

Bydgoszcz, 29.08.2023

dr hab. inż. Marek Macko prof. uczelni
Uniwersytet Kazimierza Wielkiego
Wydział Mechatroniki
85-074 Bydgoszcz
ul. Kopernika 1
tel. 52 3419144

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Łukasza Szczepańskiego pt. *Laser powder bed fusion technology as an alternative method of metallic glasses manufacturing* wykonana na zlecenie Prof. dr. hab. inż. Zbigniewa Gronostajskiego, Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Mechaniczna, na podstawie pisma W10/RDND07/54/2023.

1. Uwagi ogólne

Przekazana do oceny rozprawa doktorska liczy 94 strony, składa się z 8 rozdziałów oraz bibliografii, zawiera 40 rysunków i 6 tabel, streszczenie w języku polskim i angielskim.

Rozdział pierwszy i drugi zawierają aktualny stan techniki dotyczący aspektów wytwarzania, własności mechanicznych szkła metalicznego oraz perspektywicznych metod technologii addytywnych, szczególnie technologii selektywnego spiekania laserowego proszków jako alternatywnej metody wytwarzania szkielek metalicznych.

Rozdział trzeci obejmuje zagadnienia dotyczące wytwarzania dwóch różnych szkielek metalicznych na bazie żelaza o niskiej i wysokiej zdolności formowania szkła w procesie laserowego stapiania w złożu proszkowym oraz wpływu parametrów procesu na krystalizację szkielek metalicznych oraz właściwości funkcjonalne na bazie żelaza w procesie LPBF (Laser Powder Bed Fusion). W punkcie trzecim został zaprezentowany plan badań.

Rozdział czwarty zawiera charakterystyki dwóch materiałów jakie zostały wybrane do badań: stopu Fe₇₉Zr₆Si₁₄Cu₁ oraz stopu Fe₄₅Cr₁₅Mo₁₄C₁₅B₆Y₂Ni₃.

W rozdziale piątym i szóstym zaprezentowano kolejne etapy badawcze dla dwóch wymienionych materiałów. Zawierają one opis metod badań, charakterystyki proszków, omówienie parametrów procesu L-PBF, opis takich parametrów jak porowatość, mikrostruktura, twardość.

Rozdział siódmy zawiera podsumowanie, natomiast rozdział ósmy wnioski końcowe.

2. Ocena merytoryczna

Podjęta w pracy tematyka dotyczy aktualnych zagadnień implementacji technologii addytywnych w różnorodnych obszarach. Na szczególną uwagę zasługują metody spiekania laserowego proszków metali. Autor podjął w pracy ambitne zadanie zweryfikowania technologii Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) do wytwarzania szkła metalicznego. Istotnym procesem w procesie wytwarzania szkła metalicznego jest uzyskanie wysokich przechłódzeń fazy ciekłej. Krytyczna szybkość chłodzenia, umożliwiająca powstanie struktury amorficznej, jest wartością zmienną i zależy od składu chemicznego wytwarzanego stopu. Aktualnie powszechnie stosowane są dwie technologie wytwarzania szkieł metalicznych: odlewanie, pozwalające na uzyskiwanie prostych geometrii: prętów lub płyt o grubościach dochodzących maksymalnie do kilku mm (w zależności od zastosowanego stopu) oraz kształtowanie termiczne (thermoforming) – szkło formowane jest stanie przechłodzonej cieczy pomiędzy temp. zeszklenia a temp. krystalizacji w sposób zbliżony do obróbki tworzyw sztucznych, co pozwala uzyskać bardzo gładkie powierzchnie i dokładnie odwzorować struktury nanometryczne ze względu jednak na krótki czas procesu wytwarzanie rozbudowanych i dużych struktur jest ograniczone.

