



Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Wydział Metali Nieżelaznych
Katedra Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa Metali Nieżelaznych
dr hab. inż. Krzysztof Żaba, prof. AGH

Kraków, 20 czerwca 2022 r.

Recenzja

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Brygidy Zimowskiej pt. „Zastosowanie metody druku 3D do
wytworzenia elementu silnika tłokowego z Inconelu 738LC”,
opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria
Materiałowa Politechniki Warszawskiej, prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej**

Typowymi metodami wytwarzania oraz przetwarzania superstopów jest odlewanie precyzyjne oraz formowanie plastyczne. Pomimo powszechnego stosowania, odlewanie metodą traconego wosku jest mało efektywne, ze względu na koszty i czasochłonność. Ograniczenia, takie jak opracowanie nowych modeli woskowych oraz narzędzi do ich wytwarzania, niska wytrzymałość form ceramicznych, jak i materiałów rdzeniowych determinują trend poszukiwania technologii zastępczych, które umożliwiłyby produkcję bardziej opłacalną i efektywną czasowo. Podobnie sprawa ma się w przypadku kształtowania plastycznego. Kosztowny proces projektowania oprzyrządowania, jak i wykonanie samych narzędzi często stanowią poważną przeszkodę dla intensywnego rozwoju przemysłu. Alternatywą dla wyżej wspomnianych metod ma szansę stać się wytwarzanie przyrostowe (AM). Tę technikę można zdefiniować jako proces warstwowego łączenia materiałów w celu utworzenia obiektów fizycznych na podstawie danych z modelu 3D. AM jest rozwijana od lat głównie w przemyśle lotniczym, ponieważ jest techniką wręcz dedykowaną dla małych serii produkcyjnych, jednocześnie charakteryzujących się szerokim asortymentem wytwarzanych produktów.

Bezpośrednie spiekanie laserowe metali (DMLS) jest przemysłowym procesem wytwarzania przyrostowego, umożliwiającym szybką produkcję w pełni funkcjonalnych prototypów metalowych, jak i części seryjnych. W metodzie tej wykorzystywane są materiały, ogólnie uznawane za równoważne lub nawet lepsze od materiałów do odlewania lub kucia. DMLS jest doskonałym procesem w przypadku, gdy geometria lub konstrukcja nie pozwala na realizację projektu innymi metodami, jak również np. w przypadku implantów medycznych. Technologią DMLS przetwarza się między innymi aluminium, tytan, stale oraz superstopy niklu.

Superstopy niklu są stosowane głównie w silnikach o wysokiej wydajności. We współcześnie stosowanych silnikach lotniczych użycie superstopów niklu to ok. 40 do 60% masy silnika. Nowoczesne, wysokowydajne silniki wymagają wysokiej temperatury i wydajności, co determinuje poszukiwanie nowych rozwiązań materiałowych, dedykowanych dla tego typu zastosowań. Tradycyjny, metalurgiczny proces może generować pewne problemy, między innymi powodowane przez wolne chłodzenie. Dlatego też istnieje pewna luka, którą współcześnie badawcze i technolodzy starają się wypełnić, korzystając między innymi z nowoczesnych technik przetwarzania metali. Drukowanie 3D to metoda, która ma szansę usunąć wąskie gardło procesu przetwarzania superstopów niklu.

Autorka recenzowanej rozprawy doktorskiej postanowiła opracować wytyczne technologiczne wytwarzania komory spalania wstępnego w spalinowym silniku tłokowym firmy Jenbacher 6 metodą przyrostową ze stopu Inconel 738LC. Przesłanką dla realizowanych badań było założenie, że dotychczas stosowany materiał Nimonic 81 i technologia wytwarzania, jaką było odlewanie, zostaną zastąpione materiałem alternatywnym – superstopem niklu typu Inconel 738LC – i nową technologią – druku 3D, metodą DMLS. Doktorantka założyła, że oczekiwanym, głównym rezultatem tych zmian będzie wydłużenie czasu eksploatacji części silnika, determinowane m. in. przez polepszenie parametrów wytrzymałościowych w temperaturze podwyższonej i żaroodporności. Autorka zaplanowała szereg procedur, mających na celu poprawę parametrów eksploatacyjnych części silnika. Były to optymalizacja parametrów drukowania metodą DMLS, zastosowanie odpowiednich obróbek postprodukcyjnych, w tym obróbki cieplnej, zagęszczania izostatycznego, czy nanoszenia warstw żaroodpornych. Doktorantka dokonała analizy wpływu wszystkich powyższych zabiegów na właściwości drukowanego materiału.

