



Dr hab. inż. Grażyna Mrówka – Nowotnik prof. PRz
Katedra Nauki o Materiałach
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
Al. Powstańców Warszawy 12
35-959 Rzeszów

Rzeszów, 14.03.2025r

ID: 0000227055

PP/2025/03/00281

2025 – 03 – 18

Wydział Mechaniczny



RECENZJA

Rozprawy doktorskiej

mgr inż. **Macieja Kwiatkowskiego**

**pt. „Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych
wytwarzanych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem
proszków Al_2O_3 ”**

1. Podstawa opracowania

Podstawą opracowania recenzji jest pismo (I-0.010.2024) Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej Pana dr hab. inż. Janusza Mikuły prof. PK; z dnia 16.01.2025r informujące, że Rada Naukowa Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej uchwala z dnia 20 grudnia 2024r. powołała mnie na recenzenta pracy doktorskiej mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego. Dokumentację wraz z rozprawą doktorską otrzymałam w dniu 20.01.2025r.

2. Ocena celowości i aktualności tematyki badawczej

W ciągu ostatnich lat, dzięki intensywnemu rozwojowi badań, przyspieszonej innowacji, cyfryzacji, automatyzacji oraz rosnącym wymaganiom materiałowym i środowiskowym, wprowadzono szereg nowatorskich technologii, które zdefiniowały nowe ramy dla produkcji i inżynierii. Do najbardziej innowacyjnych technik niewątpliwie należy zaliczyć technologie wytwarzania przyrostowego (*ang. Additive Manufacturing*), wśród których istotną rolę odgrywa metoda *Binder Jetting*. Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al_2O_3 jest zagadnieniem o wysokiej celowości i aktualności, szczególnie w kontekście odlewania precyzyjnego nadstopów niklu dla lotnictwa i energetyki. Filtry ceramiczne pełnią bowiem

kluczową rolę w procesach filtracji ciekłych metali, eliminując wtrącenia niemetaliczne i poprawiając jakość metalurgiczną odlewów. Tradycyjne metody wytwarzania filtrów, takie jak spieniona ceramika czy prasowanie izostatyczne, ograniczają możliwości kontroli struktury porowatej i geometrii filtrów, co może wpływać na ich skuteczność w procesach odlewniczych. Wprowadzenie technologii Binder Jetting umożliwia precyzyjne projektowanie i dostosowanie parametrów filtracyjnych, zwiększając efektywność filtracji oraz redukując liczbę wad odlewniczych.

W kontekście superstopów niklu, które wymagają najwyższej jakości metalurgicznej, rozwój zaawansowanych technologii filtracyjnych jest kluczowy dla spełnienia rygorystycznych norm wytrzymałościowych i odporności na ekstremalne warunki pracy. Technologia Binder Jetting jest jedną z bardziej obiecujących metod wytwarzania tego typu elementów, ale nadal wymaga badań nad optymalizacją procesu oraz parametrów spiekania (np. poprawy adhezji proszków, zmniejszenia skurczu spiekania czy lepszej kontroli porowatości). Badania nad technologią druku 3D filtrów ceramicznych tą metodą z wykorzystaniem proszków Al_2O_3 mają istotne znaczenie zarówno z perspektywy naukowej, jak i aplikacyjnej. Tematyka ta wpisuje się w aktualne trendy rozwoju nowoczesnych materiałów i technologii wytwarzania, a potencjalne innowacje w tym zakresie mogą przyczynić się do zwiększenia efektywności procesów filtracyjnych w różnych gałęziach przemysłu. Dlatego uważam, że podjęta przez Doktoranta tematyka recenzowanej pracy doktorskiej jest nie tylko aktualna, ale również niezwykle istotna dla uzupełnienia oraz dalszego rozwoju wiedzy w zakresie podejmowanych zagadnień.

3. Ogólna charakterystyka i układ rozprawy

Opiniowana rozprawa doktorska Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego pt.: *„Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych wytwarzanych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al_2O_3 ”* została zrealizowana w dziedzinie nauk inżynieriino-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa pod opieką Promotora dr hab. inż. Marka Hebdy, prof. PK. Rozprawa doktorska została przygotowana w ramach programu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego „Doktorat Wdrożeniowy” umowa nr DWD/4/25/2020 realizowanego w firmie CREATEC Sp. z o.o.

Praca została napisana w języku polskim, liczy 156 stron i składa się z 13-tu rozdziałów, w których zaprezentowano 38 tabeli i 150 rysunków. Podzielona została, według klasycznie przyjętego układu, na część literaturową oraz doświadczalną. Część pracy opartą na analizie literatury (rozdziały 1-2, str. 10-45) poprzedza spis treści, wykaz skrótów, symboli i oznaczeń oraz streszczenie pracy w języku polskim i angielskim. Doktorant następnie zamieścił uzasadnienie podjęcia tematyki badawczej, tezę oraz cele i zakres pracy (rozdziały 3-5). Część eksperymentalną pracy rozpoczął od przedstawienia planu badawczego („6.0 Plan badań”), charakterystyki stosowanych materiałów („7.0. Materiały do badań”) oraz metod badawczych („8.0. Metodyka badawcza”). W rozdziale 9 („9.0. Wyniki badań”), przedstawił wyniki badań otrzymane z przeprowadzonych eksperymentów oraz wynikające z nich wnioski („10. Wnioski”). Na końcu pracy zamieścił spis literatury, a po nim spis rysunków i tabel (rozdziały

11-13). Bibliografia zawiera 103 pozycje literaturowe zgodne z tematyką rozprawy (w tym 4 z udziałem Doktoranta). Większość przywoływanych prac powstała w okresie ostatnich kilku lat, co potwierdza aktualność podjętego przez Doktoranta tematu. Tytuł recenzowanej rozprawy Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego *„Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych wytwarzanych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al₂O₃”* w pełni odzwierciedla treści zawarte w pracy.

4. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Studium literatury, wprowadzające w zagadnienia teoretyczne związane z tematyką rozprawy doktorskiej, Pan mgr inż. Maciej Kwiatkowski zawarł w dwóch pierwszych rozdziałach pracy. W rozdziale 1 (*„1.0 Wprowadzenie”*) Autor przedstawia aktualne wyzwania stojące przed przemysłem metalurgicznym, zwłaszcza w zakresie spełnienia wymagań stawianym nadstopom przeznaczonym do pracy w ekstremalnych warunkach eksploatacyjnych, wykazującym wysokie właściwości wytrzymałościowe oraz stabilność termiczną, które odgrywają kluczową rolę m.in. w sektorze lotniczym i energetycznym. . Jako innowacyjne rozwiązanie proponuje zastosowanie technologii druku 3D metodą Binder Jetting do wytwarzania precyzyjnych filtrów ceramicznych, która pozwala na lepszą kontrolę mikrostruktury oraz efektywniejszą separację zanieczyszczeń, co przekłada się na wyższą jakość finalnych odlewów, efektywność energetyczną i redukcję wpływu procesów metalurgicznych na środowisko. Autor wskazuje, że wdrażanie innowacyjnych metod wytwarzania, takich jak addytywne techniki formowania, nie tylko zwiększa precyzję i powtarzalność produkcji, ale także może prowadzić do oszczędności materiałowych oraz redukcji emisji zanieczyszczeń.

Następnie, w rozdziale drugim (*„2. Analiza stanu zagadnienia”*), scharakteryzował proces odlewania precyzyjnego nadstopów na osnowie niklu, przedstawiając problemy i wyzwania, z którymi wciąż mierzą się producenci elementów silników lotniczych. Autor omówił trudności związane z procesami produkcyjnymi tych materiałów, wskazując zwłaszcza na konieczność eliminacji zanieczyszczeń w odlewach, które mogą negatywnie wpływać na właściwości użytkowe odlewów z nadstopów.

Następnie krótko przedstawił charakterystykę nadstopów na osnowie niklu, koncentrując się głównie na roli pierwiastków stopowych oraz ich wpływie na mikrostrukturę i skład fazowy, a w konsekwencji właściwości mechaniczne, stabilność termiczną i odporność na korozję. Niestety, ta część pracy pozostawia pewien niedosyt – zagadnienia te zostały potraktowane dość pobieżnie i ogólnie. Uważam, że Doktorant powinien je omówić bardziej szczegółowo, szczególnie w kontekście współczesnych wyzwań technologicznych i rozwoju nowych generacji nadstopów.

W dalszej części Autor opisał technologię odlewania precyzyjnego nadstopów niklu metodą traconego wosku, skupiając większą uwagę na zaawansowanych materiałach ceramicznych stosowanych do wytwarzania form odlewniczych, jak np.: krzemionka, tlenek glinu, tlenek cyrkonu oraz tlenek itru (SiO₂, Al₂O₃, ZrSiO₄ oraz Y₂O₃). Przedstawił zalety tych materiałów, wskazując także pewne ograniczenia, jak np.: mikropeknięcia przy chłodzeniu,

czy wchodzenie w reakcje z nadstopami na osnowie niklu. Zwrócił także uwagę na wymagania dotyczące precyzyjnych odlewów krytycznych komponentów silników lotniczych z nowoczesnych nadstopów na osnowie niklu i kobaltu oraz konieczność spełnienia ścisłych tolerancji wymiarowych, wysokiej jakości powierzchni, niskiej porowatości oraz minimalnego skurczu. Jak wskazał, szczególne znaczenie w zapewnieniu trwałości i niezawodności części lotniczych odgrywa minimalizacja wad odlewniczych, które sklasyfikował i scharakteryzował („2.1.3. Wady odlewnicze”), a ograniczenie których zapewnia m.in. zastosowanie ceramicznych filtrów odlewniczych. Na kolejnych stronach dysertacji skoncentrował się na przedstawieniu zalet wynikających z zastosowania filtrów ceramicznych w produkcji wysokiej jakości odlewów precyzyjnych, szczególnie w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym i energetycznym. Jak wykazał, filtracja stanowi kluczowy etap w procesie rafinacji stopów odlewniczych, który ma na celu usunięcie zarówno metalicznych, jak i niemetalicznych wtrąceń obecnych w ciekłym stopie. Przedstawił powszechnie stosowane w odlewnictwie precyzyjnym ceramiczne filtry piankowe, wskazując na ograniczenia ich zastosowania wynikające z niejednorodności porowatości, braku powtarzalności właściwości mechanicznych czy kruchości. Jako alternatywę zaproponował addytywne metody wytwarzania filtrów ceramicznych, umożliwiające wytworzenie detali z materiałów ceramicznych nawet o bardzo skomplikowanej geometrii, niemożliwej do wykonania za pomocą innych konwencjonalnych technik.

