

Warszawa, dn. 01.09.2025 r.

dr hab. inż. Marcin Krajewski

Instytut Podstawowych Problemów Techniki
Polskiej Akademii Nauk
Zakład Mechaniki Materiałów
Pracownia Zaawansowanych Materiałów Kompozytowych
e-mail: mkraj@ippt.pan.pl

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr inż. Edyty Wyszkwowskiej

pod tytułem: „*Impact of radiation damage on the structural and mechanical properties of fcc Ni_xFe_{1-x} single crystal alloys*”

1. Podstawa opracowania

Przygotowana recenzja rozprawy doktorskiej jest odpowiedzią na pismo Zastępcy Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej prof. dr hab. inż. Tomasza Wejrzanowskiego z dnia 02.07.2025 r.

2. Charakterystyka i opis rozprawy

2.1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska Pani mgr inż. Edyty Wyszkwowskiej została przygotowana w formie zbioru opublikowanych i spójnych tematycznie artykułów naukowych. Promotorem pracy jest dr hab. inż. Łukasz Kurpaska, prof. NCBJ, a promotorem pomocniczym dr Cyprian Mieszczyński. Niniejsza rozprawa dotyczy tematyki rozwoju technologii materiałów konstrukcyjnych do budowy rdzeni reaktorów jądrowych IV generacji, w tym m.in. reaktorów prędkich chłodzony gazem (GFR; ang. *Gas-Cooled Fast Reactor*), reaktorów wysokotemperaturowych (VHTR; ang. *Very-High-Temperature Reactor*), nadkrytycznych reaktorów wodnych (SCWR; ang. *Supercritical-Water-Cooled Reactor*), czy wysokotemperaturowych reaktorów chłodzonych gazem (HTGC; ang. *High Temperature Gas Cooled Reactor*). Materiały wykorzystywane do konstrukcji rdzeni ww. reaktorów są narażone na bardzo trudne warunki eksploatacyjne, takie jak wysoka temperatura, promieniowanie neutronowe, naprężenia mechaniczne oraz środowisko korozyjne. Z tego powodu opracowanie nowych materiałów bądź podniesienie wydajności obecnie stosowanych może doprowadzić do wzrostu bezpieczeństwa użytkowania reaktorów jądrowych. Drugie z wymienionych powyżej podejść zostało przyjęte przez Autorkę ocenionej pracy doktorskiej. Skupiła się ona w swoich badaniach na zrozumieniu procesów defektowania monokryształów metalicznego niklu (Ni) oraz monokrystalicznych stopów fcc nikiel-żelazo (Ni_xFe_{1-x} , gdzie $x \geq 0.38$), które dokonują się podczas bombardowania wiązkami jonów efektywnie imitującymi promieniowanie neutronowe. Warto w tym miejscu podkreślić, że defektowanie strumieniami jonów jest znacznie tańszą, szybszą, jak również bezpieczniejszą metodą badań radiacyjnych od klasycznego napromieniowywania w reaktorze.

W swojej pracy Pani mgr inż. Edyta Wyszkwowska zaproponowała szereg badań eksperymentalnych oraz numerycznych, które umożliwiły przeprowadzenie ilościowej oraz jakościowej analizy powstawania defektów w monokrystalicznym, metalicznym niklu oraz jego stopach z żelazem. Do oszacowania odporności radiacyjnej używała spektrometrii z rozpraszaniem wstecznym Rutherforda w trybie kanałowania (RBS/C). Aby dokonać analizy rodzajów powstających defektów radiacyjnych (w tym określić ich koncentrację/gęstość w funkcji fluencji jonów oraz zawartości żelaza w stopach) stosowała najpierw skaningowy mikroskop elektronowy wyposażony w system zogniskowanej wiązki jonów (SEM/FIB), aby przygotować próbki do bardziej szczegółowych badań z użyciem transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM). Korzystając z kodu McChasy bazującego na symulacjach Monte Carlo (MC) i modelu Multi-Step Damage Accumulation (MSDA) dopasowywała widma

otrzymane w badaniach RBS/C oraz przeprowadziła symulację kinetyki powstawania defektów radiacyjnych. Za pomocą programu Stopping and Range of Ions in Matter (SRIM) Autorka rozprawy dokonała obliczeń poziomu zniszczeń radiacyjnych tworzonych w wyniku zderzeń balistycznych przy użyciu jednostki związanej z przemieszczeniem na atom (dpa; ang. *displacement per atom*). Program ten był również użyty do wizualizacji profili penetracji jonów w badanych materiałach przy zadanej fluencji oraz rozkładów defektów indukowanych podczas implantacji jonowych. Ponadto wykonała szereg symulacji z wykorzystaniem dynamiki molekularnej (MD-LAMMPS) oraz programu ATOMSK w celu zrozumienia mechanizmów tworzenia się konkretnych typów defektów na poziomie atomowym w analizowanych próbkach. Pani mgr inż. Edyta Wyszowska wykorzystała także metodę nanoindentacji po to, aby oszacować wpływ fluencji jonów oraz zawartości żelaza w stopach $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$ na zmiany twardości badanych próbek przed i po procesie bombardowania wiązkami jonów. Biorąc pod uwagę powyższe zagadnienia uważam, że problematyka podjęta w recenzowanej rozprawie doktorskiej jest ważna zarówno z naukowego, jak również aplikacyjnego punktu widzenia. Ponadto prezentuje znaczące wyniki badań wytrzymałości materiałów na promieniowanie, co jest istotną częścią inżynierii i wiedzy o materiałach.