Uważam, że problematyka i temat rozprawy doktorskiej Pani Brygidy Zimowskiej niesie za sobą ogromny potencjał. Tematyka jest szalenie aktualna, wpisuje się w obecne trendy badawcze w obszarze druku 3D z metali. Na szczególną uwagę zasługuje fakt, że Doktorantka podjęła się badań nad stopem Inconel 738LC, który nie jest powszechnie analizowanym materiałem w literaturze przedmiotu.

Ocena rozprawy doktorskiej

Recenzowana rozprawa, napisana pod opieką naukową prof. dr hab. inż. Jarosława Mizery, obejmuje 111 stron, zawiera streszczenie w języku polskim i angielskim, zastosowane skróty i oznaczenia, 10 rozdziałów, bibliografię złożoną ze 128 pozycji literaturowych, 73 rysunki w postaci schematów, wykresów i fotografii oraz 29 tabel.

Doktorantka rozpoczęła rozprawę od wstępu, który wprowadza czytelnika w problem badawczy oraz informuje o celu pracy. Warto w tym miejscu zaznaczyć, że dysertacja ma istotne znaczenie praktyczne, ponieważ odbiorcą jej rezultatów jest Grupa General Electric (GE).

W rozdziale 2 rozprawy, Doktorantka zamieściła charakterystykę silników Jenbacher, by następnie przejść do rozdziału 3, zatytułowanego „Przedmiot badań”, gdzie w 5 podrozdziałach przedstawiła aktualny stan wiedzy. Nasuwa się pytanie, dlaczego Autorka postanowiła stworzyć indywidualny rozdział poświęcony silnikom gazowym Jenbacher, zamiast umieścić go w rozdziale dotyczącym analizy obecnego stanu wiedzy?

Pierwszy podrozdział analizy literaturowej dotyczy przedmiotu badań, czyli komory wstępnego spalania silnika, wraz z informacją o problemach, które potencjalnie mogą pojawić się podczas eksploatacji części.

Następnie Doktorantka opisała materiały stosowane do wytwarzania komór wstępnego spalania. Scharakteryzowała stop Nimonic 81 dotychczas stosowany w GE. W podrozdziale zaprezentowała również skład chemiczny oraz najważniejsze właściwości stopu Inconel 738.

Kolejny podrozdział Autorka pracy poświęciła na charakterystykę stopu Inconel 738LC. Przedstawiła skład fazowy stopu oraz zaprezentowała mechanizmy umocnienia stopu. W związku z tym, że mechanizm umocnienia wydzieleniowego jest jednym z głównych mechanizmów umocnienia stopu Inconel 738, sugerowałabym połączenie dwóch powyższych rozdziałów w jeden.

W podrozdziale 3.3 Doktorantka przedstawiła metody druku 3D. Zaprezentowała podział metod druku 3D, opisała krótko historię, scharakteryzowała obszary zastosowań, skupiła się w większym stopniu na technikach PBF i DED. W kolejnych podrozdziałach opisała ogólną zasadę działania drukarek 3D, wymieniła wady i zalety technologii, nakreśliła rolę druku 3D w zrównoważonym rozwoju środowiska, eskalację popularności techniki w przemyśle. Następnie Autorka przeszła do istotnych, z punktu widzenia tematyki pracy zagadnień, zajmując się analizą literaturową dotyczącą projektowania mikrostruktury podczas druku 3D oraz charakterystyki metody DMLS i technik badawczych typowych przy badaniach materiałów drukowanych. Doktorantka podkreśliła, że technika druku 3D jest na tyle nową technologią, że nie powstały jeszcze sformalizowane wytyczne, dotyczące procedur badawczych dla materiałów drukowanych. Z tego powodu do badań stosuje się metody konwencjonalne, charakterystyczne dla materiałów metalicznych niedrukowanych, w tym: pomiary gęstości, odporność na utlenianie, pełzanie, zmęczenie, twardość, statyczną próbę rozciągania.