Pan mgr inż. Maciej Kwiatkowski w części pracy opartej na analizie literatury, najwięcej uwagi poświęcił technologiom wytwarzania przyrostowego („2.2. Wytwarzanie przyrostowe”). Rozdział ten rozpoczął od charakterystyki tlenku glinu (Al_2O_3), który ze względu na jego wysoką twardość, odporność na ścieranie, stabilność chemiczną i wytrzymałość w wysokich temperaturach zaliczany jest do kluczowych materiałów ceramiki tlenkowej, doskonale sprawdzającym się w wymagających warunkach w sektorach takich jak lotnictwo, motoryzacja, medycyna i przemysł kosmiczny. Omawia metody produkcji Al_2O_3 , w tym spiekanie oraz nowoczesne techniki, takie jak spiekanie iskrowo-plazmowe (SPS). Wskazuje także na ograniczenia konwencjonalnych metod przetwarzania oraz rosnące zainteresowanie technologiami druku 3D w przetwarzaniu ceramiki tlenkowej. Następnie charakteryzuje metody drukowania 3D z ceramiki, które w zależności od stanu materiału wsadowego podzielone zostały na trzy grupy: metody addytywne oparte na zawieszynie, proszku oraz masie stałej. Następnie charakteryzuje najczęściej stosowane metody druku 3D ceramiki tlenkowej: stereolitografia (ang. *Stereolithography – SLA*), cyfrowe przetwarzanie światłem (ang. *Digital light processing – DLP*) polimeryzacja dwufotonowa (ang. *Two-Photon Polymerisation – TPP*) oraz metody ogólnie określane jako robocasting - pisanie tuszem (ang. *Direct Ink Writing – DIW*), drukowanie atramentem (ang. *Ink Jet Printing – IJP*), które w obu przypadkach bazują na płynnej lub półpłynnej zawieszynie oraz selektywne spiekanie laserowe (ang. *Selective Laser Sintering – SLS*), selektywne topienie laserowe (ang. *Selective Laser Melting – SLM*) Laminowany druk 3D (ang. *Laminated Object Manufacturing – LOM*) oraz osadzanie materiału (ang. *Fused Deposition Modeling – FDM*). Dokładnie charakteryzuje każdą z metod, parametry urządzeń wykorzystywanych do druku oraz formę i parametry użytego do drukowania proszku. Na koniec charakteryzuje technologię natryskiwania spoiwa (ang. *Binder*

Jetting - BJ) stosowaną w pracy do wytworzenia filtrów ceramicznych z wykorzystaniem proszków Al_2O_3 . Doktorant wskazuje, że technologia Binder Jetting wyróżnia się na tle innych metod druku 3D przede wszystkim dużą szybkością i wysoką wydajnością, co sprawia, że jest często stosowana zarówno w produkcji masowej, jak i w szybkim prototypowaniu. Główną zaletą tej metody jest niższa energochłonność, ponieważ cząstki proszku są spajane organicznym lepiszczem co eliminuje konieczność stosowania wysokotemperaturowego lasera oraz brak potrzeby używania struktur podporowych. Na podstawie analizy literatury Doktorant wskazuje również na pewne ograniczenia technologii Binder Jetting. Jednym z nich są niższe właściwości wytrzymałościowe wytworzonych elementów w porównaniu do wytworzonych metodą SLS. W wielu przypadkach konieczna jest dodatkowa obróbka, np. spiekanie czy infiltracja, aby uzyskać odpowiednie właściwości mechaniczne, co zwiększa koszty produkcji. Kolejnym ograniczeniem jest niższa rozdzielczość w porównaniu do technologii SLA i SLS, co może stanowić problem przy drukowaniu obiektów o bardzo wysokiej szczegółowości.

Doktorant zauważa, że wciąż istnieją obszary wymagające dalszego uzupełnienia i dopracowania, co stanowi punkt wyjścia do dalszych badań. W oparciu o analizę literatury dotyczącą precyzyjnego odlewania superstopów niklu, mechanizmów powstawania wad odlewniczych oraz nowoczesnych technologii druku 3D, sformułował następującą tezę badawczą:

„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 oczyszczą będą stopy odlewnicze, zapewniając wysoką jakość metalurgiczną odlewów i minimalizując ryzyko powstawania wad.”

Doktorant sformułował również dwa szczegółowe cele pracy. *„Celem naukowym pracy 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 użytkowym pracy było opracowanie, wykonanie i przetestowanie ceramicznych filtrów odlewniczych 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.”

Doktorant w celu udowodnienia przyjętej tezy oraz realizacji założeń badawczych przyjął plan badań, który podzielił na trzy główne etapy:

1. Dobór proszku Al_2O_3 ;
2. Dobór parametrów procesu drukowania 3D;
3. Wydruk filtrów ceramicznych.

W etapie I przeprowadził badania mające na celu dobór odpowiedniego proszku tlenku glinu (Al_2O_3) do metody Binder Jetting spośród sześciu dostępnych wariantów. Pięć z nich dostarczył producent ALMATIS GmbH (Niemcy): A16SG, CT3000SG, CT1200SG, CT530SG, CL370, a szósty – SA-B-10 – pochodził od firmy SINOENERGY GROUP (Chiny). Wstępne testy drukowania 3D wykazały, że próby przebiegły pozytywnie tylko w przypadku jednego materiału w stanie dostawy, tj. proszku SA-B-10, który w sposób jednorodny pokrywał stół roboczy. Otrzymane przez niego próbki testowe wykonane z proszku SA-B-10 charakteryzowały się bardzo dobrym odwzorowaniem kształtu, powierzchnią o gładkiej strukturze i niskiej chropowatości. W przypadku pozostałych proszków: A16SG, CT3000SG, CT1200SG, CT530SG oraz CL370 drukowanie 3D było niemożliwe ponieważ dochodziło do zatykania sita podajnika przez cząstki proszków, co uniemożliwiało uzyskanie równej warstwy proszku na stole roboczym. Doktorant wykonał proces przesiewania proszków: A16SG, CT3000SG, CT1200SG, CT530SG oraz CL370 za pomocą wstrząsarki jednak, zadowalające rezultaty uzyskał tylko w przypadku proszku CT3000SG o frakcji wynoszącej 250–500 μm oraz poniżej 250 μm . Niemniej jednak otrzymane w procesie drukowania 3D w technologii Binder Jetting próbki testowe z tego proszku o frakcji wynoszącej 250–500 μm nie odzwierciedlały pożądanego kształtu i charakteryzowały się niską jakością powierzchni oraz dużą porowatością. Dla próbek z proszku o cząstkach mniejszych niż 250 μm , mimo że jakość powierzchni była znacznie lepsza, zaobserwował dużą porowatość. Dlatego do dalszych badań zmierzających do opracowania metody umożliwiającej wytworzenie filtrów ceramicznych w procesie druku 3D w technologii Binder Jetting, Doktorant wytypował tylko jeden proszek SA-B-10.

