

ID: 0000233614
PP/2025/03/00394

Gliwice, 17.03.2025r.

2025 – 03 – 24

Wydział Mechaniczny



RECENZJA

pracy doktorskiej

Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego

pod tytułem „Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych wytwarzanych metodą
Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al_2O_3 ”

Promotor: dr hab. inż. Marek Hebda, prof. PK

opracowana na zlecenie Rady Naukowej

Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki

Politechniki Krakowskiej

Recenzja została opracowana na podstawie Uchwały nr 48/D/2024 Rady Naukowej dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Krakowskiej z dn. 20.12.2024 roku oraz pisma Dziekana Pana dra hab. inż. Janusza Mikuły Prof. PK z dnia 16.01.2025 roku.

Charakterystyka ogólna rozprawy

Recenzowana praca doktorska nt. „Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych wytwarzanych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al_2O_3 ” przedstawiona przez Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego, wykonana pod opieką promotora, Pana dra hab. inż. Marka Hebdy, prof. PK, wpisuje się niewątpliwie w nowoczesny trend związany z rozwojem technologii przyrostowych, dotyczący w szczególności druku 3D. Przedstawione założenia Autora, który twierdzi, że wytwarzane filtry ceramiczne metodą druku 3D będą posiadały precyzyjnie zaprojektowaną i powtarzalną strukturę otwartych kanałów, a przy tym wyższe własności mechaniczne w stosunku do obecnie stosowanych filtrów ceramicznych o strukturze pianek są jak najbardziej trafne. Produkowane obecnie ceramiczne filtry piankowe, stosowane w odlewnictwie do oczyszczania ciekłego metalu z wtrąceń i zanieczyszczeń, posiadają liczne wady, co przedstawiono w pracy. Ich delikatna struktura może powodować odwrotny skutek od zamierzonego. W szczególności wysoka kruchość i podatność na uszkodzenia może być powodem wprowadzenia do odlewu jeszcze większej ilości ceramicznych zanieczyszczeń niż przed filtracją.

Piankowe filtry ceramiczne, z uwagi na ich cienkie ścianki, mogą ulec pęknięciu podczas transportu, montażu lub w trakcie zalewania metalem. Do odlewu mogą przedostać się całe fragmenty filtra, co może prowadzić do powstawania dużych wad w strukturze materiału. Wiąże się to z koniecznością stosowania dodatkowej obróbki lub nawet odrzutem odlewu. Cienkościenne filtry posiadają również ograniczoną odporność na szok termiczny. Ponadto niejednorodne pory wpływają na ich lokalnie większą lub mniejszą przepustowość. Zbyt małe pory mogą spowolnić przepływ ciekłego metalu, co może prowadzić do niedolewów. Jednocześnie duże kanały nie są w stanie mechanicznie odseparować większych cząstek, a siły adhezyjne są zbyt małe, co jest szczególnie problematyczne w przypadku odlewów wysokiej jakości wymagających wyjątkowej czystości stopu. Niestety niezależnie od technologii wytwarzania filtrów ceramicznych, są one jednorazowe podobnie jak formy odlewnicze stosowane do produkcji superstopów niklu, co zwiększa zużycie materiałów eksploatacyjnych i generuje odpady produkcyjne. Zatem w produkcji małoseryjnej skomplikowanych i niedużych elementów należy rozważyć zastosowanie druku 3D do bezpośredniego wytwarzania gotowych elementów ze stopów niklu. Zaletą tej technologii jest wyeliminowanie wad odlewniczych i wtrąceń niemetalicznych, a możliwość optymalizacji struktury zapewnia wysoką wytrzymałość. Zrozumiałe jest, że przy produkcji masowej standardowych łopatek turbin lub dużych i grubościennych elementów, lepszym i tańszym rozwiązaniem będzie zastosowanie odlewania.

