

dr hab. inż. Jakub Kupecki, prof. IEn

Baku, 2 września 2023 r.

Instytut Energetyki – Instytut Badawczy, Warszawa, Polska

ul. Mory 8, 01-330 Warszawa
jakub.kupecki@ien.com.pl

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr. inż. Bartłomieja Podsiadłego
pt. *Opracowanie i badania właściwości materiałów kompozytowych do wytwarzania*
obwodów elektroniki strukturalnej technikami przyrostowymi

Dynamiczny rozwój gospodarczy, którego jesteśmy świadkami, stawia coraz to nowsze wyzwania w zakresie funkcjonalności i charakteru urządzeń oraz maszyn, które wykorzystywane są we wszystkich sektorach przemysłu i życiu codziennym. Wyznacza to nowe trendy, umożliwiając tworzenie rozwiązań o wysokiej ergonomii, szerokim spectrum zastosowań, coraz tańszych i wytwarzanych nisko kosztowo z zastosowaniem skalowalnych technik. To, w sposób naturalny, wymusza szczególnie wysoki stopień zaawansowania technologii oraz ciągle doskonalanie metod wytwórczych. Implikuje to z jednej strony sukcesywne poszukiwanie materiałów o nowych parametrach funkcjonalnych lub nowych klas materiałów. Z drugiej zaś strony coraz częściej sięga się do procesów produkcyjnych nowego typu. W tym pierwszym obszarze, znanym również z innych dziedzin techniki, jest stosowanie materiałów o strukturach kompozytowych, co pozwala na kształtowanie ich właściwości zależnie od potrzeb i obszaru wykorzystania. W drugim obszarze, dotyczącym metod wytwórczych, coraz częstsze zastosowanie znajdują metody przyrostowe, w szczególności druk 3D. Praca doktorska Bartłomieja Podsiadłego pozycjonuje się w obu z tych obszarów, gdyż swoim zakresem obejmuje opracowanie innowacyjnych kompozytów funkcjonalnych dla elektroniki strukturalnej wytwarzanej przyrostowo. Jak Autor sam podkreśla, wykorzystanie kompozytów pozwala na wytwarzanie struktur 3D wewnątrz drukowanego obiektu, co jest znaczącą przewagą w stosunku do klasycznych techniki, które pozwalają jedynie na nadruk na powierzchni.

Doktorant podjął się przeprowadzenia badań, które mają podwójny wymiar i znacznie. Z jednej strony badania dotyczą metod wytwarzania polimerowych materiałów kompozytowych

z fazą funkcjonalną o dwóch rodzajach – w postaci proszków metali oraz struktur węglowych. Z drugiej zaś strony, scharakteryzowano właściwości funkcjonalne materiałów, które zostały wytworzone w toku badań i poddano ocenie pierwsze przykłady demonstracji zaproponowanych rozwiązań. Praca doktorska przedstawia zatem również przykłady technicznej realizacji koncepcji a weryfikacja rozwiązań prowadzona jest w warunkach znacznie bliższych docelowym zastosowaniom niż miałyby to miejsce podczas badań laboratoryjnych próbek.

Efektami wymiernymi pracy są:

1. Stworzone przewodzące filamenty kompozytowe o wysokiej zawartości proszków metali.
2. Metoda wytwarzania kompozytów węglowych.
3. Opracowanie przewodzących elastycznych kompozytów węglowych.
4. Opracowanie metody wykonywania połączeń lutowanych na podłożach kompozytowych.

Osiągnięcie tych efektów było możliwe w toku przeprowadzenia badań, które Kandydat ujął w formie ośmiu celów:

1. Dobór i badania osnów polimerowych do zastosowania w kompozytach funkcjonalnych dla elektroniki strukturalnej.
2. Dobór i badania napełniaczy funkcjonalnych do zastosowania w opracowywanych kompozytach.
3. Opracowanie sposobu wytwarzania kompozytów polimerowych o właściwościach funkcjonalnych do zastosowania w technikach przyrostowych, w tym dobór metody homogenizacji, parametrów mieszania oraz wyłaczania dla poszczególnych kompozytów.
4. Opracowanie parametrów technologicznych procesu wyłaczania kompozytów do postaci filamentów lub włókien.
5. Opracowanie parametrów druku kompozytów funkcjonalnych w technologii FDM.
6. Badania właściwości elektrycznych, mechanicznych lub innych właściwości funkcjonalnych dla poszczególnych rodzajów kompozytów.
7. Badania możliwości wykonywania połączeń lutowanych na wytwarzanych przyrostowo podłożach kompozytowych.
8. Analiza otrzymanych wyników oraz nakreślenie dalszej ścieżki rozwoju.