Następnie Autorka przeszła do opisu procesu druku 3D nadstopów niklu. Uważam, że podrozdział ten został potraktowany zbyt ogólnie i lakonicznie. Tematyka, stanowiąca główny nurt pracy, powinna zostać opracowana zdecydowanie bardziej szczegółowo.

Pod koniec analizy literaturowej Doktorantka przedstawiła stan wiedzy na temat obróbki poprocesowej dla materiałów drukowanych 3D. Zaprezentowała informacje na temat metod, które sama wykorzystała w swej pracy, a więc wytwarzania powłok, obróbki cieplnej oraz prasowania izostatycznego. Dwie ostatnie to metody typowe, stosowane dla materiałów metalicznych wytwarzanych addytywnie. Niestety analiza stanu wiedzy dotycząca wytwarzania powłok oraz prasowania izostatycznego (HIP) jest wykonana bardzo ogólnie. Dodatkowo, w przypadku podrozdziału dotyczącego HIP Doktorantka nie powołała się na żadne źródła literaturowe. Szkoda, ponieważ proces ten jest niezwykle ważnym elementem obróbki końcowej metalicznych materiałów drukowanych, w przypadku ich stosowania w praktyce przemysłowej.

W kolejnej części dysertacji Doktorantka podsumowała aktualny stan wiedzy oraz zdefiniowała wymagania i potrzeby rynku. Niestety nie wykonała krytycznej analizy obecnego stanu wiedzy na temat przedmiotu badań. Tło rozważań jest przedstawione w sposób poprawny, natomiast Autorka nie wydoobyła z literatury tego, co najistotniejsze dla tematu pracy. Czuję niedosyt, jeśli chodzi o omówienie poszczególnych pozycji literaturowych i krytyczne, lub nie, odniesienie się do poglądów prezentowanych przez różnych badaczy. Taki element, stanowiłby doskonałą przesłankę do tego, aby zaproponować nowe, alternatywne rozwiązania materiałowe i badawcze w niniejszej pracy.

Pomimo tych uwag uważam, że analiza literaturowa oparta w większości o współczesne publikacje anglojęzyczne została wykonana na przyzwoitym poziomie, obejmując najważniejsze zagadnienia dotyczące tematyki podjętej w pracy.

Celem pracy było opracowanie wytycznych technologicznych oraz wykonanie prototypu komory spalania wstępnego metodą druku 3D z superstopu Inconel 738LC. Koncepcja tematyki badawczej stanowi odpowiedź na potrzeby firmy General Electric przy uwzględnieniu światowych trendów wdrażania nowych technologii przyrostowych.

Sformułowany cel jest właściwy i jednoznacznie określa istotę rozprawy. Należy zaznaczyć, że praca doktorska ma charakter wdrożeniowy, a więc właściwy jest silny nacisk na znaczenie aplikacyjne efektów prac badawczych.

Zakres prac badawczych, jaki nakreśliła sobie do zrealizowania Doktorantka, obejmuje ustalenie parametrów procesu wydruku dla INC738LC, wytworzenie części do silnika tłokowego metodą druku 3D, opracowanie warunków postprocesowej obróbki cieplnej, przeprowadzenie procesu izostatycznego ściskania, wytworzenie żaroodpornej warstwy ochronnej na bazie faz międzymetalicznych z układu Ni-Al. Skuteczność zaproponowanych metod weryfikowała na podstawie analizy wyników badań mikrostruktury, tekstury, gęstości, naprężeń resztkowych, twardości, właściwości wytrzymałościowych i żaroodporności. Uważam, że wytypowane badania są w pełni adekwatne do tego, aby osiągnąć założone cele badawcze.