2.2. Ocena struktury, strony edytorskiej i językowej rozprawy

Jak wspomniano wcześniej przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska przyjęła formę zbioru powiązanych tematycznie artykułów naukowych. W jej skład wchodzi pięć publikacji oznaczonych literami od A do E, które zostały zebrane i opisane w rozdziale nr 5. Praca została dodatkowo opatrzona w 5 innych rozdziałów. Rozdziały od 1 do 4 przedstawiają ogólny zarys tematyki podjętej przez Autorkę rozprawy i stanowią swoisty przewodnik dla jej czytelnika. Z kolei rozdział nr 6 zawiera podsumowanie uzyskanych wyników, przedstawia opis weryfikacji hipotezy badawczych oraz wskazuje potencjalne kierunki dalszych prac. Warto podkreślić, że informacje zawarte w rozdziałach o numerach 1, 2 i 4 zostały opracowane na podstawie dostępnej literatury związanej z tematyką rozprawy. Ta część pracy jest przedstawiona klarownie, a do jej opracowania wykorzystano wiedzę zgromadzoną zarówno w książkach, podręcznikach akademickich, jak i czasopismach naukowych. Ważne jest także to, że w rozprawie cytowane są zarówno prace starsze jak i nowe (nawet z 2025 roku), co niewątpliwie świadczy o tym, że Pani mgr inż. Edyta Wyszowska posiada dużą wiedzę teoretyczną w zakresie tematyki rozprawy doktorskiej.

Cała rozprawa doktorska liczy 190 stron, które zostały podzielone na 6 głównych numerowanych rozdziałów, a także 10 krótkich nienumerowanych części, wśród których znajdują się streszczenia w jęz. polskim i angielskim (4 strony), spis treści (3 strony), lista najważniejszych skrótów używanych w całości rozprawy (1 strona), bibliografia (8 stron), spis wykresów oraz tabel zamieszczonych w rozprawie (2 strony), podziękowania (1 strona) oraz podsumowanie osiągnięć naukowych Autorki rozprawy (5 stron), co daje łącznie 24 strony. Moim zdaniem liczba rozdziałów jak i struktura rozprawy doktorskiej zostały dobrze przemyślane przez Panią mgr inż. Edytę Wyszowską. Warto także wspomnieć, że recenzowana praca została spisana w znacznej większości bardzo poprawnie pod względem gramatycznym i składniowym w języku angielskim, co niewątpliwie może poszerzyć grono jej czytelników. Chciałbym jednak w tym miejscu zwrócić uwagę na to, że w rozdziale nr 5 znajduje się krótki opis w jęz. polskim każdego z artykułów wchodzącego w skład zbioru osiągnięć Autorki. Uważam, że ta część rozprawy mogłaby zostać pominięta, ponieważ nie wnosi ona dodatkowej wiedzy, a większość informacji w niej zawarta jest powtórzona w rozdziale nr 6, gdzie znajduje się syntetyczne podsumowanie całości pracy. Wracając do oceny językowej rozprawy, jedynymi błędami gramatyczno-językowymi, które zostały zauważone przeze mnie podczas czytania pracy i na które warto zwrócić uwagę to: (1) stosowanie frazy *compared to* (str. 32, 35, 38, 64, 75, 78, 84, 85, 87, 95, 97, 103, 104, 109, 110, 114, 118, 121, 122, 124, 125, 126, 137, 150, 154, 162, 165, 168, 169) oraz *compared with* (str. 75, 99, 115, 128, 145, 161) (która z tych opcji jest poprawna?), (2) słowo *Nickel* powinno być napisane małą literą (str. 15 dziewiąta linijka od dołu strony), (3) brak podmiotu w zdaniu rozpoczynającym opis podrozdziału o tytule *Voids* (str. 25), (4) użycie wielkiej litery W w słowie *where* zaraz po zapisie równania oraz/lub przecinka po tym słowie (str. 27, 28, 52, 55), (5) użycie słowa *loge* w Tabeli nr 1 zamiast stwierdzenia *lots of* (str. 30), (6) użycie słowa *motioning* zamiast *mentioning* (zdanie na str. 30 czwarta linijka pod Tabelą nr 1), (7) początek zdania rozpoczynający się od „*Chemical disorder effects arise from (...)*” wydaje się być urwane i bez kontynuacji (str. 34 dziesiąta linijka od dołu strony), (8) trochę nietrafne stwierdzenie *is determined after determining* (str. 34 ósma linijka od dołu strony), (9) słowo *polymers* wydaje się być zbędne (str. 38 dziewiąta linijka od dołu strony), (10) słowo *And* powinno być napisane małą literą i bez przecinka po

