

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr. Piotra Knapika

Prof. dr hab. Ewa Bułska
Uniwersytet Warszawski
Wydział Chemii
Pasteura 1, 02-093 Warszawa
ebulska@chem.uw.edu.pl

Warszawa, 10 stycznia, 2026 r.

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr. Piotra Knapika „Opracowanie i wytworzenie certyfikowanych materiałów odniesienia proszków stali i stopów niklu na potrzeby kontroli jakości procesu produkcji z zastosowaniem technologii przyrostowych”

Praca doktorska mgr. Piotra Knapika pt. „Opracowanie i wytworzenie certyfikowanych materiałów odniesienia proszków stali i stopów niklu na potrzeby kontroli jakości procesu produkcji z zastosowaniem technologii przyrostowych” została wykonana w ramach programu Doktorat Wdrożeniowy w jednostce naukowej Sieć Badawcza Łukasiewicz – Górnośląski Instytut Technologiczny. Promotorem pracy jest prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka, a opiekunem z ramienia GIT jest dr inż. Michał Kubecki.

Zadanie, realizacji którego podjął się Doktorant, jest niezmiernie wymagające z punktu widzenia zarówno warsztatu badawczego, jak i wiedzy z zakresu materiałoznawstwa oraz procesu certyfikacji dla wybranych właściwości chemicznych kandydata na certyfikowany materiał odniesienia (CRM). Uważam, że podjęta tematyka badawcza jest bardzo ambitna, a na szczególne podkreślenie zasługuje to, że podjęta została na jednoznacznie zdefiniowane potrzeby przemysłu, co spełnia wymagania stawiane doktoratom wdrożeniowym. Doceniam przyjęty przez Doktoranta cel pracy, w tym w szczególności w odniesieniu do wytworzenia i certyfikacji materiałów odniesienia o najwyższej jakości metrologicznej. Zaprojektowane i wytworzone materiały spełniają w pełni wymagania stawiane wzorcom o statusie CRM. Dodatkowo, wytworzone CRM'y zostały zaprojektowane tak, aby wspomagały technologie przyrostowe, wykorzystywane w druku 3D. Pragnę również podkreślić, że realizacja zamierzonych celów wymagała od Doktoranta umiejętności dobrego planowania i wycucia eksperymentalnego oraz umiejętności krytycznej oceny otrzymanych wyników.

Rozprawa doktorska liczy 162 strony, a układ pracy jest tradycyjny i obejmuje część teoretyczną i doświadczalną. Na końcu pracy zamieszczone zostało podsumowanie i wnioski, a rozprawę kończy tradycyjnie dołączany spis źródeł literaturowych. Rozprawa przygotowana jest bardzo starannie, a tekst jest wzbogacony czytelnymi rysunkami i wykresami. Wiele informacji zawartych jest w licznych tabelach, również przygotowanych czytelnie.

Część, nazwana przez Doktoranta jako „Część teoretyczna”, według mnie ma charakter przeglądu wiedzy na temat rozwoju i aktualnie dostępnych technologii przyrostowych, jak również zagadnień związanych z zapewnieniem jakości wyników analitycznych, w tym stosowania i dostępności certyfikowanych materiałów odniesienia. Osobiście preferuję w takim przypadku termin „Część literaturowa”, gdyż przedstawiane w tym rozdziale informacje nie są rozważaniami teoretycznymi, lecz przeglądem i krytycznym omówieniem dostępnej wiedzy.