Wybór, przez Doktoranta, technologii Binder Jetting do wytworzenia ceramicznych filtrów jest jak najbardziej uzasadniony. Metoda wykorzystuje lepiszcze nanoszone selektywnie na kolejne warstwy proszku. Brak konieczności stosowania podpór pozwala na większą efektywność wykorzystania materiałów wsadowych. Dla porównania w metodzie SLM, która nie nadaje się do czystej ceramiki tlenkowej, konieczne jest drukowanie podpór z uwagi na duże naprężenia cieplne. Dodatkowo proszek zastosowany w tej metodzie ulega segregacji i konieczne jest domieszkowanie go świeżą partią proszku w celu kolejnego użycia. Wielokrotne stosowanie tego samego proszku powoduje, że rozkład wielkości cząstek się zawęża na korzyść tych dużych. Małe są natomiast wyłapywane przez filtry i osiadają na ściankach komory urządzenia w wyniku ich elektrostatycznego naładowania. Oczywiście technologia Binder Jetting wiąże się z koniecznością usuwania lepiszcza i spiekania, ale klasyczny sposób spiekania proszku nie wywołuje tak dużych naprężeń w materiale. Binder Jetting doskonale nadaje się do produkcji dużych i skomplikowanych części, takich jak np. formy odlewnicze. Kolejną istotną zaletą jest możliwość wykorzystania różnych materiałów, tj. metali, ceramiki oraz polimerów, co czyni ją uniwersalnym rozwiązaniem dla wielu zastosowań. Binder Jetting charakteryzuje się również wysoką wydajnością i szybkością w porównaniu do metody FDM, którą Autor zastosował do prototypowania modeli filtrów. Metoda druku FDM z zastosowaniem filamentów napełnionych proszkami ceramicznymi również pozwala na wytwarzanie materiałów ceramicznych, ale ogranicza się raczej do małych elementów. Duża ilość lepiszcza wynosząca co najmniej 40% udziału objętościowego, opartego na polimerach termoplastycznych wymaga długotrwałej degradacji cieplnej lub katalitycznej, z zastosowaniem specjalnych urządzeń.

Lepiszczce w metodzie Binder Jetting oparte głównie na wodzie jest usuwane w większości podczas suszenia wydruku, co zdecydowanie ułatwia proces wytwarzania. Ponadto w praktyce grubość warstwy w technologii FDM wynosi ok. 0,25mm, natomiast Autor pracy wykazał, że najlepsze własności wytworzone materiały osiągają kiedy grubość warstwy jest o jeden rząd niższa w technologii Binder Jetting. Warto również podkreślić, że metoda ta pozwala na precyzyjną kontrolę porowatości struktur, co sprawia, że zastosowanie jej do produkcji filtrów ceramicznych jest jak najbardziej uzasadnione.

Ogólnie przedstawiona idea jest przemyślana i bardzo dojrzała, a następnie skrupulatnie realizowana przez Doktoranta i udokumentowana w części badawczej niniejszej pracy. Niewątpliwie tematyka pracy, wpisując się w światowy trend naukowo-badawczy związany z rozwojem technologii przyrostowych, jest niezwykle atrakcyjna, nowatorska i bez wątpienia mieści się w zakresie dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa, a samą pracę uważam za pełną i dojrzałą, zawierającą część technologiczną oraz naukowo-badawczą z dużym potencjałem aplikacyjnym.

Ocena rozprawy

Praca doktorska Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego podzielona jest na 13 rozdziałów, z których również trzy ostatnie tj. literatura, spis rysunków oraz spis tabel są numerowane. Na początku pracy Autor zamieścił spis ważniejszych skrótów, symboli i oznaczeń stosowanych w pracy oraz streszczenie w języku polskim i angielskim. Objętość rozprawy wynosi 156 stron. Ponadto praca zawiera 137 rysunków oraz 38 tabel. Literatura zawiera 103 pozycje, głównie publikacje naukowe ale również inne, jak normy czy informacje na temat konkretnych urządzeń. Literatura zawiera również 4 pozycje w których Doktorant jest współautorem. Jedna publikacja jest ogólnodostępna, opublikowana przez wydawnictwo MDPI w czasopiśmie Materials. Przedstawiona literatura jest wyczerpująca, a cytowane materiały źródłowe dotyczą problematyki rozprawy i pochodzą w przeważającej większości z ostatnich lat. Całość jest opracowana bardzo dobrze pod względem edytorskim. Na uwagę zasługuje rzetelnie przeprowadzona analiza możliwości technicznych wybranych urządzeń reprezentujących opisywaną technologię druku 3D. Dokładne parametry tych urządzeń w sposób przejrzysty Autor zamieszcza w tabelach, co pozwoliło na ocenę, która technologia nadaje się do zastosowania i ostateczny wybór metody Binder Jetting. Układ pracy jest klasyczny, składający się z wprowadzenia, analizy stanu zagadnienia, uzasadnienia podjętej tematyki badawczej, tezy i celu pracy.

