* w stosunku do materiału referencyjnego (*INC738LC* – w stanie po odlaniu) – **realizując tym samym założony cel pracy.**

#### 4. Wnioski końcowe

Prezentując wyniki badań własnych Doktorantka wykazała, że przy istotnie ważnych do rozwiązania problemach eksploatacyjnych *komory spalania wstępnego* ulegającej intensywnemu zużyciu w spalinowym silniku tłokowym firmy Jenbacher 6, **poprzez zastosowanie innowacyjnych rozwiązań materiałowo-technologicznych** (tj. przyrostowego spiekania wiązką laserową materiału proszkowego *INC738LC* – poddanego następnie obróbkom po-procesowym po wydruku 3D), **można istotnie podnieść właściwości użytkowe wytworzonego elementu poprzez:**

- wzrost twardości i wytrzymałości mechanicznej (*szczególnie po dodatkowej obróbce cieplnej przesycania i starzenia*) – zachowanych również w wysokiej temperaturze (560°C),

- jednocześnie z korzystnym rozkładem ściskających naprężeń własnych (*po procesie HIP*),

- i poprawą żaroodporności – istotnie znaczącą po syntezie powłoki intermetalicznej typu Ni-Al (*dodatkowo w procesie CVD*).

**W podsumowaniu oceny merytorycznej rozprawy doktorskiej Pani mgr. inż. Brygidy ZIMOWSKIEJ można stwierdzić, że w zupełności zrealizowała Ona założony cel pracy, a przeprowadzona przez Nią analiza wyników badań własnych z użyciem zaawansowanych metodyk badawczych, stanowi oryginalne i wartościowe opracowanie z dużym potencjałem wiedzy materiałowo-technologicznej w zakresie, zarówno wytwarzania nadstopu *INC738LC* metodą przyrostową *DMLS* (*Direct Metal Laser Sintering*), jak i jego obróbki po-procesowej dla poprawy zakładanych właściwości eksploatacyjnych wydrukowanej 3D *komory spalania wstępnego*.**



Pomimo z reguły zawsze nieuniknionych uwag o charakterze merytorycznym w pracach doktorskich, należy mieć na uwadze, że w opiniowanej monografii – mają one w większości charakter dyskusyjny i stanowią sugestie dla dalszego kształtowania warsztatu naukowo-badawczego **Doktorantki**, która w mojej opinii wykazała się dobrą umiejętnością planowania eksperymentu w oparciu o znajomość zaawansowanych metodyk badawczych, których wyniki poddane zostały dobrej 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 **Pani mgr. inż. Brygidy ZIMOWSKIEJ** do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Naukowej Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.



dr hab. inż. Cezary Senderowski, prof. UWM