Pan mgr inż. Maciej Kwiatkowski skoncentrował się następnie na eksperymentalnym doborze parametrów procesu drukowania 3D. Przeprowadził 8 iteracji drukowania przy użyciu proszku SA-B-10, w których zmieniał wartość saturacji, tj. nasycenia spoiwem odpowiednio: 40%, 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, 100%, 110%. Dla wszystkich poziomów saturacji uzyskał wydruki próbek bez widocznych wad, charakteryzujące się dobrą jakością powierzchni. Ustalił ponadto, że wraz ze wzrostem poziomu saturacji lepszycza wzrasta gęstości pozorna próbek w stanie „green”. Następnie próbki wydrukowane z różnym stopniem nasycenia spoiwem spiekał konwencjonalnie w temperaturze 1700°C w czasie 1 h oraz 1740°C w czasie 10 min, po czym dla wszystkich spieków wykonał pomiary gęstości pozornej, dokonał oceny jakości i chropowatości ich powierzchni bocznej oraz górnej i wyznaczył parametry chropowatości R_a i R_z . Wykazał, że chropowatość badanych próbek zależała od poziomu nasycenia spoiwem, temperatury i czasu spiekania. Na podstawie uzyskanych wyników Doktorant potwierdził możliwość sterowania jakością wydruków poprzez dobór parametrów wytwarzania i spiekania.

Następnie podjął się zaprojektowania i wytypowania odpowiedniej struktury ceramicznych filtrów drukowanych w technologii 3D. Kluczowym aspektem było sprawdzenie przepustowości komercyjnych filtrów piankowych UDICELL Gate Filter 10 ppi oraz 20 ppi przeznaczonych do odlewania m.in. stopów niklu, produkowanych przez firmę CALSASK Chemicals. W celu zbadania przepływu filtrów przez strukturę filtracyjną przelewał 1000 ml wody i mierzył czas przepływu. Korzystając z oprogramowania Fusion 360, opracował cztery autorskie geometrie filtrów różniące się strukturą wewnętrzną. Następnie

wydrukował testowe próbki w technologii FDM i poddał je badaniom przepływu, analogicznie do filtrów piankowych UDICELL Gate Filter. Wyniki badań przepływu filtrów testowych zestawiał z wynikami otrzymanymi dla filtrów komercyjnych i na tej podstawie wytypował geometrie oznaczone 3 i 4, które wykazywały najbardziej zbliżoną przepustowość do filtrów piankowych UDICELL Gate Filter. W kolejnym etapie badań, ukierunkowanym na doborze optymalnej wysokości warstwy wydruku, przygotował 18 próbek w postaci elementów filtrujących (z proszku tlenku glinu SA-B-10 przy założonym parametrze saturacji 100%) podzielonych na trzy zestawy po 6 sztuk. Wydruki wykonał z warstwami o wysokościach 25 μm , 50 μm i 75 μm , dążąc do optymalizacji parametru Z. Doktorant zauważył, że wysokość warstwy wpływa na czas drukowania 3D, determinując liczbę przejazdów głowicy, co istotnie wpływa na ekonomikę procesu.

Tak przygotowane próbki poddał spiekaniu konwencjonalnemu i mikrofalowemu według warunków czasowo-temperaturowych, które zaprezentował na profilach (rys. 94 i 95). Otrzymane spieki z proszku SA-B-10 poddał analizie porowatości oraz gęstości pozornej, uwzględniając wpływ zastosowanej metody spiekania oraz grubości warstwy wydruku. Ustalił, że gęstość szkieletu wszystkich próbek, niezależnie od metody spiekania i wysokości warstwy druku, była porównywalna, natomiast gęstość pozorna uwzględniająca porowatość materiału była lepsza w przypadku próbek spiekanych mikrofalowo. Wykazał ponadto, że próbki drukowane z najmniejszą wysokością warstwy (25 μm) spiekane mikrofalowo charakteryzują się niższą porowatością i wyższą gęstością pozorną. Ustalił także, że niezależnie od zastosowanej metody spiekania - mikrofalowa, jak i konwencjonalna, próbki wykazywały skurcz nieprzekraczający 3,5%. Jednak w przypadku próbek spiekanych mikrofalowo średni skurcz był większy w porównaniu z elementami spiekanymi konwencjonalnie. Dodatkowo ustalił, że wzrost wysokości warstwy zwiększał różnicę skurczu między obiema metodami. Badania chropowatości pozwoliły Doktorantowi wywnioskować, że próbki spiekane mikrofalowo (MW) charakteryzują się lepszą jakością powierzchni w porównaniu do tych spiekanych konwencjonalnie, jednak charakteryzują się niższymi wartościami wytrzymałości na ściskanie w porównaniu do tych spiekanych konwencjonalnie (SK). Kolejne badania zmierzały do wyznaczenia kąta zwilżania filtrów ceramicznych. Na podstawie przeprowadzonych eksperymentów Doktorant wykazał, że ceramiczne filtry drukowane 3D oferują lepszą kontrolę nad procesem odlewniczym niż filtr komercyjny. Filtr z proszku SA B-10 wykazuje umiarkowaną zwilżalność, która poprawia się w kontakcie z ciekłym metalem, co sprzyja szybszemu przepływowi. Z kolei filtr UDICELL Gate Filter początkowo wykazuje wyższą hydrofobowość, co pomaga kontrolować początkowy przepływ metalu, ale jego zwilżalność nie ulega znaczącej poprawie. Wykazał, że filtry wytworzone technologią druku 3D, dzięki możliwości modyfikacji geometrii, są bardziej uniwersalne i pozwalają na sterowanie przepływem metalu w procesie odlewania.