Teza pracy została sformułowana poprawnie i brzmi następująco: *„Zastosowanie technologii Binder Jetting oraz odpowiednio dobranych ceramicznych materiałów proszkowych umożliwi wytworzenie funkcjonalnych filtrów ceramicznych o precyzyjnie zdefiniowanej, powtarzalnej geometrii i odporności termicznej. Wytworzone filtry efektywnie oczyszczają będą stopy odlewnicze, zapewniając wysoką jakość metalurgiczną odlewów i minimalizując ryzyko powstawania wad”*.

Doktorant również jasno przedstawił cel naukowy i użyteczny pracy, które brzmią następująco:

„Celem naukowym był wybór proszku Al_2O_3 do zastosowania w technologii druku 3D metodą Binder Jetting, na podstawie analizy właściwości fizycznych, chemicznych i technologicznych proszków tlenku glinu. Dokonano analizy wpływu parametrów procesu druku 3D, takich jak wysokość warstwy oraz poziom saturacji, na jakość wytworzonych detali. Oceniono wpływ zastosowanego procesu spiekania: konwencjonalnego lub mikrofalowego, na jakość wytworzonych filtrów, w tym ich gęstość, porowatość oraz skurcz. Ponadto sporządzono mapy chropowatości powierzchni filtrów oraz przeprowadzono badania wytrzymałości na ściskanie”.

„Celem użytecznym pracy było opracowanie, wykonanie i przetestowanie ceramicznych filtrów odlanych z tlenku glinu (Al_2O_3) o kontrolowanej geometrii i mikrostrukturze, wytworzonych technologią druku 3D – metodą Binder Jetting. Wytworzone filtry ceramiczne poddano testom filtracji i oceniono skuteczność w wyłapywaniu zanieczyszczeń”.

W części poświęconej wynikom badań własnych przedstawiono obszerny plan badań na stronach 50-53 w postaci rysunków oraz szczegółowego opisu, następnie materiały i metodykę badawczą oraz wyniki badań. Omówienie wyników badań zamieszczono bezpośrednio w komentarzach pod nimi, odnosząc się również do publikacji innych autorów. Praca kończy się wnioskami. Szkoda, że Autor nie zamieścił podsumowania wyników swoich licznych badań. Układ pracy sprawia, że rozprawa doktorska jest przejrzysta, czytelna i sensowna. Omówienie wyników badań bezpośrednio po ich przedstawieniu, a nie w osobnym rozdziale, nie zmusza czytelnika do powrotu i szukania odpowiednich rysunków czy tabel zamieszczonych kilka stron wcześniej. Na szczególną uwagę zasługują przedstawione wyniki badań zwilżalności wytworzonych ceramicznych materiałów w postaci filtrów lub materiałów referencyjnych przez stop INCONEL 718. Oprócz zdjęć kropli wykonanych podczas badania Autor zamieszcza również kod QR który umożliwia czytelnikowi podgląd całego zarejestrowanego filmu przedstawiającego eksperyment. Niewątpliwie taki pomysł wyjątkowo atrakcyjnego przedstawienia wyników badań zasługuje na duże uznanie.

Uwagi merytoryczne i dyskusyjne

Ogólnie uważam, że pracę wykonano wyjątkowo starannie i pod względem edytorskim nie budzi zastrzeżeń, co świadczy o tym, że Autor dobrze opanował techniki komputerowej edycji prac naukowych. Nie zauważyłem występowania błędów literowych. Po lekturze pracy zauważono kilka nieścisłości oraz nasuwają się uwagi krytyczne. Doktorant używa potocznych pojęć jak „doskonały” lub „idealny”, co w tego typu pracy nie powinno mieć miejsca. Zamiast „matryca γ ” proponuję stosować nazwę „osnowa γ ”, a zamiast „indeks” – „wskaźnik Millera”.

Na stronie 14-tej wymieniono węgliki jakie mogą powstawać w stopach niklu tj. MC, M_6C oraz $M_{23}C_6$ i ponadto stwierdzono, że powstają one z Mo, W i Cr. Węglik MC tworzą inne dodatki stopowe takie jak Ti oraz Nb, natomiast prawdą jest, że wymienione pierwiastki tworzą węgliki M_6C oraz $M_{23}C_6$.

Autor na stronie 20-tej stwierdza: „Aby zapobiec występowaniu wtrąceń oraz niedolewów w odlewnictwie, stosuje się ceramiczne filtry odlewnicze, których celem jest zatrzymanie obcych cząstek znajdujących się w stopionym metalu oraz laminaryzacja przepływu metalu”. Na stronie poprzedniej jest natomiast informacja, że: „Zanieczyszczenia w postaci wtrąceń w gotowym odlewie zazwyczaj stanowią niemetaliczne cząstki pochodzące z materiału formy, która mogła ulec uszkodzeniu podczas zalewania ciekłym metalem”. Nasuwa się zatem pytanie jak Autor chce odfiltrować cząstki pochodzące z formy?