Po zapoznaniu czytelnika z celem i zakresem pracy, Autorka przeszła, w rozdziale 5, do opisu materiału badawczego, a następnie w rozdziale 6 do deskrypcji obróbki cieplnej zrealizowanej na badanym materiale Inconel 738LC. W rozdziale 7 opisała metodykę badawczą. Rozumiem, że zamysłem Doktorantki było odseparowanie rozdziału dotyczącego procesu wytwarzania i przygotowania materiału do badań oraz tego, przedstawiającego metodykę badawczą. Jednakże sądzę, że etap wytworzenia materiału badawczego i jego obróbka jest szalenie istotnym stadium projektowania metodyki badawczej, dlatego też wyżej wspomniane rozdziały 5 i 6 powinny być umieszczone jako podrozdziały w „Metodyce badań”. Klasyfikacja rozdziałów zaproponowana przez Doktorantkę wprowadziła nieco chaosu do porządku rozprawy doktorskiej.

Plan badawczy, szerzej opisany przez Doktorantkę w rozdziale 7, bazuje na typowych badaniach, które pozwoliły na określenie właściwości materiałów metalicznych. Warto zaznaczyć, że Pani Zimowska zrealizowała próby statycznego rozciągania w podwyższonej temperaturze oraz wykonała badania żaroodporności. Są to bardzo istotne elementy planu badawczego, biorąc pod uwagę cel pracy, a więc wytworzenie elementu komory spalania silnika. Doktorantka wykonała również skanowanie 3D końcowego elementu, aby zweryfikować dokładność kształtu i wymiarów. To nowoczesna metoda analizy geometrii przedmiotów, zapewniająca wysoką dokładność wymiarów i eliminująca potrzebę wykonywania pomiarów stykowych.

Przechodząc do szczegółowych komentarzy na temat poszczególnych etapów badawczych, zaplanowanych do realizacji przez Doktorantkę i przedstawionych w rozdziale 7, muszę stwierdzić, że niektóre z nich są niepotrzebnie przedstawiane w tak obszerny sposób. Mam tutaj na myśli podrozdział 7.2 oraz 7.4.2. Skaningowa mikroskopia elektronowa jest współcześnie badaniem na tyle powszechnym, że nie ma zasadności w szczególności sposób podkreślać jej przewagi nad mikroskopią świetlną, tym bardziej w opracowaniu, jakim jest praca doktorska. Podobna refleksja dotyczy także podrozdziału 7.4.3 „Badania twardości”.

W rozdziale 8 Autorka zaprezentowała wyniki badań oraz dyskusję rezultatów. W pierwszym etapie Doktorantka na podstawie tabeli 14 zamieszczonej w rozdziale 5 wyselekcjonowała parametry wytwarzania próbek metodą DMLS. Rozważała następujące parametry druku: mocy lasera, szybkość skanowania, odległość między warstwami skanowania. Przy doborze odpowiednich parametrów wykorzystwała metodologię projektowania eksperymentów DOE, która pozwala odpowiedzieć na pytanie o możliwość realizacji doświadczenia zapewniającego uzyskanie możliwie największej ilości użytecznych informacji, przy jak najmniejszych nakładach. Uważam takie rozwiązanie za właściwe, szczególnie dla druku 3D, który jest procesem czasochłonnym. Pani Zimowska dokonała badań mikrostruktury, twardości i gęstości, aby wytypować najlepszą konfigurację parametrów druku 3D do przetwarzania proszku Inconel 738LC. Jako najczęściej występujący defekt w strukturze wydrukowanych próbek Doktorantka uznała nieroztopione ziarna proszku, pęknięcia na powierzchni i wewnątrz próbki oraz pory. Zauważyła, że ilość wad maleje wraz ze wzrostem mocy lasera. Największą ilość porów oraz mikropęknięć zaobserwowano przy mocy lasera 85 W, a materiał pozbawiony wad otrzymano dla

największej, badanej mocy lasera, 150W. Jako najlepszy zestaw parametrów do drukowania stopu 738LC Doktorantka wytypowała: moc lasera równą 150 W, szybkość skanowania równą 1100 mm/s oraz odległość między warstwami skanowania równą 60 μm . Te właśnie parametry druku posłużyły doktorantce do wytworzenia elementu komory spalania oraz próbek przeznaczonych do dalszych badań.

Po wytworzeniu elementu Autorka wykonała badania metodą optycznego skanowania 3D, stwierdzając wysoką zgodność obiektu otrzymanego metodą DMLS z modelem nominalnym CAD.