Autor przywołuje 128 odnośników literaturowych, z których większość poświęcona jest zagadnieniom dotyczącym procesów druku 3D, z omówieniem stosowanych materiałów oraz technologii wytwarzania obiektów 3D. Wśród 128 pozycji, 88 cytowanych prac dotyczy opisu procesu technologii przyrostowych, stosowanym materiałom oraz mechanizmom wytwarzania obiektów. Zdecydowanie przewija się w tym przypadku zainteresowanie Doktoranta nowoczesnymi technologiami przemysłowymi w obszarze druku 3D. Z ciekawością i przyjemnością zapoznałam się z opisem rozwoju różnych technologii, ich możliwości i ograniczenia, z pełnym przekonaniem potwierdzam dobrą znajomość Autora rozprawy, tego obszaru technologicznego. Domyślam się, że zamierzeniem Autora było wprowadzenie czytelnika do tematyki nowoczesnych technologii przyrostowych, tak aby wskazać konieczność stosowania certyfikowanych materiałów odniesienia, o porównywalnych cechach fizyko-chemicznych do rodzaju danego materiału, stosowanego do wytwarzania obiektów 3D. Doceniając tą część opisu i dyskusji publikacji poświęconych wybranym technologiom, zabrakło moim zdaniem bardziej szczegółowego omówienia publikacji opisujących stosowane procedury projektowania i wytwarzania nowych materiałów odniesienia, w tym protokoły certyfikacji z wykorzystaniem np. metod definitywnych czy porównań międzylaboratoryjnych. W tej części rozprawy brakuje według mnie szerszego przeglądu najczęściej wykorzystywanych technik analitycznych, ze wskazaniem ich możliwości i ograniczeń, a taki przegląd elegancko powinien korespondować z opisem wybranych i stosowanych przez Doktoranta technik analitycznych, wykorzystywanych do charakterystyki wybranych kandydatów na CRM.

Zgodnie z podaną przez Doktoranta informacją (str.38-39; rozdział 2.1), celem recenzowanej rozprawy było opracowanie i wdrożenie procesu wytwarzania oraz certyfikacji specjalistycznych wzorców chemicznych, czyli nowych materiałów odniesienia – proszków metalicznych – do wspomagania metrologicznego technologii przyrostowych. Wybrane obiekty, to stal nierdzewna typu 316L oraz stop niklu Inconel 718. W tym miejscu z przyjemnością pragnę podkreślić, iż założony cel został w pełni zrealizowany, a dowodem podsumowującym te dokonania są zamieszczone certyfikaty dla opracowanych i wytworzonych dwóch materiałów, co nadaje im wysoki status metrologiczny Certyfikowanego Materiału Odniesienia.

Doceniam wagę zrealizowanego wdrożeniowego projektu doktorskiego, według mojej oceny, efekty tej pracy mają niezmiernie istotne znaczenie dla rozwoju nowoczesnych technologii przyrostowych, w szczególności wykorzystujących proszkowe materiały metaliczne. Opis procesu certyfikacji oraz dyskusja uzyskanych wyników nie wzbudzają żadnych wątpliwości co do solidności badawczej Doktoranta. Dodatkowo pragnę podkreślić, iż Doktorant wykazał się bardzo dobrą znajomością odpowiednich dokumentów, w tym norm ISO oraz dokumentów wspomagających Polskiego Centrum Akredytacji oraz uznanych instytucji międzynarodowych, tych opisujących wysokie wymagania stawiane producentom materiałów odniesienia. Najważniejsze dokument zostały zebrane w spisie literatury – między innymi pozycje od 101 do 106 oraz od 111 do 117. Doktorant przeprowadził cały proces wytwarzania i certyfikacji dwóch, wybranych materiałów, zapewniając przy tym zarówno aspekty merytoryczne z naukowego punktu widzenia, jak i szczegółowe wskazania odnośnych dokumentów.

Uwzględniają wymagania formalne, na str. 38 (rozdział 1.8), Doktorant wymienia podstawowe obowiązki producenta materiału odniesienia, opisane w dokumencie ISO 33405:2024.

- obowiązek statystycznego wykazania jednorodności i stabilności materiału;
- walidacja technik analitycznych;
- odniesienie do wartości wzorcowych (tu nasuwa się pytanie, co oznacza termin „wartości wzorcowe” w kontekście do budżetu niepewności?);
- zarządzanie ryzykiem (uwaga: w tekście pracy nie znalazłam odniesienia to tego wymagania).

Pragnę jednocześnie zwrócić uwagę na to, iż zgodnie z wymaganiami normy ISO 33405:2024, rozdz. 6.2, przed przystąpieniem do procesu wytwarzania niezbędne jest przygotowanie szczegółowego planu produkcji dla danego CRM. Wprowadzie wymagane etapy „produkcji” są omówione w kolejnych rozdziałach rozprawy doktorskiej, nie mniej uwzględniając wymagane formalizmy, szkoda, że Doktorant nie rozpoczął prezentowania całego procesu za pomocą opisu lub schematu „planu produkcji”. W takim planie produkcji, istotnym elementem powinny być między innymi, szczegółowe wymagania odnośnie specyfikacji materiałów i ich oczekiwanych cech, wybór liczby próbek do przeprowadzenia kolejnych badań, np. jednorodności, jak również charakterystyka wybranych technik analitycznych i procedur pomiarowych. Poszczególne informacje są podawane w kolejnych rozdziałach, natomiast z pewnością pomocne byłoby zbiorcze zestawienie oczekiwanych cech tych materiałów oraz wybranych sposobów postępowania na kolejnych etapach, na przykład w rozdziale 2.3. *Plan postępowania badawczego*.