Na stronie 25-tej czytamy: „Dotychczas elementy ceramiczne wytwarzano za pomocą technologii konwencjonalnych, takich jak wtrysk ceramiki, prasowanie czy odlewanie taśmowe. Metody te wiążą się z szeregiem problemów, w tym ograniczeniami związanymi z kształtem detalu”. Pragnę przypomnieć, że formowanie wtryskowe proszku jest stosowane generalnie do wytwarzania małych elementów o skomplikowanych kształtach. Jednym z pierwszych takich zastosowań były zaczepy ortodontyczne zarówno metalowe jak ceramiczne, stąd ograniczenia kształtu w tej metodzie nie występują.

Dalej na tej samej stronie zastosowano podział metod przyrostowych pod względem zastosowanego materiału wsadowego na 3 grupy, gdzie ostatnią Autor określa jako „masę stałą”. Pojęcie masa jako podstawowa wielkość fizyczna określająca ilość materii wyrażona w gramach i nie powinno być stosowane w tym kontekście językowym. Na stronie 31 w tabeli 1 przedstawiono technologię FDM i LOM należące do tej grupy. Sprawą dyskusyjną jest czy technologia FDM wykorzystująca filamenty, w których główny składnik to proszek powinna należeć do tej grupy. Rozumiem jednak, że Doktorant sugerował się danymi literaturowymi.

Wcześniej w rozdziale 2.2. Wytwarzanie przyrostowe, w podrozdziale 2.2.1. Tlenek glinu jako materiał do druku 3D, opisana jest technika SPS jako jedna z najbardziej obiecujących. Istotnie metoda ta umożliwia wytwarzanie materiałów o wysokiej gęstości, ale nie reprezentuje ona technologii druku 3D.

Na stronie 28-ej zapisano: „Tradycyjne techniki formowania ceramiki, takie jak prasowanie, odlewanie czy wtryskiwanie, wymagają użycia form oraz wieloetapowego procesu obejmującego spiekanie w wysokich temperaturach, co generuje wysokie koszty i ogranicza możliwości projektowe”. Oczywiście druk 3D nie wymaga stosowania form do kształtowania gotowego elementu, ale niestety nie eliminuje procesu spiekania, który Doktorant sam stosował w swojej pracy.

Na stronie 54-tej Autor pisze na temat dobranych do badań proszków następujące zdanie: „Badane proszki charakteryzowały się właściwościami, które spełniały kryteria opisane w rozdziale 2.2.2.10 umożliwiające druk 3D w technologii Binder Jetting”. Jednakże we wspomnianym podrozdziale Autor pisze również, że w tej technologii niezwykle pożądanym jest kulisty kształt cząstek ponieważ ułatwia on

równomierne rozprowadzanie proszku i pozwala na uzyskanie wysokiej gęstości upakowania materiału. Dlaczego zatem na 6 różnych rodzajów proszków tylko jeden spełniał ten warunek?

Niezwykle ważną własnością stosowanych proszków w technologii Binder Jetting jest ich sypkość, co zostało podkreślone w kilku miejscach pracy. Dlaczego ta własność nie została zbadana np. na prostym urządzeniu jakim jest lejek Halla? Najprawdopodobniej taki test pozwoliłby odrzucić kilka gatunków proszków już na tym etapie.