Zakres pracy odzwierciedla te cele, zaś przedstawione wyniki dowodzą ich realizacji. Wobec tego, należy jednoznacznie wskazać iż **dysertacja mgr. inż. Bartłomieja Podsiadłego obejmuje istotny i aktualny obszar wiedzy, o znaczeniu praktycznym, co zostało już wykazane w pracy i poparte pierwszymi przykładami zastosowań. Zakres tematyczny rozprawy doktorskiej pozycjonuje ją w dyscyplinie naukowej automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne, zaś uzyskane wyniki wprowadzają nową wiedzę w dziedzinie nauk inżynierjno-technicznych.**

Rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Podsiadłego napisana jest w języku polskim. Praca obejmuje łącznie 183 strony, przy czym tekst właściwy pracy (z pominięciem stron tytułowych, streszczenia, spisu treści, wykazu skrótów, bibliografii, jak również dorobku publikacyjnego i konferencyjnego, publikacji składających się na cykl i oświadczeń autorów) zawiera się w 50 stronach. Praca podzielona została na 5 rozdziałów. Autor dokonał analizy literatury, przywołując w pracy 126 pozycji, nie obejmujące artykułów swojego współautorstwa. Prace własne Kandydata, jak również dwa zgłoszenia patentowe, zostały jednak przywołane w pracy w formie omawiania pozycji cyklu publikacji.

Rozdział pierwszy jest wstępem, w którym w sposób zwięzły przedstawione zostały aktualne wyzwania i trendy w obszarze nowych materiałów, technik wytwórczych i metod wpierających rozwój układów elektronicznych. Rozdział przekrojowo przedstawia skalę wyzwań, definiuje motywację do podjęcia badań oraz opisuje problem badawczy. W tym miejscu Kandydat przedstawia kluczowe kierunki, których rozwój wymagany jest aby doskonalić elektronikę strukturalną: (i) rozwój procesów wytwarzania addytywnego, (ii) rozwój nowych materiałów, (iii) rozwój metod integracji elementów elektroniki strukturalnej z tradycyjną, oraz (iv) rozwój algorytmów stosowanych do przygotowania procesów wytwarzania addytywnego.

Rozdział drugi przedstawia osiem celów pracy doktorskiej, które zostały już wykazane powyżej.

Rozdział trzeci obejmuje opis preparatyki materiałów, prowadząc czytelnika przez zagadnienia doboru polimerów i ich faz funkcjonalnych, opis wyzwań w zakresie mieszania i homogenizacji materiałów na kompozyty, zagadnień dotyczących wyłaczania a następnie drukowania z zastosowaniem filamentów kompozytowych.

Rozdział czwarty prezentuje wyniki uzyskane w toku realizacji badań. W rozdziale, omówione zostały efekty badań, które były przedmiotem wcześniejszych publikacji Autora, składających się na cykl prac. Rozdział, w sposób logiczny, został podzielony na obszary tematyczne omówione poniżej.

1. Perkolacja elektryczna

W tej części przedstawione zostały wyniki dotyczące kompozytów napełnianych cząstkami miedzi i niklu, dla których wyznaczone zostały progi perkolacji. W sekcji przywołane zostały jedna publikacja recenzowana [P1] oraz jedna publikacja w materiałach konferencyjnych [K5]. Charakterystyka nowo opracowanych kompozytów polimerowo-metalicznych przedstawiona została na wykresach przewodności elektrycznej i rezystywności w funkcji zawartości objętościowej miedzi i niklu. Do głównych spostrzeżeń należy zaliczyć stwierdzenie, iż wartość progu perkolacji jest zależna od rodzaju osnowy polimerowej jak i fazy funkcjonalnej, zaś rodzaj osnowy może wpływać na graniczną zawartość miedzi w kompozycie, której przekroczenie znacząco zwiększa przewodność

elektryczną. Dodatkowo, dla kompozytu opartego na niklu, wykazano że kształt ziaren proszku wpływa na wartość progu perkolacji.

2. Przewodność elektryczna

Sekcja ta przedstawia zakresy rezystywności opracowanych materiałów kompozytowych, które były przedmiotem szeregu publikacji współautorstwa Kandydata ([P3], [P6], [P9], [P10]). Przywołane zostają (ponownie) prace [P1] oraz [K5], wraz z doprecyzowaniem metodologii pomiarów. W tej sekcji, skrótowo przedstawiona została koncepcja pomiarów, mających na celu scharakteryzowanie materiałów. Pomimo informacji o prowadzeniu 30 losowych pomiarów, co zapewnia wysoką statystyczną jakość danych, niedosyt budzi brak opisu metodologii wyznaczania własności elektrycznych kompozytów, jak również informacji na jakiej podstawie wartość 200 M Ω uznana została za próg definiujący brak przewodzenia.