Ważnym etapem „wytwarzania materiału odniesienia” jest wybór materiału, w związku z tym bardzo doceniam opis badań przedstawiony w rozdziale 3. *Selekcja i wstępna charakterystyka wyjściowych partii proszków metalicznych*. Autor omówił wstępne kryteria i oczekiwania odnośnie cech obiektów, które mogą być wykorzystane do wytworzenia kandydatów na materiał odniesienia. Zgodnie z tymi kryteriami, Doktorant ocenił kilka rodzajów dostępnych proszków metalicznych, przeprowadził krytyczną analizę uzyskanych wyników, a następnie uzasadnił wybór obiektów wybranych do dalszego procesowania.

W rozdziale 4. *Podział materiału proszkowego na opakowania jednostkowe*, wydawałoby się prosta operacja techniczna, to jednak wymagała wyboru odpowiedniego postępowania, tak aby zapewnić identyfikację i nadzór nad poszczególnymi opakowaniami o jednakowej masie i właściwościach fizyko-chemicznych. Wybrane postępowanie spełniło zarówno wymagania techniczne, jak i formalne.

W rozdziale 5. *Walidacja i zapewnienie jakości metod analitycznych* Doktorant omawia wymagania odnośnie stosowanych metod analitycznych, jednak nie podaje szczegółowych informacji na temat warunków eksperymentalnych stosowanych technik analitycznych. Z dwóch grup procedur analitycznych, jedna grupa to metody zwalidowane w ramach procesu akredytacyjnego, w tym przypadku jednak, przed ich wykorzystaniem „producent” powinien przeprowadzić proces weryfikacji. Dla drugiej grupy metod, nie umieszczonych w zakresie akredytacji producent jest zobowiązany do pełnej walidacji. W obu jednak przypadkach niezbędnym elementem jest podanie parametrów walidacyjnych i **porównanie ich z**

wymaganiami, tak aby potwierdzić zasadność wyboru metody analitycznej i jej parametry analityczne. Takich szczegółowych informacji o oczekiwanych parametrach analitycznych stosowanych technik analitycznych nie znalazłam w tekście rozprawy (rozdział 5. *Walidacja i zapewnienie jakości metod analitycznych*). Brak też informacji o sposobie wzorcowania aparatury pomiarowej oraz o zapewnieniu spójności pomiarowej.

W przypadku materiałów proszkowych niezmiernie ważnym zagadnieniem jest wyznaczenie „najmniejszej rekomendowanej porcji materiału” zapewniającej odpowiednią jednorodność pod względem wszystkich wartości certyfikowanych. Informacje, jakie udało mi się pozyskać z opisu są następujące:

Str. 44: każde opakowanie jednostkowe zawiera (70 ± 1) g proszku.

Str. 157, certyfikat IMZ 316L PWD: minimalna, rekomendowana porcja to 0,2 g.

Str. 162, certyfikat IMZ IN 718 PWD: minimalna, rekomendowana porcja to 0,5 g.

W rozdziale 6.2. „Aparatura badawcza” podane są informacje o sposobie przygotowania próbek do badań, w tym o masie próbek. Na str. 53 podano, że do oznaczeń Mn, Cr, Ni, Cu, Mo, V, Sn, Al oraz W odważano ok. 0,2 g próbki; do oznaczenia fosforu, ok. 1,0 g próbki; do oznaczania Si ok. 0,5 g próbki; a do oznaczania O, N oraz H odważano ok. 0,1 g. Szczególnie w przypadku oznaczeń fosforu, trudno jest wykorzystać wyniki z oznaczeń dla ok. 1,0 g porcji z wnioskiem o minimalnej rekomendowanej porcji 0,2 g lub 0,5 g.

Przy okazji nasuwa się również pytanie, na jakiej podstawie przyjęto rekomendowane wartości dla dwóch materiałów; odpowiednio 0,2 g oraz 0,5 g.