W kolejnym podrozdziale Doktorantka przedstawiła wyniki badań mikrostrukturalnych próbek w stanie po drukowaniu 3D oraz po różnych obróbkach końcowych. Stwierdziła, że w materiale zarówno w stanie wyjściowym, jak i po obróbce końcowej nie wykryto wad. Nie rozpoznano wpływu naniesienia powłoki CVD na strukturę materiału. Pani Zimowska zaobserwowała w strukturze fazę γ' . Nie potwierdziła jednak swoich przypuszczeń za pomocą analizy fazowej lub co najmniej nie ujęła tej informacji w tym punkcie pracy doktorskiej. Jeśli natomiast swoje założenie oparła na doświadczeniu, powinna odnieść się do odpowiednich źródeł literaturowych.

Następnie Doktorantka przedstawiła wyniki ilościowej analizy tekstury stwierdzając, że zarówno w materiale odlewanym jak i po druku 3D wykształciła się silna tekstura krystalograficzna. Natomiast materiał drukowany i poddany końcowym zabiegom technologicznym nadal wykazuje silną teksturę krystalograficzną, ale nieco odmienną od tej po drukowaniu. Silnie wykształcona tekstura (jedna składowa) typu (111) $\langle u v w \rangle$ dominuje w stanie odlanym, a obróbka postprocesowa materiału drukowanego doprowadziła do przebudowy tekstury.

Pomiary naprężeń szczątkowych zostały wykonane dla próbek po druku 3D, po druku 3D i obróbce cieplnej, po druku 3D, obróbce cieplnej oraz procesie HIP. Na podstawie wyników Doktorantka zauważyła symetryczny rozkład naprężeń w badanych próbkach. Obróbka cieplna znacznie zredukowała naprężenia (10 MPa), natomiast proces HIP wprowadził naprężenia ściskające o wartości zbliżonej do początkowej (500 MPa).

W kolejnej części pracy Doktorantka zaprezentowała wyniki badań żaroodporności. Pytanie, co do treści podrozdziału, nasuwa się już na początku. Dlaczego Doktorantka w podrozdziale dotyczącym wyników badań żaroodporności zawarła we wstępie wyniki mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego warstwy CVD? Wyniki są z całą pewnością pożądane, ale nie w tym miejscu pracy. Przechodząc do meritum, a więc do samych wyników badań żaroodporności, Doktorantka wykonała badania dla następujących próbek: w stanie wyjściowym (materiał referencyjny); materiał wydrukowany 3D i poddany obróbce cieplnej (przesycanie i starzenie), poddany procesowi HIP i ponownej obróbce cieplnej (przesycanie i starzenie) oraz końcowej obróbce cieplno-chemicznej. Stwierdzono, że największą odporność na utlenianie wykazały próbki wydrukowane 3D, po obróbce cieplnej, procesie HIP i z powłoką CVD. Doktorantka nie zaobserwowała ubytku masy próbek. Zauważyła natomiast przyrost masy spowodowany narastaniem zgorzeliiny zawierającej tlenek aluminium na powierzchni fazy międzymetalicznej, by potem stwierdzić: „*Na podstawie*

dokonanych pomiarów przyrostu/ubytku masy stwierdzono, że próbki stopu niklu INC738LC posiadały największy ubytek masy - ok. 12 g/mm² nieco mniejszy ubytek masy posiadały próbki po druku 3D oraz obróbce cieplnej- na poziomie 1 g/mm². Najlepiej, (...) zachowuje się materiał po obróbce cieplnej (przesycania i starzenia), HIP z wytworzoną warstwą ochronną - na poziomie -0.9 g/mm²". Ten tekst wymaga wyjaśnienia. Następnie Doktorantka dokonała skrupulatnej analizy powierzchni próbek po wygrzewaniu. Posłużyła się oceną zdjęć mikrostruktury SEM oraz analizą składu chemicznego i stwierdziła, że badane próbki wykazują się dobrą żaroodpornością.