Autor wskazał że wprowadzenie proszków metali jako fazy funkcjonalnej pozwala na uzyskanie niższych wartości rezystywności (w stosunku do kompozytów ze strukturami węglowymi), nazywając to *pierwszą zależnością*, którą można było zaobserwować. Zasadne byłoby zatem przedstawienie drugiej a może i kolejnych zależności, które wynikają z analizy danych zawartych na Rys. 6.

3. Charakter przewodnictwa

W tej części pracy przedstawione zostały charakterystyki prądowo-napięciowe kompozytów z napełniaczem w postaci proszku miedzi, przebiegi rezystancji kompozytu oraz zmiana rezystywności w funkcji napięcia dla wybranych materiałów kompozytowych. Ważną obserwacją jest stwierdzenie, iż kompozyty z napełniaczem metalicznym wykazują stałą rezystywność a w efekcie można jest stosować niezależnie od napięcia zasilania układu elektronicznego. Obserwowane zmiany przewodnictwa wynikają ze wzrostu temperatury ścieżek przewodzących. Z kolei dla materiałów ABS/CNT (przedmiot publikacji [P6] i [P9]), zaobserwowano nieliniowy profil rezystywności, jak również histerezę, uwidaczniającą się tym, że rezystywność kompozytu (zarówno 4,76%-wag jak i 9,09%-wag) będzie niższa przy obniżaniu napięcia, podczas gdy będzie ona wyższa podczas podwyższania napięcia.

4. Maksymalna generowana moc

W sekcji omówione zostały wyniki badań dotyczące maksymalnego obciążenia ścieżek przewodzących, co w efekcie generacji ciepła może prowadzić do znaczącego wzrostu temperatury i przegrzania osnowy kompozytu. To prowadzi do drastycznego wzrostu rezystywności o ile nie do całkowitego uszkodzenia nadrukowanej ścieżki. Ponownie przywołane są pozycje publikacyjne [P1] i [K5], które omawiają wyniki badań w tym zakresie. Wartościowym wkładem Kandydata w tym obszarze jest zdefiniowanie granicznych wartości gęstości mocy dla czterech referencyjnych kompozytów.

5. Właściwości mechaniczne

W podrozdziale 4.5 Kandydat omawia wyniki zawarte w publikacjach [P6] i [K4], dotyczące właściwości mechanicznych referencyjnej osnowy oraz kompozytu z żelazem (zawartości 30%-obj. oraz 40%-obj.). Wyniki zostały przedstawione jako średnie wartości siły zrywającej i średnie wydłużenie przy zrywaniu. Brak jednak precyzyjnej informacji o sposobie uśredniania wartości mierzonych.

Walorem poznawczym tych wyników jest po pierwsze określenie samych wartości parametrów jak również przedstawienie nieliniowej zależności obu parametrów od zawartości żelaza. Wyniki zawarte w tej sekcji rozprawy są jednak niezgodne z intuicyjnym przeczcuciem, iż kompozyt powinien wykazywać lepsze parametry mechaniczne, o czym sam we wstępie pracy pisze Kandydat. Zostało to jednak przeanalizowane i kluczowa w tym zakresie jest konkluzja Doktorant dot. potencjalnego niekorzystnego wpływu parametrów druku i niejednorodności warstwy kompozytowej na efekt wzmocnienia kompozytu. Wyniki i analizy w tym zakresie uzupełnia porównanie wytrzymałości na rozciąganie próbek o różnym obciążeniu CNT i odniesieniu do pomiarów dla referencyjnej próbki (ABS).

6. Kompozyty do zastosowań w tekstronice

W tej części przedstawione są ogólne kryteria dot. zastosowania materiałów kompozytowych na elementy przewodzące dla elektroniki wbudowanej w tkaniny. Przywołując publikację [P9], Doktorant charakteryzuje badane materiały w ramach tych kryteriów. Informacje te uzupełnione omówieniem właściwości piezorezystywnych, które, w przypadku uzyskania odpowiednich charakterystyk, pozwalają rozszerzyć obszar stosowalności badanej klasy materiałów o czujniki odkształceń.