W kolejnym rozdziale 6.3 omówione zostały wyniki badań jednorodności chemicznej wewnątrz i między poszczególnymi opakowaniami, dla wybranych losowo, 13 porcji jednostkowych. W tym miejscu mam pytanie odnośnie praktycznej realizacji sposobu trójwarstwowego pobierania próbek testowych do oceny jednorodności wewnątrz danego opakowania (rys, 10, str. 51).

Dla obu badanych materiałów, kandydatów na CRM, Doktorant zgromadził znaczną liczbę wyników, dla wielu pierwiastków, zarówno dla porcji pobranych z jednego opakowania, jak i dla wielu opakowań jednostkowych. Wyniki tych badań stanowią istotną część pracy, to 30 stron, na których zamieszone są wykresy oraz omówienie wyników. W pierwszej kolejności odniosę się do wykresów, prezentujących czytelnie uzyskane wartości. Dla formalności, zwracam jedynie uwagę, że Autor nie opisał jednoznacznie znaczenia rozrzutu dla prostokątów wypełnionych kolorem i rozrzutu wyników zaznaczonych w formie „wąsów”, tym bardzo to istotne w przypadku, gdy oba przedziały nie są względem siebie symetryczne. To co z pewnością jest dla Doktoranta oczywiste, nie musi być jednoznaczne dla czytelnika.

Podsumowanie wszystkich badań poświęconych ocenie jednorodności dwóch kandydatów CRM przedstawiono na stronie 84. Merytoryczne wnioski, wskazujące na akceptowalną jednorodność chemiczną względem istotnych cech tych materiałów, są poprawne i nie wzbudzają żadnych wątpliwości. Moją wątpliwość wzbudziły jedynie określenia dotyczące jednorodności, tak jak przy stwierdzeniu „bardzo dobra jednorodność” podane zostało

kryterium „wartości CV nie przekroczyły 2 %”, to kolejne stwierdzenia „umiarkowana zmienność”, czy „podwyższona niejednorodność” są ogólnikowe. Proponuję unikać takich niezdefiniowanych liczbowo stwierdzeń w kontekście metrologicznym.

Jak wspomniałam wcześniej, rozprawa doktorska została przygotowana starannie, nie mniej Autor nie uniknął wielu niezręczności językowych. Zwracam na to uwagę głównie po to, aby uczulić Autora na znaczenie używania poprawnych form językowych i gramatycznych. Nie wymieniam tutaj wszystkich zauważonych uchybień, a jedynie wybrane przykłady.

- na str. 93: „stosując udokumentowane i wzorcowane procedury pomiarowe..” Pytanie, co oznacza określenie „wzorcowane procedury pomiarowe” ?
- str. 103: Autor stosuje poprawne określenie „porównania międzylaboratoryjne”, natomiast w podsumowaniu wyników, na str. 103 pojawia się termin „.. badania międzylaboratoryjne”.
- na str. 128 opisany jest proces wyznaczania budżetu niepewności. Autor przyjął termin „całkowita niepewność standardowa”, zamiast określenia „złożona niepewność standardowa (combined standard uncertainty)”
- rozdział 12. *Podsumowanie*, rozpoczyna się na stronie 134, natomiast w spisie treści jest podana str. 135. Taka sama sytuacja występuje dla rozdziału 13. *Wnioski*.

Podsumowując, wysoko oceniam przygotowaną przez Doktoranta rozprawę doktorską. Wiodącym aspektem badań było opracowanie procedury wytwarzania proszkowych, metalicznych materiałów odniesienia, a następnie wdrożenie tej procedury w praktyce do wytworzenia dwóch kandydatów na CRM, w właściwościach które mogą być wykorzystane do wspomagania technologii przyrostowych. Tematyka i uzyskane rezultaty jednoznacznie spełniają wymagania doktoratów wdrożeniowych. Na podstawie przedstawionych wyników badań i dyskusji uzyskanych wyników uważam, że Doktorant zrealizował w pełni założone cele badawcze.

Wartościowy wkład ocenianej rozprawy doktorskiej spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim określone w Ustawie (Ustawa z dn. 20 lipca 2018 r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z dnia 20.072018 r. (j.t. Dz.U. z 2024 r., poz. 1571) Art. 187. Tym samym wnoszę o dopuszczenie mgr. Piotra Knapika do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Prof. Ewa Bułska|

/podpis odręczny/