Zrealizowane w szerokim zakresie przez pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego eksperymenty oraz uzyskane wyniki posłużyły jako podstawa do zaprojektowania dwóch geometrii filtrów odlewniczych oraz określenia optymalnych parametrów procesu drukowania 3D. Doktorant wykonał 10 demonstratorów filtrów ceramicznych w technologii Binder Jetting, po pięć sztuk dla każdej geometrii, które następnie umieścił w ceramicznych

formach odlewniczych umieszczonych w pojemnikach wypełnionych masą zwirową. Zastosował trzy wartości temperatury zalewania form ceramicznych 1530, 1570 i 1605°C. Następnie przeprowadził obserwacje wybitych z form wlewków na podstawie których wykazał, że obie geometrie zapewniły pełne wypełnienie struktury filtrującej, jednak różniły się degradacją i ilością nawisów po krzepnięciu stopu. Filtry o geometrii nr 3, ze względu na większe zagęszczenie struktury, wykazywały mniejszą degradację niż filtry o geometrii nr 4. Wskazuje to, że gęstsza struktura może być bardziej odporna na warunki panujące w trakcie odlewania. Przy wartościach temperatury zalewania 1530°C i 1570°C zaobserwował obecność nieoderwanych kropli zakrzepłego metalu, co świadczy o nadmiernym przechłodzeniu metalu wewnątrz filtra i jego przedwczesnym krzepnięciu. Ustalił także wpływ temperatury zalewania na jakość odlanych wlewków/wałków. Wlewki zalewane z temperatury 1530°C wykazywały porowatość, pęknięcia skurczowe i mikropory, co wskazuje na zbyt niską temperaturę zalewania i ograniczoną płynność stopu. W temperaturze 1570°C miały znacząco lepszą jakość, lepsze wypełnienie formy i większą gładkość powierzchni. Natomiast w temperaturze 1605°C charakteryzowały się najlepszym odwzorowaniem formy, ale doszło do uszkodzenia filtra, a jego fragmenty przedostały się do odlewu, zanieczyszczając stop.

Przeprowadził także obserwacje mikrostruktury odlanych wlewków. Badania pozwoliły na ocenę wpływu geometrii filtrów ceramicznych oraz temperatury zalewania na jakość mikrostruktury odlewów ze stopu INCONEL 718. Na podstawie obserwacji SEM odlewów wykazał, że większość próbek nie zawiera wtrąceń pochodzących z materiału filtra, z wyjątkiem próbek II-2 i II-5, w których zidentyfikował obecność glinu, zgodnie z wcześniejszymi obserwacjami uszkodzeń filtrów. Na podstawie analizy EDS potwierdził obecność faz wtórnych, takich jak NbC (węgliki niobu) i TiN (azotki tytanu), które wzmacniają mikrostrukturę i wpływają na właściwości mechaniczne oraz fazę γ'' (Ni_3Nb). Stwierdził także lokalne utlenienie, które może być efektem odlewania w atmosferze powietrza oraz obecność porów i mikropęknięć, które mogą negatywnie wpłynąć na trwałość materiału.

Na zakończenie sformułował 11 wniosków, które stanowią syntetyczne podsumowanie przeprowadzonych analiz, wskazując na istotne aspekty wynikające z uzyskanych rezultatów.

Na uznanie zasługuje bardzo szeroki zakres badań przeprowadzonych przez mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego, obejmujący zarówno analizy teoretyczne, jak i eksperymentalne, pozwalając na kompleksowe ujęcie badanego zagadnienia. Wyniki tych badań zostały szczegółowo przedstawione w pracy, uwzględniając kluczowe zależności, charakterystyki oraz możliwe zastosowania praktyczne. Doktorant potwierdził przyjętą tezę pracy, wykazując, że technologia Binder Jetting w połączeniu z odpowiednio dobranymi ceramicznymi materiałami proszkowymi umożliwia wytwarzanie funkcjonalnych filtrów ceramicznych. Wytworzone filtry charakteryzują się precyzyjnie zdefiniowaną i powtarzalną geometrią oraz wysoką odpornością termiczną, co czyni je odpowiednimi do zastosowań w procesach odlewniczych. Ich wykorzystanie pozwala na efektywne oczyszczanie stopów odlewniczych, co zapewnia wysoką jakość metalurgiczną uzyskiwanych odlewów oraz minimalizuje ryzyko powstawania wad odlewniczych. Przedstawione wyniki badań potwierdzają wysoki potencjał technologii Binder Jetting jako skutecznej metody wytwarzania

zaawansowanych elementów ceramicznych, istotnych dla jakości i niezawodności procesów odlewniczych.

5. Formalna strona pracy i uwagi o charakterze edytorskim

Praca została przygotowana starannie, z dbałością o zasady redakcji tekstów naukowych. Układ graficzny pracy, w tym tabele i ilustracje, jest czytelny i odpowiednio dopasowany do przedstawianych treści. Zamieszczone rysunki oraz wykresy posiadają czytelne podpisy, a ich opis umożliwia pełne zrozumienie przedstawionych wyników. Praca spełnia podstawowe wymagania stawiane rozprawom doktorskim pod względem formalnym i edytorskim. Ewentualne drobne niedociągnięcia redakcyjne nie wpływają negatywnie na ogólną wartość i odbiór pracy.

Tekst pracy w większości napisany jest poprawnym językiem technicznym, z zastosowaniem właściwej terminologii specjalistycznej. Moja uwaga do strony formalnej pracy dotyczy nadmiernej liczby rozdziałów (13), szczególnie widocznej w części, w której Doktorant przechodzi od studium literaturowego do badań własnych. Rozdziały takie jak „3.0. Uzasadnienie podjęcia tematyki badawczej”; „4.0. Teza”; „5.0. Cel i zakres pracy”; „6.0. Plan badań” są bardzo krótkie, co sprawia, że ich wyodrębnienie jako osobnych rozdziałów wydaje się nieuzasadnione. Zwykle informacje te w pracach naukowych zamieszczane są w jednym lub maksymalnie dwóch rozdziałach.

Powyższe uwagi nie umniejszają jednak wartości merytorycznej pracy.