nim (str. 42 czwarta linijka od dołu strony), (11) ujednolicenie słowa szary – raz użycie *grey* a raz *gray* (wykres nr 30 i str. 117 dziesiąta linijka od dołu strony). Ponadto Autorka rozprawy zdecydowała się również wielokrotnie używać stwierdzenia *addition/dodatek* w stosunku do zawartości żelaza użytego do utworzenia stopu Ni_xFe_{1-x} , jednak moim zdaniem, bardziej trafne byłoby użycie frazy *content/zawartość*.

W rozprawę wkomponowane jest w sumie 51 wykresów/rysunków/schematów oraz 6 tabel. Większość z nich jest czytelna i przejrzysta. Szata edytorska rozprawy pozostaje na wysokim poziomie i nie budzi większych zastrzeżeń. Czytając ją, znalazłem kilka drobnych niedociągnięć, o których tylko pokrótce chciałbym wspomnieć. Mianowicie, zdarza się, że Pani mgr inż. Edyta Wyszowska stosuje kilka powtórzeń tego samego wyrazu lub frazy obok siebie (np. trójkrotne użycie słowa *results* w jednym zdaniu na str. 35; trójkrotne zastosowanie słowa *significant* w jednym zdaniu rozpoczynającym się od *In the case of SP-CSA polymers,...* na str. 38; dwukrotne użycie słowa *wynika* w jednym zdaniu na str. 59; dwukrotne użycie słowa *observe* w dwóch zdaniach jednym po drugim na str. 104). Zauważyłem również, że Autorka rozprawy kilkakrotnie łamała zasadę konsekwencji w odwoływaniu się do numerów wykresów. Mianowicie na str. 32 powołuje się na początku na wykres nr 6b, a dopiero później wykres 6a. Podobnie jest na str. 67, gdzie na początku znajduje się odwołanie do wykresów nr 11 i 12, a dopiero później do wykresu nr 10. Pani mgr inż. Edyta Wyszowska nie dokonała systematyzacji w numerowaniu równań – np. wielokrotnie pojawiają się odwołania do równania nr (1), które jest za każdym razem różne (strony 27, 48, 88, 156). W podrozdziałach od 5.1 do 5.6, w których zawarte są krótkie opisy osiągnięć spisane w jęz. polskim, często pojawia się błąd edytorski związany z pozostawieniem przyimka lub jednoliterowego spójnika na końcu linijki. Na stronie nr 98 użyto skrótu *didn't* zamiast *did not*, co nie jest dobrze postrzegane w pracach naukowych, które powinny być pisane w stylu formalnym. Na stronie nr 160 nie wstawiono spacji pomiędzy liczbami a ich mianami (30nm and 100nm), a na stronie nr 99 zamiast miana μm (mikrometr) pojawił się skrót um. Ponadto najbardziej rzucającym się w oczy niedopracowaniem edytorskim są częste braki w indeksowaniu dolnym bądź górnym w szczególności dla formuł chemicznych (np. $Ni_{80}Cr_{20}$, $Ni_{0.8}Cr_{0.2}$ na str. 39 w tym przypadku również brak konsekwencji w nazewnictwie; 10^8 atomów zamiast 108 atomów str. 61; 2×10^{14} zamiast 2×10^4 w opisie wykresu nr 10 na str. 67; 2×10^{14} zamiast 1×10^{15} w opisie wykresu nr 20 na str. 92; $Ni_{0.5}Fe_{0.5}$, $Ni_{0.8}Cr_{0.2}$ na str. 108 i 109;) bądź związanych z użytą wiązką jonów (np. Ni^+ , He^+ , Ar^+ na str. 43; $^4He^+$ na str. 47; $^{58}Ni^+$ na str. 57; Ni^+ w opisie wykresu nr 10 na str. 67; $^{58}Ni^+$ na str. 47; of 4×10^{15} ions/cm² w opisie wykresu nr 26 na str. 100; Ni^+ w opisie wykresu nr 29 na str. 111; Ga^+ na str. 114; He^4 na str. 143). W niektórych miejscach Autorka rozprawy powołuje się lub porównuje właściwości różnych stopów, ale nie podaje ich składów chemicznych, co może mieć znaczenie dla kontekstu danej części pracy ($NiFe$ na str. 35, 36, 37, 39, 40, 109, 131, 151; $NiFeCoCr$ na str. 35, 36, 37, 151; $NiCoCr$ na str. 35, 36, 37, 151; $NiCo$ na str. 39, 40). Dostrzegłem również błąd na str. 149 związany z podaniem nieprawidłowej nazwy czasopisma – zamiast *Journal of Applied Surface Science* powinno być *Applied Surface Science*. Dodatkowo chciałbym zwrócić uwagę na jeszcze jedną kwestię merytoryczną, tj. w kilku miejsca w rozprawie Pani mgr inż. Edyta Wyszowska skorzystała ze skrótu myślowego i napisała, że nikiel to stop (np. str. 57 „W niniejszym artykule zaprezentowano wyniki badań monokrystalicznych stopów fcc Ni i Ni_xFe_{1-x} (...)”; str. 60 „(...) wywołanych defektowaniem w stopach Ni , $Ni_{0.88}Fe_{0.12}$ i $Ni_{0.77}Fe_{0.23}$ (...)”); str. 84 „(...) five different compositions of fcc Ni and Ni_xFe_{1-x} single crystal alloys namely Ni , $Ni_{0.88}Fe_{0.12}$, (...)”). Na str. 57 jest również informacja o badaniu stopów Ni_xFe_{1-x} z zawartością żelaza 0.38 i 0.62 % at., a chyba powinno być 38% i 62%. Podsumowując tą część recenzji, chciałbym podkreślić, że większość z wymienionych powyżej niedociągnięć jest ciężka do zauważenia zwłaszcza bez wnikliwej analizy treści rozprawy. Niektóre z ww. błędów mogą wynikać z faktu, że rozprawa doktorska przyjęła formę zbioru artykułów naukowych, w których styl zazwyczaj jest narzucony przez wydawnictwo.