Następnie Autorka przedstawiła wyniki badań mechanicznych. Pomiary twardości wykonywała dla materiału Inconel 738LC odlanego, po druku 3D, po druku 3D i obróbce cieplnej, po druku 3D i obróbce cieplnej oraz z powłoką CVD, po druku 3D i obróbce cieplnej oraz procesie HIP, po druku 3D i obróbce cieplnej oraz procesie HIP z warstwą CVD. Analiza wykazała, że największą twardość posiada materiał po druku 3D oraz obróbce cieplnej. Ważnym spostrzeżeniem jest również wniosek Doktorantki, że nie ma konieczności przeprowadzania kosztownej obróbki po-procesowej, po prawidłowo przeprowadzonym procesie drukowania 3D i obróbce cieplnej.

W kolejnym podrozdziale Doktorantka zaprezentowała wyniki ze statycznej próby rozciągania. Zrealizowała ją dla: materiału 738LC odlanego; wydrukowanego 3D; wydrukowanego 3D, obrobionego cieplnie i po procesie HIP; wydrukowanego 3D, obrobionego cieplnie, po procesie HIP z warstwą CVD. Największą wartość granicy plastyczności oraz wytrzymałości na rozciąganie otrzymano dla materiału po druku 3D oraz obróbce cieplnej. Zastosowanie HIP negatywnie wpłynęło na wytrzymałość materiału w temperaturze pokojowej. Świadczy to o braku konieczności przeprowadzania procesu HIP, który może być kosztowny oraz czasochłonny. Badania wytrzymałości w podwyższonej temperaturze (650°C) wykonano dla: materiału 738LC odlanego; wydrukowanego 3D; wydrukowanego 3D, po obróbce cieplnej i z warstwą CVD; wydrukowanego 3D, po obróbce cieplnej i po procesie HIP; wydrukowanego 3D, po obróbce cieplnej i procesie HIP z warstwą CVD. Wyniki wskazują, że w podwyższonej temperaturze materiał drukowany osiąga podobne właściwości w stosunku do tego po przeprowadzonych obróbkach poprocesowych. Jednocześnie materiał drukowany osiąga wyższe wartości wytrzymałości oraz plastyczności, niż materiał odlany.

Pomimo sporego chaosu w metodyce badawczej i prezentacji wyników, uważam, że zaproponowany program jest stosowny do tematu dysertacji oraz postawionego problemu. Doktorantka dokonała kompleksowej charakteryzacji badanego materiału. Na uznanie zasługuje fakt, że zastosowała szereg metod mających na celu poprawę właściwości materiału wytworzonego metodą druku 3D. Zweryfikowała potencjał każdej z nich. Podsumowanie, wnioski i wytyczne technologiczne stanowią unikalną instrukcję procesu produkcyjnego komory spalania wstępnego w spalinowym silniku tłokowym firmy Jenbacher 6 metodą przyrostową ze stopu Inconel 738LC. Należy podkreślić, że Doktorantka musiała zmierzyć się z opracowaniem parametrów technologicznych druku 3D dla materiału nadal niezbyt często stosowanego w technologiach druku 3D. Doszła do istotnych wniosków z punktu widzenia ekonomiki praktyki produkcyjnej, mianowicie wykazała, że założony,

satysfakcjonujący poziom właściwości wytrzymałościowych, jak i żaroodporności otrzymuje się już po zastosowaniu obróbki cieplnej obiektu wydrukowanego w stosunku do stanu odlanego.

Za osiągnięcia Doktorantki uważam:

- Podjęcie interesującej tematyki produkcji addytywnej superstopów niklu, mającej ogromny potencjał aplikacyjny, mieszczący się zarówno w ramach założeń dysertacji o charakterze wdrożeniowym, jak i wykraczający poza te założenia.
- Opracowanie kompleksowego planu eksperymentu i dobór optymalnych parametrów technologicznych, dedykowanych procesowi przetwarzania addytywnego proszku superstopu niklu Inconel 738LC.
- Holistyczne podejście do procesu druku 3D, uwzględniające różne konfiguracje przeróbki poprocesowej materiału, w tym obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej, jak i prasowania izostatycznego na gorąco.
- Stworzenie jednoznacznych wytycznych, know-how, dla procesu wytwarzania addytywnego DMLS elementu silnika tłokowego z superstopu Inconel 738LC.