6. Uwagi o charakterze merytorycznym oraz pytania do Autora

Przedłożona do oceny rozprawa doktorska Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego stanowi niewątpliwie oryginalne opracowanie o dużym potencjale aplikacyjnym, które znacząco wzbogaca istniejący stan wiedzy w obszarze podejmowanej tematyki. Zaprezentowane przez Doktoranta wyniki badań oraz wyciągnięte wnioski opierają się na szeroko zakrojonych eksperymentach, co świadczy o rzetelnym podejściu badawczym.

Niemniej jednak, podczas lektury pracy pojawiło się kilka kwestii wymagających doprecyzowania i głębszej analizy, które mogą mieć istotne znaczenie dla pełnego zrozumienia przedstawionych zagadnień. W związku z tym uprzejmie proszę Autora o odniesienie się do poniższych uwag oraz wyjaśnienie moich wątpliwości.

1. Dlaczego wybrano do badań nadstop na osnowie niklu Inconel 718, który jest stopem do przeróbki plastycznej. Skład chemiczny i mikrostruktura tego stopu nie są optymalizowane pod kątem dobrych właściwości lejnych, dlatego w procesie odlewania, zwłaszcza odlewania precyzyjnego w formach ceramicznych, obserwuje się w tym stopie wady, które wynikają m.in. z obniżonej lejukości i dużego zakresu temperatury krzepnięcia. Wysoka zawartość pierwiastków odpowiedzialnych za umocnienie roztworowe, ale i również za procesy wydzieleniowe (np. Nb) przy chłodzeniu sprzyjają powstawaniu niejednorodnej mikrostruktury, jak i również obniżają właściwości lejne stopu. Czy nie należało wybrać do badań innego, typowo odlewniczego nadstopu niklu?
2. W rozdziale 8 („8.0. *Metodyka badawcza*”) Autor opisuje stosowane metody, jednak opis niektórych z nich jest niepełny – brakuje szczegółowych warunków i parametrów

przewodzenia badań. Nie ma nic np. na temat procesu odlewania. Informacje te pojawiają się dopiero w kolejnych podrozdziałach rozdziału 9, zawierającego wyniki badań własnych. Taka organizacja treści wprowadza niepotrzebny chaos i utrudnia czytelnikowi orientację.

3. W rozdziale „9.0. Wyniki badań” Doktorant prowadzi dyskusję wyników własnych, jednak często wplata informacje zaczerpnięte z literatury. Podrozdział „9.1.1. Morfologia cząstek proszku” rozpoczyna się od omówienia rezultatów badań uzyskanych w innych ośrodkach naukowych, co powoduje trudności w rozróżnieniu, które wyniki i spostrzeżenia pochodzą bezpośrednio z badań Doktoranta. Ponadto Doktorant fragmenty tekstu dotyczące warunków prowadzenia eksperymentów oraz sposobu oznaczania próbek umieszcza również w rozdziale prezentującym wyniki badań. Taka struktura utrudnia Czytelnikowi jasne odróżnienie wyników własnych od cytowanych oraz prowadzi do dezorientacji. Informacje te powinny znaleźć się wcześniej, w rozdziale poświęconym metodyce badawczej, natomiast dyskusja porównawcza wyników własnych z literaturowymi powinna być prowadzona raczej w końcowej części rozprawy..
4. W pracy wyraźnie brakuje osobnego rozdziału zawierającego szczegółową analizę oraz syntetyczne podsumowanie wyników badań własnych. Doktorant przedstawia wyniki, jednak ich interpretacja oraz odniesienie do istniejącego stanu wiedzy często pozostają powierzchowne lub są całkowicie pominięte.
5. Doktorant używa zamiennie terminu Nadstopy i Superstopy. Oba terminy są poprawne, ale mają nieco inne konotacje:
Nadstopy – to termin stosowany głównie w języku polskim, odnoszący się do stopów o wyjątkowych właściwościach, zwłaszcza w wysokich temperaturach. Jest szeroko używany w literaturze naukowej i technicznej w Polsce.
Superstopy – to dosłowne tłumaczenie angielskiego „superalloys”, ale w języku polskim jest rzadziej używane i może brzmieć mniej naturalnie. W kontekście precyzyjnego odlewania komponentów silników lotniczych bardziej naturalnym i powszechnie stosowanym terminem w języku polskim będzie „nadstopy niklu”.
6. Na jakiej podstawie dobrano wartość temperatury spiekania konwencjonalnego 1700°C i 1740°C? Dlaczego dla każdej wartości temperatury zastosowano inny czas spiekania (1 h dla 1700°C i 10 min dla 1740°C)? Utrudnia to porównanie wyników, skoro zmieniają się jednocześnie dwa, a nawet trzy parametry, bo zarówno temperatura, czas wytrzymania jak i poziomu nasycenia spoiwem?
7. Na stronie 86 Doktorant napisał „Dla wszystkich spieków wyznaczono gęstość i moduł Younga.” Nigdzie w pracy nie znalazłam wyników modułu Younga dla próbek spiekanych konwencjonalnie!
8. Na rysunkach 54–85 Doktorant przedstawia reprezentatywne zdjęcia powierzchni górnej oraz bocznej próbek, wykonanych przy różnym poziomie saturacji i spiekanych w temperaturze 1700°C przez 1 godzinę oraz w temperaturze 1740°C przez 10 minut. Na zdjęciach zaznaczono niebieską linią miejsce pomiaru chropowatości parametrów Ra oraz Rz. Brak widocznej skali na zdjęciach może utrudniać ocenę rzeczywistego obszaru pomiarowego, jednak z opisu wiadomo, że obrazy wykonano przy powiększeniu 500x, co

sugeruje, że analizowany obszar jest stosunkowo niewielki. Czy pomiar chropowatości wykonano tylko dla jednego, zaznaczonego obszaru, czy dla większej liczby miejsc na próbkach? Pojedynczy pomiar nie pozwala na ocenę zmienności chropowatości w skali próbki i może nie być reprezentatywny. Czy zaznaczony obszar jest losowo wybrany, czy celowo wybrano miejsce o określonych cechach? W przypadku pomiarów chropowatości powierzchni mogą występować lokalne różnice, które wpływają na wynik. Czy wykonano wielokrotne pomiary w różnych miejscach, aby określić statystyczne parametry, takie jak średnia i odchylenie standardowe chropowatości, czy analiza opiera się wyłącznie na pojedynczych wartościach?