Na podstawie dokonanego przeglądu literatury i zaobserwowanych luk badawczych Autor sformułował cel pracy, jakim jest *określenie przetwarzalności szkieł metalicznych na bazie Fe w technologii laserowej syntezy w złożu proszkowym na podstawie dwóch stopów o niskiej i wysokiej zdolności szkłotwórczej w odniesieniu do uzyskanej mikrostruktury, defektów i twardości*. Przy tak sformułowanym celu pracy metodyka badań została syntetycznie przedstawiona w postaci schematu na rys. 3.1. Wg tego planu Autor przeprowadził badania dwóch różnych stopów amorficznych na bazie żelaza o niskiej i wysokiej zdolności szkłotwórczej. Procesy L-PBF i przeprowadzone testy były realizowane w różnych jednostkach badawczych. Zamieszczone zostały szczegółowe opisy urządzeń, na których przeprowadzono badania. Autor zaproponował porównywalny zakres badań dla obu stopów, który został przedstawiony we wspomnianym planie badań. Obejmował on między innymi obserwacje porowatości i mikrostruktury próbek, skaningową mikroskopię elektronową, transmisyjną mikroskopię elektronową, pomiary dyfrakcji rentgenowskiej oraz pomiary twardości.

Etap wytworzenia próbek był poprzedzony ustaleniem parametrów i geometrii druku 3D w aplikacji Autodesk Netfabb Premium 2019. Ustalono między innymi odpowiednie grubości warstw, przestrzenie kreskowania i strategie skanowania, jak również wygenerowane zostały warstwy i ścieżki. Parametry procesu, takie jak moc lasera i prędkość skanowania, zostały określone w oprogramowaniu sterującym producenta urządzenia Aconity STUDIO. Proces laserowego spieku proszków został przeprowadzony przy użyciu maszyny Aconity MIDI wyposażonej w laser światłowodowy. Wiązka lasera o średnicy ogniska 80 μm była generowana z długością fali 1070 nm i maksymalną mocą 400 W na złożu proszku. Podczas prowadzonych procesów komora robocza była zasilana argonem w celu ograniczenia zawartości tlenu poniżej 100 ppm. Próbki były wytwarzane bezpośrednio na platformie konstrukcyjnej ze stali nierdzewnej 316L, w celu zapewnienia szybkiego odprowadzania ciepła.

Na podstawie przeprowadzonych badań Autor zidentyfikował występowanie faz krystalicznych, głównie roztworu stałego $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$ oraz fazy międzymetalicznej $\text{Fe}_{23}\text{Zr}_6$

w strukturze stopu $\text{Fe}_{79}\text{Zr}_6\text{Si}_{14}\text{Cu}_1$ wytworzonego w procesie L-PBF. Ponadto zaobserwował wzrost udziału fazy $\text{Fe}_{23}\text{Zr}_6$ przy wzroście objętościowej gęstości energii. Stwierdził również występowanie struktury amorficznej w charakterystycznej strefie przy linii wtopienia ściegów. W strefie tej, w osnowie fazy amorficznej, zidentyfikował nanometryczne wydzielenia fazy $\alpha\text{-Fe}(\text{Si})$. Wskazał na występowanie dwóch rodzajów porowatości – technologiczną i metalurgiczną. Porowatość technologiczną scharakteryzował rozbudowanym kształtem i występowaniem cząstek proszku wewnątrz porów, co spowodowane było niedostatecznym przetopieniem warstwy proszku oraz poprzednich warstw na skutek zbyt niskich wartości dostarczonej energii wiązki lasera. Tego typu niedoskonałości Autor wyeliminował poprzez zwiększenie objętościowej gęstości energii (poprzez wzrost mocy lasera i zmniejszenie prędkości skanowania). Autor wskazał na występowanie indukowanych podczas procesu naprężeń własnych, mikropęknięć po upływie trzech tygodni od chwili zakończenia procesu wytwarzania próbek. Charakter tych pęknięć wskazywał na pękanie na zimno i był związany z naprężeniami cieplnymi powstałymi w trakcie procesu wskutek objętościowego skurczu oraz liniowej rozszerzalności cieplnej.