Praca została zredagowana poprawną polszczyzną, zarówno w znaczeniu ogólnym, jak i technicznym.

Uwagi krytyczne:

- Bardzo proszę o komentarz dotyczący rozkładu wielkości cząstek proszku Inconel 738LC firmy Höganäs. Czy rozkład wielkości cząstek proszku był odpowiedni do przetwarzania za pomocą techniki DMLS? Niestety materiał wsadowy do procesu został potraktowany marginalnie. Mile widziane byłyby zdjęcia mikroskopowe ziaren proszku wykorzystanego do badań. Literatura dostarcza wielu cennych danych na temat istotności kształtu i wielkości cząstek proszku, dedykowanego technologiom addytywnym.
- Doktorantka zaplanowała swój eksperyment „*wykorzystując minimalną, maksymalną oraz pośrednią wartość parametrów, a następnie utworzono ich losowe kombinacje*”. Należy sprecyzować na jakiej podstawie określono maksymalne oraz minimalne wartości parametrów. Czy mówią o tym źródła literaturowe, czy też dobór parametrów podyktowany był możliwościami stosowanego urządzenia? Z jakiego powodu spiekanie odbywało się 2-etapowo?
- Doktorantka wyeliminowała z planu eksperymentu próby, które charakteryzowały się skrajnymi wartościami gęstości energii. Wykluczyła również pewną grupę zestawu parametrów, dla których w trakcie procesu „*powstawały pory na powierzchni materiału co groziło uszkodzeniem noża drukarki*”. Bardzo proszę o wyjaśnienie, w

jaki sposób dokonywano obserwacji powierzchni w trakcie procesu DMLS? Przypuszczam, że defekty były na tyle duże, aby w bezpośredni sposób zaobserwować je na materiale.

- Na rys. 35-36 Doktorantka przedstawiła zdjęcia mikrostruktury stopu Inconel 738LC wytworzonego przy różnych parametrach druku 3D. Zauważyła, że najczęściej występujące defekty to: „nieroztopione ziarna proszku, pęknięcia na powierzchni i wewnątrz próbki oraz pory”. Wady powinny być oznaczone na zdjęciach. Czytelnik nie jest w stanie przyporządkować danej wady do zdjęcia mikroskopowego. Przy opisach zdjęć brakuje precyzyjnej informacji, które próbki zostały poddane obróbce cieplnej. Nie zauważyłem również wzmianki, w jakim kierunku w relacji do osi budowania zostały przeprowadzone obserwacje mikrostruktury. Kontynuując w temacie przedstawienia wyników badań mikrostruktury, zdjęcie na rys. 43, prezentujące mikrostrukturę stopu po obróbce cieplno-chemicznej, moim zdaniem, powinno być wykonane w innym miejscu, tak aby ukazać warstwę powierzchniową. Dodatkowo, warto byłoby zaprezentować również zdjęcia mikrostruktury w przekroju XY.
- Czy obecność fazy γ' (rys. 44-47) została potwierdzona adekwatnymi metodami? Czy została wykonana analiza fazowa lub analiza punktowa składu chemicznego?
- Doktorantka wykonała badania optycznego skanowania 3D wytworzonej części. Stwierdziła, że „Przeważająca część elementu wykazuje dokładne dopasowanie do modelu CAD (...). W związku z tym możemy wnioskować, że wydruk 3D okazał się bardzo precyzyjny, a powstałe różnice w geometrii elementu wynikają z konieczności zastosowania wykańczającej obróbki mechanicznej”. Proszę przedstawić obowiązujące tolerancje wymiarowe dla badanego elementu. Jaką dokładność ma zastosowany skaner 3D? Należy zauważyć, że na zdjęciu nr 39, pomijając miejsce przytwierdzenia do stolika, występują odchyłki wymiarowe wynoszące ok. 0.5 mm (obszar kanałów wylotowych). Czy to akceptowalne dla tego elementu? Ponadto daje się zauważyć żółte pola pod częścią wylotową elementu. Mogą to być odchyłki mieszczące się w granicach od ok. 0.4 mm do 0.6 mm. Czy były wykonane badania porównawcze odchyłki od geometrii nominalnej w tych obszarach?
- Podczas badań żaroodporności Doktorantka nie zaobserwowała ubytku masy próbek, by następnie stwierdzić: „Na podstawie dokonanych pomiarów przyrostu/ubytku masy stwierdzono, że próbki stopu niklu INC738LC posiadały największy ubytek masy- ok. 12 g/mm² nieco mniejszy ubytek masy posiadały próbki po druku 3D oraz obróbce cieplnej- na poziomie 1 g/mm². Najlepiej, (...) zachowuje się materiał po obróbce cieplnej (przesycania i starzenia), HIP z wytworzoną warstwą ochronną - na poziomie -0.9 g/mm²”. Proszę o wyjaśnienie.