9. Wyniki zawarte w tabelach 22 i 24, przedstawiające średnią gęstość próbek w stanie „green” oraz po spiekaniu, warto przedstawić na wykresie. Graficzna forma umożliwiłaby lepszą czytelność oraz ułatwiłaby porównanie wartości oraz trendów.
10. Rysunki 32 i 33 przedstawiające dyfraktogramy rentgenowskie XRD. Opis osi Y – Oś Y jest opisana jako „Counts [-]”, ale warto dodać bardziej czytelną informację, np. „Intensywność (liczba zliczeń)”. Jednostki dla osi Y – Mimo że oznaczenie jest „Counts [-]”, można dodać informację, czy jest to wartość znormalizowana czy surowe dane.
11. Rys. 34-39 – czy dla opisu osi y „Objętość” lepszym określeniem nie byłoby „Udział objętościowy [%]”, ponieważ w analizie rozkładu wielkości cząstek mierzy się proporcję objętości cząstek o danym rozmiarze w stosunku do całkowitej objętości próbki.
Doktorant zamiennie używa terminów „morfologia”, „kształt” i jeszcze „struktura” w odniesieniu do proszków stosowanych do badań. Cytuję „Cząstki proszków Al_2O_3 wykazują zróżnicowaną morfologię w zależności od analizowanego gatunku. Proszki A16SG i CT3000SG charakteryzują się nieregularnym kształtem z ostrymi krawędziami, przy czym cząstki proszku CT3000SG są nieznacznie mniejsze. Proszki CT1200SG i CT530SG wykazują bardziej zaokrągloną i zwartą morfologię, z tendencją do 65 tworzenia aglomeratów. W przypadku proszku CT530SG zaobserwowano drobniejszą strukturę, co może sprzyjać procesowi zagęszczania”. Moim zdaniem, zgodnie z terminologią stosowaną w materiałoznawstwie i technologii proszków są to dwa odrębne pojęcia. Morfologia odnosi się do ogólnych cech strukturalnych i topograficznych cząstek, takich jak chropowatość powierzchni, obecność porów czy stopień aglomeracji. Natomiast kształt dotyczy wyłącznie geometrii cząstek, np. czy są one kuliste, nieregularne, płatkowe lub iglaste. Precyzyjne rozróżnienie tych terminów jest istotne dla poprawnej interpretacji wyników badań i charakterystyki proszków. W kontekście proszków stosowanych w druku 3D bardziej poprawnym terminem jest „morfologia”, ponieważ odnosi się do ogólnego kształtu, struktury powierzchniowej, wielkości i ewentualnych tendencji do aglomeracji cząstek. Natomiast „kształt” odnosi się bardziej do samej geometrii pojedynczej cząstki, bez uwzględnienia innych cech, takich jak porowatość czy sposób łączenia się w aglomeraty.
12. „Tabela 19. Ustawienia parametrów druku 3D” – jeśli cała praca jest napisana w języku polskim, to nazwy parametrów zawarte w tej tabeli również powinny być w języku polskim. Ponadto, w tabeli brakuje informacji o jednostkach, w których podane są wartości poszczególnych parametrów.

13. Z którego miejsca wlewka wycinano próbki do obserwacji mikroskopowych? Dla ilu miejsc prowadzono obserwacje mikrostruktury otrzymanych wlewków metodą SEM/EDS? Uważam, że na podstawie obszaru próbki o wymiarach ok. 70x100µm, który widzimy na rys. 141-150 trudno stwierdzić, że w całej objętości wlewków nie ma wtrąceń pochodzących z materiału filtra czy porowatości.
14. Na stronie 130 jest napisane „Stopiony metal odlewano do form stosując pięć różnych wartości temperatury odlewania (tabela 36).” Natomiast w tabeli 36 widzę trzy wartości temperatury: 1530, 1570 oraz 1605°C. Proszę odpowiedzieć na jakiej podstawie wybrano takie wartości temperatury? oraz co Pan rozumie po terminem „Temperatura odlewania”?
15. „Ocena wizualna przeprowadzona dla wszystkich odlewów nie wykazała obecności wtrąceń pochodzących z filtra, co świadczy o skuteczności procesu filtracji.” – moim zdaniem jest to stwierdzenie zbyt daleko idące i niewystarczająco udokumentowane. Autor nie wskazuje bowiem jednoznacznie, w jaki sposób lub jaką metodą badawczą oceniono obecność, lub brak ewentualnych wtrąceń. Sama ocena wizualna jest niewystarczająca, szczególnie gdy rozpatrujemy odlewy przeznaczone na wysokozaawansowane części lotnicze, dla których jakość powierzchni musi spełniać bardzo wysokie standardy. Ponadto w pracy brakuje zdjęć przedstawiających makrostrukturę przekrojów wlewków, które mogłyby potwierdzić przedstawione przez Doktoranta wnioski dotyczące czystości i jakości wykonanych odlewów. Warto byłoby uzupełnić pracę o szczegółowe wyniki badań makrostruktury, które mogłyby stanowić dodatkowe potwierdzenie sformułowanych wniosków.
16. Proszę odpowiedzieć, jak Pan uważa czy gdyby zastosowano inny stop, typowo odlewniczy to czy wniosek 10, który brzmi: „Stopień zagęszczenia geometrii filtra odlewniczego istotnie wpływa na jakość odlewu. Gęstsza struktura filtra spowalnia przepływ metalu, zwiększając ryzyko powstawania wad odlewniczych, takich jak niedolewy” mógłby być inny?
17. Brakuje mi wniosku podsumowującego uzyskane w pracy wyniki, w którym podałby Pan „przepis” na parametry całego procesu technologicznego przygotowania filtrów ceramicznych z proszku tlenku glinu Al₂O₃ oraz procesu odlewania.