2.3. Ocena merytoryczna pracy

Rozdziały nr 1 i 2 to wstęp do rozprawy, który ma za zadanie wprowadzić czytelnika w tematykę badawczą podjętą przez Panią mgr inż. Edytę Wyszowską. Ta część pracy nie budzi większych zastrzeżeń. Można byłoby trochę lepiej przedstawić informacje zawarte w podrozdziale nr 1.5, gdzie Autorka kilkakrotnie powtarza stwierdzenia, że napromieniowanie neutronowe materiałów jest znacznie droższe i bardziej czasochłonne niż badania z użyciem napromieniowania wiązką jonów. Ponadto uważam, że w podsumowaniu rozdziału nr 2 należałoby bardziej uwypuklić przyczynę, dla której Autorka rozprawy zdecydowała się konkretnie na badania monokryształów metalicznego niklu oraz jego stopów fcc z żelazem (Ni_xFe_{1-x}).

Główną część rozprawy doktorskiej stanowią informacje zawarte w rozdziałach nr 3, 5 oraz 6. Rozdział nr 3 przedstawia motywację podjęcia badań przez Panią mgr inż. Edytę Wyszowską oraz szczegółowe cele pracy. Dodatkowo definiuje przyjęte hipotezy badawcze, a także opisuje pokrótce zakres przeprowadzonych badań. Rozdział ten jest również bezpośrednio związany z rozdziałem nr 4, w którym Autorka rozprawy zaprezentowała pokrótce opis metod eksperymentalnych i numerycznych wykorzystywanych przez nią w pracach badawczych. Natomiast rozdział nr 5 to rdzeń rozprawy doktorskiej, gdzie przedstawione są wyniki pracy w formie zbioru powiązanych tematycznie artykułów naukowych. Ostatnim rozdziałem wchodzącym w skład głównej części rozprawy jest jej podsumowanie zawarte w rozdziale nr 6.

Rozdział nr 3 jest relatywnie krótki i zwięźle przedstawia wcześniej wspomniane zagadnienia. W tej części pracy Pani mgr inż. Edyta Wyszowska postawiła dwie hipotezy badawcze: (i) „*Poprzez dopasowanie składu chemicznego monokryształów Ni_xFe_{1-x} możliwe jest dostosowanie odporności tych materiałów na promieniowanie.*” oraz (ii) „*Integracja technik charakterystyki strukturalnej z symulacjami obliczeniowymi umożliwia nie tylko ilościową analizę defektów w materiałach wywołanych promieniowaniem, ale także pozwala na przewidywanie ich rodzaju i rozmieszczenia*”. Moim zdaniem druga za przytoczonych hipotez charakteryzuje się dużą ogólnością i mogłaby być prawdziwa dla wielu innych przypadków, nie tylko dla monokrystalicznego Ni oraz stopów fcc Ni_xFe_{1-x} . Autorka rozprawy powinna w tym przypadku bardziej doprecyzować oraz uszczegółowić przyjęte założenie badawcze.