W rozprawie doktorskiej wystąpiły liczne, drobne błędy edycyjne i niedopatrzenia. Poniżej kilka z nich:

- Niektóre spośród przedstawionych zdjęć i schematów cechują się niską jakością. Są niewyraźne, o małej rozdzielczości, np. rys. 12, 13, 17.
- Niektóre z wykorzystanych rysunków, m. in. 1, 2, 5 nie są opatrzone odniesieniem do źródła. Jeśli zostały stworzone przez Doktorantkę na podstawie danych literaturowych, taka informacja powinna znajdować się w opisie rysunku. Dotyczy to również tabel, m. in. 3, 4, 5, 6. Jeśli dane zostały zaczerpnięte z norm, wymagana jest taka informacja, natomiast jeśli zostały stworzone na podstawie badań własnych, należy to podkreślić.
- Na rys. 35-36 przedstawiających mikrostrukturę brakuje odnośników co do charakterystycznych jej elementów, np. wad.
- Spora ilość schematów jest opisana w języku angielskim. Dotyczy to np. rys. 7, 12, 19, 20, 21, 23. Jeśli praca napisana jest w języku polskim, wszystkie schematy powinny być opisane w języku polskim.

Mnogość pomyłek edycyjnych może świadczyć o tym, że otrzymana do recenzji dysertacja nie jest wersją końcową, zatwierdzoną przez Promotora. Być może przedłożona rozprawa jest wersją przed ostateczną korektą edycyjną, co ma swoje odzwierciedlenie w dużej ilości błędów i niedopatrzeń.

Pomimo przedstawionych krytycznych uwag merytorycznych i edycyjnych stwierdzam, że nie umniejszają one znaczącej wartości aplikacyjnej dysertacji. Uważam rozprawę doktorską za wartościową i oryginalną.

Ocena końcowa

Ocena przedstawionej do zaopiniowania rozprawy doktorskiej mgr inż. Brygidy Zimowskiej upoważnia mnie do stwierdzenia, że Autorka dokonała właściwej analizy stanu zagadnienia i na tej podstawie trafnie sformułowała cel rozprawy doktorskiej. Na drodze realizacji kompleksowej metodyki badawczej osiągnęła założone zamiary, wypracowując szczegółowe wytyczne do wytwarzania elementu silnika tłokowego metodą przyrostową DMLS z nadstopu Inconel 738LC.

Podsumowując moją recenzję stwierdzam, że mgr inż. Brygidy Zimowskiej wykazała się bardzo dobrą znajomością przedmiotu badań, przygotowaniem merytorycznym na wysokim poziomie, umiejętnością wykorzystania metod, technik i narzędzi badawczych, zdolnością do samodzielnego planowania i realizacji badań naukowych oraz ich analizy.

Recenzowana rozprawa doktorska może być przypisana do dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa.

Wniosek

Przedłożona do zaopiniowania rozprawa doktorska mgr inż. Brygidy Zimowskiej pt. „Zastosowanie metody druku 3D do wytworzenia elementu silnika tłokowego z Inconelu 738LC” spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim przez Ustawę o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule z Zakresu Sztuki z dnia 14.03.2003r. (Dz. U. Nr 65, poz. 595) z późniejszymi zmianami.

W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie mgr inż. Brygidy Zimowskiej do publicznej obrony przedłożonej rozprawy doktorskiej.

dr hab. inż. Krzysztof Żaba, prof. AGH