Uwagi drobne:

1. Str.80. – Doktorant pisze „Reprezentatywną próbkę przedstawiono na rys. 47.”, a następnie „Rys. 47 Reprezentatywny widok wydrukowanej z proszku SA-B-10 próbki.” – chyba powinno być widok reprezentatywnej próbki wydrukowanej z proszku SA-B-10 próbki
2. Str. 86 „Zrealizowane czynności miały na celu zidentyfikowanie..” chyba lepszym określeniem byłoby wykonane eksperymenty lub zrealizowane badania
3. Str. 43. „Na początku procesu Binder Jetting na platformę roboczą nanoszona jest cienka warstwa proszku, która może być wykonana z metalu, ceramiki, piasku lub innego materiału w postaci proszku” - nieprecyzyjna konstrukcja zdania i zbędne powtórzenie „proszku”
4. Str. 45 – „...który wpływa na stabilność procesu, ...” – powinno być procesu
5. Str. 70 – „...podczas gdy SA-B-10 wykazuje najwyższą wartością mediany” – powinno być wartość

6. Str. 76 – „9.1.6. Gęstość pozorna i modułu Younga spieków” powinno być moduł
7. Str. 77 – „Do testów użyto sita o oznaczeniu „3100667 V5 – 0,012” SLOT” (charakteryzujące się ...) – powinno być charakteryzującego się
8. Str. 94 – w tabeli 25 w kolumnie 5 jest Ra – powinno być Rz
9. Str. 98 – „...w badaniach dotyczących analiza ..” – powinno być analizy
- 10.Str. 101 – „Spieki poddane badaniom gęstości oraz wyznaczono ich porowatość” powinno być poddano
- 11.Str. 126 – „...początkowy kątem zwilżania o wartości 74°..” – powinno być początkowym

Przytoczone powyżej uwagi traktuję raczej jako element służący dalszej dyskusji z Doktorantem oraz punkt wyjścia do ewentualnych uzupełnień, doprecyzowania czy pogłębienia pewnych aspektów rozprawy. W żaden sposób nie umniejszają one jednak merytorycznej wartości przedstawionej pracy, nie wpływają na jej istotę ani nie zmieniają mojej pozytywnej oceny całokształtu wysiłku naukowego oraz uzyskanych wyników. Uwagi te mają jedynie charakter pomocniczy i mają na celu wspieranie dalszego rozwoju naukowego Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego.

7. Podsumowanie i wnioski końcowe

Pan mgr inż. Maciej Kwiatkowski przeprowadził szeroko zakrojone i kompleksowe badania nad zastosowaniem technologii Binder Jetting do wytwarzania filtrów odlewniczych z proszku Al_2O_3 oraz jej wpływu na jakość odlewów precyzyjnych z nadstopów niklu. Eksperymenty obejmowały zarówno analizę właściwości proszków ceramicznych, jak i wpływ parametrów druku 3D, nasycenia spoiwem, wysokości warstw oraz metod spiekania na kluczowe cechy finalnych komponentów, takie jak gęstość, porowatość, skurcz i chropowatość powierzchni.

Zakres przeprowadzonych badań był niezwykle obszerny – Doktorant wykazał się dużą precyzją i systematycznością, analizując wpływ różnych wariantów spiekania (mikrofalowego i konwencjonalnego) na strukturę wytworzonych filtrów oraz ich zdolność do filtracji ciekłego metalu. Szczególną uwagę poświęcił optymalizacji geometrii filtrów, której kluczowe znaczenie dla jakości odlewów potwierdził poprzez badania wpływu zagęszczenia struktury filtrującej na dynamikę przepływu metalu oraz eliminację wad odlewniczych. Uzyskane wyniki mają istotne znaczenie aplikacyjne, wskazując na możliwość skutecznego zastosowania filtrów ceramicznych z Al_2O_3 w procesie odlewania precyzyjnego. Opracowane zależności pomiędzy parametrami procesu, a właściwościami końcowymi materiału dostarczają cennych informacji dla przemysłu odlewniczego i mogą przyczynić się do dalszych badań i optymalizacji technologii druku 3D ceramiki technicznej w zastosowaniach przemysłowych oraz rozwoju technologii Binder Jetting w tej dziedzinie.

Podsumowując, stwierdzam, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska Pana mgr inż. mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego pt. „*Opracowanie technologii druku 3D filtrów ceramicznych wytwarzanych metodą Binder Jetting z wykorzystaniem proszków Al_2O_3* ” stanowi oryginalne opracowanie przedstawionego w niej zagadnienia naukowego. Doktorant w swojej rozprawie podjął aktualny i istotny problem naukowo-badawczy, który

ma duże znaczenie zarówno w kontekście poznawczym, jak i aplikacyjnym. Autor pracy wykazał się niezbędną wiedzą z zakresu tematyki pracy, stosowanych metod i technik badawczych oraz zdolnością do samodzielnego i twórczego prowadzenia badań, ich analizy i logicznego wnioskowania. Uważam, że recenzowana rozprawa doktorska poszerza aktualny stan wiedzy w badanym obszarze, wnosi istotny wkład w rozwój dyscypliny inżynieria materiałowa oraz **spełnia wymagania** stawiane rozprawom doktorskim, określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. **Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce** (t.j. Dz. U. 2023 poz. 742). Wniosuję zatem do Wysokiej Rady Naukowej Wydziału Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej o przyjęcie rozprawy, przeprowadzenie dalszych etapów postępowania doktorskiego oraz dopuszczenie Pana mgr inż. Macieja Kwiatkowskiego do publicznej obrony.