7. Połączenia lutowane na podłożach kompozytowych

Tutaj Doktorant krytycznie ocenia jakość komponentów wytwarzanych metodami przyrostowymi, słusznie wskazując, iż wybrane zastosowania wymagają zastosowania klasycznych metod łączenia struktur – lutowania w zakresie podejmowanym w rozprawie. Poszukując adekwatnych metod tworzenia połączeń, Doktorant przedstawił wyniki badań zawartych w publikacji [P5], które dotyczyły opracowania procesu lutowania na wytworzonych metodami addytywnymi kompozytach. W omówieniu wyników, Kandydat sformułował tezę dotyczącą braku wpływu przygotowania podłoża na jakość połączeń. Oznaczałoby to, że można skutecznie lutować na dowolnej jakości podłożu. Na stronie 53 omówiony jest wpływ przygotowania podłoża na zmianę kąta zwilżania lutowia. Wyniki przedstawione w tej sekcji pracy, w opinii recenzenta, mają charakter omówienia procesu prototypowania i eksperymentalnej weryfikacji uzyskanych próbek. Omówienie wyników opiera się jednak na rzeczowej analizie, w odniesieniu do teorii zachodzących zjawisk i fizyce prowadzonego procesu. Wartość tej sekcji jest raczej nową wiedzą inżynierską niż

praktycznym zastosowaniem lub wytworzeniem nowej wiedzy naukowej. Przedstawione wnioski dotyczące powtarzalności wyników wskazują na istotny czynniki ludzki w procesie otrzymywania połączeń lutowanych.

8. Wpływ parametrów druku na właściwości elektrycznej wydruków kompozytowych

Ta część pracy omawia wyniki zawarte w publikacji [P11], w szczególności wynik badań wpływu temperatury prowadzenia procesu (mierzonej w dyszy drukującej), wysokości warstwy, średnicy dyszy oraz współczynnika ekstruzji na rezystancję. Istotną trudnością, która została szerzej omówiona jest dobór średnicy dyszy, który nie jest jednak możliwy w szerokim zakresie w ramach kształtowania właściwości utworzonych próbek. Doktorant poświęcił część badań parametrowi, który jest istotny z punktu widzenia skalowalności procesu i jego komercyjnego zastosowania – współczynniki ekstruzji. Jego modyfikowanie pozwala na przyspieszenie druku, z założeniem że zwiększeniu ilości wytłaczanego materiału może towarzyszyć zmiana prędkości druku. Wyzwania jakie można napotkać w tym zakresie zostały omówione.

9. Przykłady zastosowań

W tej sekcji Kandydat przedstawia przykłady praktycznego wykorzystania wyników własnych badań do wytworzenia metodami przyrostowymi obwodów elektrycznych z LED oraz klawiatury pojemnościowej, wszycia włókien kompozytowych w bawełnianą rękawiczkę, oraz wykonania ścieżki przewodzącej wytworzonej na tkaninie z zastosowaniem termotransferu. Wartościowym komponentem tej części rozprawy jest udokumentowanie pomiarów rezystancji podczas zginania, co również dokumentują przedstawione na Rys. 23 przebiegi zmiany parametru. Dodatkowo, Autor przedstawia przykłady związane z rozwijanymi metodami lutowania na podłożach kompozytowych (zakres publikacji [P5]), w tym układ z LED oraz wykonany przyrostowo obwód elektroniczny.

W **Rozdziale piątym** Autor podsumował wyniki badań, wskazując na sześć uzyskanych osiągnięć, w tym trzy sposoby oraz trzy kompozyty i metodę.

Podczas szczegółowej lektury pracy zidentyfikowane zostały mankamenty, które zestawiam poniżej w postaci uwag ogólnych i uwag redakcyjnych.

Uwagi krytyczne

1. Brak jest definicji elektroniki zagrzebanej (str. 15) i elektroniki strukturalnej (str. 18).
2. Brak jest omówienia kwestii trwałości danych rozwiązań, zarówno w ujęciu długotrwałych cykli zmiennych obciążeń jak i degradacji wskutek długotrwałej pracy.
3. W sekcji 4.4 jako cel badań wskazane zostało wyznaczenie maksymalnej gęstości energii. Zapewne chodziło o maksymalną moc.

Uwagi redakcyjne

W zakresie końcowej redakcji pracy, Autor nie ustrzegł się pojedynczych błędów redakcyjnych, które zostały wymienione poniżej.