Trzon rozprawy doktorskiej stanowi rozdział nr 5, który przedstawia oryginalne wyniki uzyskane przez Panią mgr inż. Edytę Wyszowską. Jednak w tym miejscu chciałbym zwrócić uwagę na jeden z największych mankamentów w całości ocenianej pracy tj. **braku opisu wkładu rzeczywistego Autorki w powstanie artykułów wkomponowanych w jej rozprawę doktorską.** Każda z publikacji jest wieloautorska i składa się z minimum 10 współautorów (artykuł A – 11 autorów; artykuł B – 13 autorów; artykuł C – 11 autorów; artykuł D – 11 autorów; artykuł E – 10 autorów). Co prawda Autorka rozprawy jest autorem wiodącym w artykułach A, B i C, ponieważ jest w nich wskazana jako pierwsza na liście autorów oraz jako autor korespondencyjny. Nie zmienia to faktu, iż ciężko ocenić jej rzeczywisty udział w pracach badawczych prowadzących do powstania tych publikacji. Ponadto w wielu miejscach w rozprawie (w tym także w konkluzjach w rozdziale nr 6) pojawiają się stwierdzenia użyte w formie mnogiej (np. str. 59 „*Na podstawie modelu MSDA zaobserwowaliśmy szybki wzrost liczby defektów (...)*”; str. 60 „*Podsumowując, zastosowaliśmy szereg technik i symulacji (...)*”; str. 169 „*(...), we observed the smallest increase in hardness with fluence for (...)*”). W związku z powyższym w dalszej części recenzji dotyczącej uwag szczegółowych i pytań będę prosił o wyjaśnienie tej kwestii. Wracając do analizy rozdziału nr 5 stwierdzam, że przybrał on formę zbioru publikacji i został dodatkowo uzupełniony o krótkie jedno- lub dwustronicowe opisy każdego z artykułów wchodzącego w jego skład. Opisy te zostały zamieszczone przed zbiorem publikacji w podrozdziałach od 5.1 do 5.5. Ponadto Autorka rozprawy dołączyła podrozdział nr 5.6 stanowiący podsumowanie wcześniejszych podrozdziałów, który nie wniósł dodatkowej wartości merytorycznej do treści pracy i w mojej ocenie jest zbędny.

W artykule A Pani mgr inż. Edyta Wyszowska przedstawiła wyniki badań nad defektowaniem monokrystalicznego Ni i jego stopów fcc Ni_xFe_{1-x} (gdzie x to 0,38 lub 0,62) powodowany strumieniem jonów ^{58}Ni o energii 1,5 MeV oraz fluencji 4×10^{13} , 2×10^{14} , 5×10^{14} i 4×10^{15} jonów/cm². Proces ten był prowadzony w temp. pokojowej. Na podstawie wyników eksperymentalnych i symulacji wykazała ona, że zawartość Fe w monokrystalicznych stopach fcc niklowo-żelazowych miała wpływ na ich tolerancję na promieniowanie. Autorka rozprawy zaobserwowała, że stop o składzie $Ni_{0,38}Fe_{0,62}$ wykazywał wyższą odporność na promieniowanie w porównaniu do czystego Ni i $Ni_{0,62}Fe_{0,38}$. Zjawisko to powiązała z fizyczną naturą jądra atomowego żelaza, które znajdując się w stanie wzbudzonego podczas napromieniowania posiada tylko jeden orbital z niesparowanymi elektronami, podczas gdy nikiel ma trzy takie orbitale. Z tego powodu materiały zawierające sam nikiel bądź dużą zawartość niklu były bardziej aktywne oraz posiadały możliwość większej migracji elektronów, a tym samym były bardziej wrażliwe na powstawanie defektów.

Artykuł B przedstawia wyniki eksperymentalne i numeryczne defektowania pięciu materiałów monokrystalicznych o różnej koncentracji żelaza tj. czystego Ni oraz $Ni_{0,88}Fe_{0,12}$, $Ni_{0,77}Fe_{0,23}$, $Ni_{0,62}Fe_{0,38}$, $Ni_{0,38}Fe_{0,62}$ strumieniem jonów ^{58}Ni o energii 1,5 MeV w zakresie fluencji jonów od 4×10^{13} do 4×10^{15} jonów/cm² w temp. pokojowej. W pracy tej zauważono, że zawartość żelaza ma wpływ na transport energii podczas procesu defektowania jonami niklu. Zaobserwowano też, że w stopach Ni_xFe_{1-x} dla niskich fluencji liczba defektów

rozciągniętych była niższa niż dla metalicznego niklu, natomiast wzrost liczby jonów użytych do bombardowania próbek spowodował ogólny spadek koncentracji defektów, co wiązało się z przekształcaniem małych pętli dyslokacji w większe pętłe lub skupiska defektów. Ponadto Autorka rozprawy wykazała, że odporność na napromieniowanie wiązką jonów niklu monokrystalicznych stopów fcc $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$ oraz ich twardość może zależeć od stosunku uporządkowanej $L1_2$ i nieuporządkowanej fazy w próbkach.