Analizując wyniki badań gęstości pozornej, porowatości, skurczu oraz wytrzymałości na ściskanie spieków wytwarzanych metodą konwencjonalną i mikrofalową, Autor przedstawia bardzo interesującą zależność tj. mimo większego skurczu, gęstości i mniejszej porowatości spieków wytworzonych podczas spiekania mikrofalowego, własności mechaniczne są niższe od spieków konwencjonalnych. Na stronie 113-tej wyjaśnia to w sposób następujący: *„Niższa wytrzymałość na ściskanie próbek tlenku glinu spiekanych mikrofalowo w porównaniu do próbek spiekanych konwencjonalnie wynika przede wszystkim z różnicy w czasie trwania procesu. W spiekaniu konwencjonalnym próbki są poddawane długotrwałemu nagrzewaniu, co pozwala na pełne zajście procesów fizykochemicznych odpowiedzialnych za tworzenie zwartej mikrostruktury materiału. Podczas spiekania konwencjonalnego atomy tlenku glinu mają więcej czasu na migrację i zbliżenie się do siebie w wyniku dyfuzji powierzchniowej oraz objętościowej”*. Taka interpretacja jest jak najbardziej właściwa, ale to nie atomy zbliżają się do siebie a cząstki proszku. Autor dalej pisze: *„Powolne i równomierne nagrzewanie sprzyja stopniowemu zamykaniu porów oraz koalescencji ziaren, co prowadzi do uzyskania gęstszej i bardziej jednorodnej mikrostruktury”*. Niestety większą gęstością, skurczem i mniejszą porowatością charakteryzują się materiały spiekane mikrofalowo co przedstawiono wcześniej. Proszę o szerszy komentarz do tych wyników badań.

Autor wykazuje wpływ saturacji na gęstość spieków zarówno w komentarzu do wyników badań jak również we wniosku 4-tym. W mojej opinii różnica w gęstości spieków w zależności od stopnia saturacji wynosi ok. 2%, zatem jest ona na poziomie błędu pomiarowego gęstości i wydaje się raczej że stopień saturacji nie wpływa na gęstość spieków ale cykl spiekania już tak.

Najmniejsza grubość warstwy wynosiła 25µm natomiast parametr D_{90} proszku SA-B-10 wynosił 35µm, zatem niektóre cząstki były większe od grubości warstwy. Czy nie dochodziło do efektu bruzdowania przez duże cząstki podczas wyrównywania proszku, bądź czy nie były one zgarniane?

Czy chropowatość powierzchni bocznych wytworzonych filtrów ma istotne znaczenie i wpływ na ich funkcjonowanie?

We wniosku 10-tym Autor zwraca uwagę, że bardziej zagęszczony filtr może powodować wady w postaci niedolewów, jednak nie pisze o pękaniu filtrów mniej zagęszczonych. W mojej ocenie w pracy brakuje konkretnego wskazania jaki rodzaj filtra powinien być zastosowany oraz jaka temperatura odlewanego stopu,

co wynika jasno z wykonanych badań. Praca ma charakter wdrożeniowy zatem taki konkretny wniosek powinien się pojawić.

We wniosku 11-tym Autor pisze: „*Wyższa temperatur stopu, skutkująca niższą gęstością ciekłego metalu, poprawia jakość powierzchni odlewów*”. Zgadzam się, że wyższa temperatura generalnie obniża gęstość ciekłego stopu, ale w tym przypadku kluczowy jest raczej wzrost lejućności stopu wraz ze wzrostem temperatury.

Chciałbym wyraźnie zaznaczyć, że przedstawione uwagi krytyczne w żadnej mierze nie wpływają na obniżenie ogólnej bardzo pozytywnej oceny opiniowanej pracy doktorskiej Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego. Podkreślam, że praca cechuje się wysokim poziomem merytorycznym, a uzyskane wyniki badań własnych są oryginalne, wartościowe poznawczo i mogą mieć znaczenie aplikacyjne. W mojej opinii przedstawiona praca doktorska Pana mgr inż. Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego zasługuje na pozytywną ocenę merytoryczną i formalną.

Należy zauważyć, że podjęty temat badawczy jest aktualny, o ogromnym znaczeniu użytkowym, a Autor wykazał się dobrą orientacją w przedmiocie badań. Rozprawa świadczy o dużym stopniu samodzielności naukowej Doktoranta, który potrafi zaplanować i zrealizować badania naukowe przy wykorzystaniu dobrze dobranych metod badawczych. Praca przedstawia wysoki poziom naukowy i wdrożeniowy. Stwierdzam przy tym, że cele pracy doktorskiej zostały osiągnięte, a do ich realizacji użyto właściwych metod doświadczalnych, co zostało udokumentowane i wyrażone poprawnie sformułowanymi wnioskami.

Wniosek końcowy

Z pełnym przekonaniem stwierdzam, że opiniowana praca doktorska Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego zatytułowana „*Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych wytwarzanych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al_2O_3* ” spełnia wszelkie wymagania stawiane pracom doktorskim zgodnie z zasadami przyjętymi w Ustawie o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki (Dz. U. nr 65 z dnia 14 marca 2003 roku poz. 595 z późniejszymi zmianami) i wnioskuję do Rady Naukowej Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej o dopuszczenie Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego do publicznej obrony.

Szregorz Katar