1. „prototypy koncepcyjne” (str. 17) – każdy prototyp jest weryfikacją lub demonstracją koncepcji;
2. „(...) materiałów kompozytowych, które będą posiadały (...)” (str. 18). → będą;
3. „ilości urządzeń” (str. 19). → liczba urządzeń;
4. „charakteryzuje się dużą popularnością” (str. 20). → jest popularna/rozpowszechniła się;
5. „na jednej maszynie” (str. 22). → z wykorzystaniem jednej maszyny;
6. „W publikacji [P9] przeprowadzono” (str. 41) → przedstawiono to, co wcześniej przeprowadzono/zrobiono;
7. W pracy kilkakrotnie pojawia się odniesienie do zawartości danego komponentu w materiale. Wskazane byłoby zunifikowanie zapisu aby stosowany był jedynie jeden sposób prezencji, masowy lub objętościowy, w szczególności że w pracy stosowane są obie formy. Ta uwaga ma charakter polemiczny, ponieważ literatura tematu również stosuje wymiennie różne sposoby charakteryzowania kompozytów;
8. „(...) zarówno jako przewodzące włókna, jak również czujniki odkształceń” (str. 47) → jako czujniki odkształceń.
9. „tTabela” (str. 54) → Tabela

Przedstawione powyżej uwagi mają marginalne znaczenie. Recenzent z uznaniem ocenia jakość pracy w zakresie jej formatowania i redakcji tekstu, który jest napisany w sposób wręcz zachęcający do lektury. Składnia, interpunkcja i konstrukcja tekstu jest wyróżniająca.

W zakresie doprecyzowania informacji przedstawionych w rozprawie, nasuwają się następujące pytania, wymagające udzielenia odpowiedzi.

Pytanie 1. W opisie problemu badawczego Autor wskazuje, iż obecnie stosowane materiały, posiadają pewne ograniczenia, takie jak niska wytrzymałość, słaba przewodność elektryczna, niska odporność na temperaturę i na inne czynniki, które ograniczają ich zastosowanie w elektronice strukturalnej. Brak jest doprecyzowania o jaką temperaturę chodzi oraz jakiego typu wytrzymałość jest przedmiotem oceny. Czy z założenia, kryterium stosowalności danego materiału, obligatoryjne jest spełnienie wszystkich tych wymogów jednocześnie?

Pytanie 2. Proszę o doprecyzowanie według jakiego kryterium lub na jakiej podstawie wartość 200 MΩ została uznana za rezystywność kompozytu, odpowiadającą materiałowi nieprzewodzącemu.

Pytanie 3. Przedstawione przez Doktoranta graniczne wartości gęstości mocy (maksymalna dopuszczalna gęstość mocy) materiałów kompozytowych, zestawione w Tabeli 2 zależne są zapewne od większej liczby parametrów niż tylko kompozycja materiałowa. Proszę omówić inne parametry, mające wpływ na możliwość przegrzania ścieżek w efekcie wzrostu rezystywności.

Pytanie 4. W jakim stopniu proces przygotowania podłoża można znacząco uprościć, skoro z jednej strony jakość lutu Kandydat ocenia na jednakową (niezależnie od sposobu przygotowania podłoża) a z drugiej strony przedstawia wpływ przygotowania podłoża na zmianę kąta zwilżalności lutowia. Proszę o wyjaśnienie tej rozbieżności.

Podsumowanie i wniosek końcowy

Podsumowując powyższy wywód, stwierdzam, iż przedstawiona do recenzji praca magistra inżyniera Bartłomieja Podsiadłego **jest istotną pozycją naukową**. Wyniki badań dot. materiałów kompozytowych dedykowanych dla elektroniki i ich wytwarzania metodami addytywnymi, były przedmiotem publikacji w uznanych czasopismach, związanych z dyscypliną naukową Kandydata. Poza walorami naukowymi, rozprawa wraz z cyklem publikacji stanowiących jej trzon, **mają szczególnie znacznie praktyczne i istotny potencjał wdrożeniowy**. Potwierdzają to zgłoszenia patentowe, które już doprowadziły do przyznania patentu. Przedstawione cele badań zostały osiągnięte a w analizie wyników Doktorant wykazał się umiejętnością krytycznej oceny rezultatów własnych prac.

W związku z powyższym, stwierdzam, iż rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Podsiadłego pt: *Opracowanie i badania właściwości materiałów kompozytowych do wytwarzania obwodów elektroniki strukturalnej technikami przyrostowymi* **spełnia ustawowe wymagania** i wnioskuję o dopuszczenie Doktoranta do kolejnych etapów przewodu doktorskiego oraz publicznej obrony rozprawy doktorskiej.

dr hab. inż. Jakub Kupecki, prof. IEn