Artykuł C wchodzący w skład zbioru publikacji przedstawia wyniki badań nad defektowaniem monokrystalicznego, metalicznego niklu oraz jego stopów o składach chemicznych $\text{Ni}_{0,88}\text{Fe}_{0,12}$ i $\text{Ni}_{0,77}\text{Fe}_{0,23}$ strumieniem jonów $^{58}\text{Ni}^+$ o energii 1,5 MeV oraz fluencji 4×10^{13} , 2×10^{14} i 2×10^{15} jonów/cm². Dzięki zastosowaniu zaawansowanych obliczeń dynamiki molekularnej w pracy tej zaobserwowano, że we wszystkich badanych próbkach przy defektowaniu o najniższych z wyżej wymienionych fluencji tworzone były głównie defekty punktowe – atomy międzywęzłowe, wakansy oraz nanowytrącenia w formie tzw. fazy A15. Ostatnia z wymienionych form ma bardzo duży wpływ na tworzenie się i dalszą ewolucję defektów, a także na mechanizm utwardzania radiacyjnego. Warto w tym miejscu odnotować, że tworzenie się fazy A15 nie jest nowym odkryciem, ponieważ było wcześniej raportowane dla materiałów fcc, lecz tylko dla metali takich jak np. Al, Cu, czy Ni. Dlatego trzeba przyznać, że zaobserwowanie tej fazy w stopach niklowo-żelazowych jest nowym zjawiskiem. Z kolei zastosowanie najwyższej z wymienionych fluencji (2×10^{15} jonów/cm²) prowadziło do ewolucji ww. defektów punktowych w pętłe z uskokami (pętli Franka), błędy ułożenia (SFT; ang. *stacking fault tetrahedron*), pętłe idealne i dyslokacje krawędziowe. Warto jednak nadmienić, że w przypadku stopu $\text{Ni}_{0,77}\text{Fe}_{0,23}$ zawartość fazy A15 była znacznie mniejsza niż dla Ni i stopu $\text{Ni}_{0,88}\text{Fe}_{0,12}$. Autorka pracy tłumaczy ten efekt możliwością rozpraszania się ciepła i wzmożoną anihilacją defektów ze względu na silniejsze sprzężenie elektron-fonon w przypadku większej zawartości żelaza w stopie. Dzięki temu zaobserwowała ona mniej defektów i ich mniejsze, rozproszone skupiska w stopie $\text{Ni}_{0,77}\text{Fe}_{0,23}$ (głównie bliżej powierzchni próbki). Ważną obserwacją w artykule C jest również to, że tzw. błędy ułożenia (STF) znajdowały się na granicach pętli dyslokacyjnych, co potwierdza słuszność ewolucji defektów punktowych w bardziej złożone defekty rozciągle.

Autorka ocenianej rozprawy doktorskiej w artykule D przedstawia możliwości jakie daje nowa wersja oprogramowania McChasy2, która umożliwia przeprowadzenie symulacji widm zbieranych przy użyciu spektrometrii z rozpraszaniem wstecznym Rutherforda w trybie kanałowania dla dużych struktur zbudowanych nawet do 10^8 atomów. W pracy tej wprowadzono rozkłady defektów w rzeczywiste widma eksperymentalne przy użyciu programu ATOMSK oraz dynamiki molekularnej (MD)-LAMMPS dla metalicznego niklu, a następnie zaimplementowano kod McChasy2. Otrzymane rozkłady defektów po skorzystaniu z testowanego oprogramowania okazały się z zgodne z przewidywaniami komercyjnego kodu SRIM, który umożliwia określenie głębokiego rozkładu defektów w próbce. Dlatego też zaproponowana metoda analizy z użyciem kodu McChasy2 może okazać się przydatnym narzędziem do analizy defektowania materiałów.

Ostatnią pracą wchodzącą w skład zbioru publikacji Autorki rozprawy jest artykuł E, w którym badano defektowanie monokryształu Ni strumieniem jonów Ar^+ o energii 380 keV oraz zakresie fluencji od 1×10^{14} do 1×10^{16} jonów/cm². Implantację prowadzono w temperaturze ok. 800 K (ok. 520 °C), aby zasymulować temperaturę pary uzyskiwaną podczas pracy reaktora chłodzonego gazem o wysokiej temperaturze (HTGR). Otrzymane wyniki eksperymentalne i przeprowadzone symulacje numeryczne wykazały, że większość defektów punktowych i/lub ich skupisk powstających podczas implantacji jonowej ulega wyżarzeniu ze względu na temperaturę procesu. Ponadto zaobserwowano formowanie się pęcherzyków gazu w badanej próbce. Ich wielkość oraz rozkład związany jest bezpośrednio z fluencją jonów Ar^+ . Im większa fluencja tym więcej pęcherzyków powstaje w próbce, co również ma wpływ na efekt utwardzania. Obrazowanie TEM dodatkowo pomogło ustalić, że dla niskich fluencji w badanej próbce tworzą się głównie pętłe międzywęzłowe oraz małe błędy ułożenia (STF) o rozmiarach od 2 do 5 nm. Dla fluencji 7×10^{15} jonów/cm² powstają pęcherzyki gazu oraz następuje wzrost defektów STF. Natomiast dla wysokiej fluencji (1×10^{16} jonów/cm²) Pani mgr inż. Edyta Wyszowska zaobserwowała wzrost liczby STF wzdłuż różnych kierunków krystalograficznych oraz splątanie dyslokacji i aglomeracji pęcherzyków gazu jako dodatkowy uskok widoczny na widmie spektrometrii rozpraszania wstecznego Rutherforda w trybie kanałowania.

Ostatni rozdziałem, o którym chcę wspomnieć jest rozdział nr 6. W nim to zawarte zostało syntetyczne podsumowanie całości rozprawy doktorskiej. Pani mgr inż. Edyta Wyszowska postanowiła podzielić tę część na trzy krótsze podrozdziały. W pierwszym z nich (6.1) dokonała podsumowania wyników uzyskanych oraz

omówionych w rozprawie. Drugi podrozdział (6.2) przedstawia weryfikację wcześniej postawionych hipotez badawczych i ich odniesienie do otrzymanych wyników. Z kolei ostatni z podrozdziałów (6.3) prezentuje dalsze plany pracy badawczej Autorki rozprawy. W tym miejscu chciałbym docenić to, iż jest ona świadoma tego, że otrzymane przez nią wyniki mogłoby być dodatkowo uzupełnione o badania z użyciem technik pomiarowych (głównie strukturalnych) innych niż te wykorzystane w artykułach A–E. Ponadto Autorka rozprawy dostrzega także możliwość zastosowania różnych metod wytwarzania stopów $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$ takich jak druk 3D, odlewanie lub spiekanie plazmowe w celu ustalenia optymalnych parametrów ich formowania. Świadczy to o posiadaniu dużego doświadczenia w planowaniu i prowadzeniu badań naukowych. Ostatecznie stwierdzam, że przedstawione w rozdziale nr 6 wnioski pozwalają ustalić, że cel pracy został osiągnięty, a hipotezy badawcze zostały poprawnie zweryfikowane.

2.4. Ocena osiągnięć Autorki rozprawy doktorskiej

Oprócz dokonania ewaluacji rozprawy doktorskiej warto również ocenić dorobek naukowy Pani mgr inż. Edyty Wyszkwowskiej. W tym celu należy zwrócić uwagę na informacje przedstawione na stronie 5 oraz w nienumerowanym rozdziale o tytule *Scientific achievements*, który ma formę załącznika do pracy doktorskiej. Można tam znaleźć odwołania do tego, że wyniki uzyskane i przedstawione w rozprawie były finansowane z projektów grantowych uzyskanych przez Autorkę rozprawy z Narodowego Centrum Nauki (NCN) w konkursie Preludium 21 oraz z Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego (MNiSW) w ramach projektu „Młody Naukowiec”. Pani mgr inż. Edyta Wyszkwowska jest także współautorką 30 publikacji naukowych (5 z nich wchodzi w skład jej rozprawy doktorskiej). Były one cytowane około 299 razy (w tym 25 cytowań prac tworzących trzon rozprawy doktorskiej), co wskazuje, że uzyskane wyniki cieszą się uznaniem w środowisku naukowym. Autorka ocenianej pracy doktorskiej była uczestniczką 11 międzynarodowych konferencji naukowych organizowanych w kraju i zagranicą. Na 6 z nich prezentowała wyniki dotyczące jej rozprawy doktorskiej. Warto również podkreślić, że jej referat ustny pt. „*Unveiling mechanism of hardening in fcc-type $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$ single crystals developed due to irradiation and high temperature*” został wyróżniony na prestiżowej konferencji materiałowej E-MRS 2023 (18–21.09.2023). Wszystkie ww. informacje świadczą o dużej dojrzałości Autorki rozprawy i pokazują, że wnosi ona wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa.

2.5. Uwagi szczegółowe i pytania

Poza wcześniej wymienionymi drobnymi uwagami i niedociągnięciami, podczas analizy przedłożonej mi do oceny rozprawy doktorskiej natknąłem się na kilka nieścisłości, które wymagają wyjaśnień ze strony Autorki rozprawy. Poniżej przedstawiam je i mam nadzieję otrzymać na nie odpowiedzi.

- 1) We wcześniejszej części recenzji zwróciłem uwagę na to, że ciężko ocenić rzeczywisty wkład Pani mgr inż. Edyty Wyszkwowskiej w pracach badawczych prowadzących do powstania cyklu publikacji wskazanych jako jej osiągnięcia naukowe. Dlatego prosiłbym o uzupełnienie tego braku poprzez udzielenie krótkiej informacji o tym, nad którymi zagadnieniami przedstawionymi w poszczególnych publikacjach pracowała Autorka rozprawy. Z punktu oceny jej dorobku i wiedzy, ważne wydaje się być m.in. to: (i) czy brała udział w procesie wytwarzania metodą Bridgmena a następnie obróbki badanych materiałów fcc $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$?; (ii) czy prowadziła osobiście proces implantacji jonowej?; (iii) czy brała osobiście udział w procesie zbierania danych metodami eksperymentalnymi – RBS/C, SEM/FIB, TEM, nanoindentacja?; (iv) czy brała udział w pisaniu kodów źródłowych oprogramowania bądź ich modyfikacji (np. McChasy 1 lub 2) używanych w procesach symulacji?
- 2) Prosiłbym o odniesienie się do następującej kwestii. Tytuł rozprawy sugeruje, że wszystkie badania były prowadzone dla monokrystalicznych stopów fcc $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$, natomiast wyniki badań opisane w artykułach D oraz E w zasadzie dotyczą tylko metalicznego Ni, który nie jest stopem. Ponadto postulowane hipotezy badawcze również dotyczą stopów niklu z żelazem. Dlatego zasadne staje się zadanie pytania – czy tytuł i druga z postawionych hipotez badawczych są ze sobą kompatybilne?
- 3) Prosiłbym o wyjaśnienie co Autorka rozprawy miała na myśli stosując następujące stwierdzenia: „*conventional alloys*” (str. 32 trzecia linijka od góry strony) i „*novel chemical composition*” (str. 65 dwunasta/trzynasta linijka od dołu strony)?

Mając również na uwadze to, że publikacje wchodzące w skład zbioru artykułów Autorki rozprawy, zostały opublikowane w międzynarodowych, renomowanych czasopismach naukowych, a zatem były już wcześniej oceniane przez co najmniej kilku ekspertów/recenzentów, chciałbym poruszyć tylko kilka kwestii związanych z omawianymi w rozprawie wynikami badań.

- 1) Analiza zdjęć przekrojów próbek zebrana za pomocą TEM była wielokrotnie wykorzystywana w pracy do ustalania głębokości penetracji wiązki jonów oraz oszacowania średnich rozmiarów defektów i gęstości ich występowania. W tym miejscu chciałbym zwrócić uwagę, że do obliczeń rozmiarów i gęstości defektów Autorka rozprawy wykorzystywała obrazy TEM zarejestrowane dla regionu największego uszkodzenia próbki. Jednak dla niektórych próbek (np. próbka $\text{Ni}_{0,38}\text{Fe}_{0,62}$ w artykule A) trudno jest ustalić tę strefę. Dlatego nie jestem przekonany czy takie podejście do analizy wyników jest miarodajne i zasadne. Czy Autorka rozprawy mogłaby odnieść się do tej kwestii?
- 2) Zauważyłem, że dopasowanie krzywych do punktów eksperymentalnych na wykresach nr 22 i 31 poprzez wykorzystanie modelu Multi-Step Damage Accumulation (MSDA) do badań kinetyki uszkodzeń jest podobne dla stopów fcc $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$ gdzie $x \leq 0,23$ i trochę odbiega od przejętego trendu. Mianowicie, maksimum koncentracji defektów jest osiągane dla niskich fluencji, zaś następnie wraz ze wzrostem fluencji stopniowo maleje, a nie osiąga nasycenie. Dlatego czy możliwe byłoby lepsze odwzorowanie ww. zależność?
- 3) W rozdziale oznaczonym B.4.4 zastosowano hybrydową metodę symulacji Monte Carlo i dynamiki molekularnej, aby uchwycić obecność faz L1_2 and L1_0 w stopach fcc $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$. Wykonane obliczenia wykazały nieznaczną obecność fazy L1_0 (1–3% atomów), zaś resztę stanowiła głównie uporządkowana bądź nieuporządkowana faza $\text{FeNi}_3 \text{ L1}_2$. Jedne co może dziwić to fakt, iż nie uchwycono obecności fazy $\text{Fe}_3\text{Ni L1}_2$ dla próbki o składzie chemicznym $\text{Ni}_{0,38}\text{Fe}_{0,62}$. Czy Autorka pracy może skomentować, dlaczego tak się stało?

3. Wniosek końcowy

Po dokonaniu wnikliwej oceny przedłożonej mi rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Edyty Wyszkwoskiej dochodzę do wniosku, że wnosi ona istotny wkład naukowy w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa. Autorka pracy wykazała się znaczną wiedzą teoretyczną, przedstawiając cel pracy na tle dotychczasowych osiągnięć w literaturze przedmiotu oraz metodykę przyjętą podczas realizacji badań naukowych. Ponadto wykonała szereg badań eksperymentalnych i numerycznych, które umożliwiły przeprowadzenie ilościowej oraz jakościowej analizy powstawania defektów w monokrystalicznym, metalicznym niklu oraz jego stopach fcc $\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$, tym samym prezentując swój dojrzały warsztat praktyczny. Bez wątpienia stanowi to oryginalne rozwiązanie problemu badawczego ważnego z punktu widzenia analizy i oceny materiałów konstrukcyjnych, które można wykorzystać do budowy rdzeni reaktorów jądrowych IV generacji.

Podsumowując stwierdzam, że recenzowana rozprawa spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki określonej w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (z późn. zm.) i wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.


(podpis recenzenta)