W przypadku drugiego stopu $\text{Fe}_{45}\text{Cr}_{15}\text{Mo}_{14}\text{C}_{15}\text{B}_6\text{Y}_2\text{Ni}_3$ wytworzonego metodą L-PBF Autor wskazał na możliwości wytwarzania struktury amorficznej w szerokim zakresie mocy lasera (80-160 W). Określił, że przy niskich mocach lasera, w zakresie 80-120 W, oraz prędkościach skanowania, w zakresie 333-500 mm/s, otrzymana struktura amorficzna charakteryzowała się porowatością w przedziale od 2,78% do 8,55%. Natomiast wzrost mocy lasera do 160 W i 180 W oraz wzrost prędkości skanowania do 700-1000 mm/s, spowodował obniżenie porowatości do 1,26%. Określił wartości graniczne mocy lasera oraz prędkości skanowania (160W i 1000 mm/s), dla których można uzyskać strukturę całkowicie amorficzną. Wskazał również na występowanie porowatości gazowej oraz mikropęknięć na gorąco, które propagowały w kierunku zgodnym z kierunkiem przetapiania ściegów.

Dla obydwu wytworzonych stopów Autor wskazał na duży rozrzut średnich wymiarów ziaren, który dla dla materiału nr 1 wynosił od 10 do 55 μm , natomiast dla materiału 2 od 10 do 75 μm , co niewątpliwie wpłynęło na rozrzut wartości. Przeprowadził również pomiary twardości w technologii L-PBF. Dla stopu $\text{Fe}_{79}\text{Zr}_6\text{Si}_{14}\text{Cu}_1$ osiągnięto najwyższą twardość na poziomie 953 HV1 dla mocy lasera 120 W oraz szybkości skanowania 900 mm/s. W przypadku stopu $\text{Fe}_{45}\text{Cr}_{15}\text{Mo}_{14}\text{C}_{15}\text{B}_6\text{Y}_2\text{Ni}_3$ dla niskich mocy lasera (80-120 W) i niskich prędkości skanowania (333-500 mm/s) wytworzone próbki charakteryzowały się twardością na poziomie 1105-1196 HV1. Z kolei próbki wytworzone z mocami lasera 160 i 180 W posiadały twardość na poziomie 1141-1196 HV1, a ponowne przetopienie powodowało wzrost twardości osiągając maksymalną wartość 1279 HV1.

Na uwagę zasługuje rozbudowany zakres przeprowadzonych przez Autora badań i uzyskanych wyników. Na tej podstawie sformułował wnioski dotyczące podatności szkieł metalicznych na bazie żelaza na przetwarzanie w technologii laserowej mikrometalurgii proszków. Stwierdził, że zdolność do zeszklenia odgrywa kluczową rolę w otrzymywaniu struktury amorficznej. Zbadał również również, że stopy o wysokiej zdolności do zeszklenia w szerokich zakresach mocy lasera i szybkości skanowania umożliwiają otrzymywanie struktury amorficznej. Zarówno w przypadku stopu o niskiej, jak i wysokiej zdolności

do zeszklenia wzrost mocy lasera i obniżenie szybkości skanowania prowadzi do redukcji porowatości, będącej jednym z kryteriów stosowalności materiału w technologii L-PBF. Wytwarzanie szkieł metalicznych w metodzie laserowej mikrometalurgii proszków stanowi duże wyzwanie technologiczne przez wzgląd na ich niską plastyczność.

Niepodważanym osiągnięciem Autora jest walidacja w szerokim zakresie parametrów niezbędnych do otrzymywania struktur amorficznych dla szkieł metalicznych w technologii L-PBF oraz wykazanie najbardziej sprzyjających warunków do wytwarzania szkła metalicznego o oczekiwanych właściwościach co zostało zaprezentowane w tabeli 7.1. Zaproponowany zakres parametrów niewątpliwie będzie przydatny dla badaczy, zajmujących się podobną tematyką. Autor wskazał na potencjalne dalsze kierunki badań, które powinny obejmować zagadnienia redukcji mikropęknięć, poprzez zastosowanie podgrzewania platformy roboczej lub selektywnego podgrzewania dodatkową wiązką lasera oraz przeprowadzoną obróbką cieplną po procesie druku 3D.

3. Uwagi krytyczne

Pomimo rozbudowanego planu badawczego Autor nie ustrzegł się drobnych uchybień w pracy. Objawia się to np. brakiem zachowania jednorodnego standardu dla przedstawionych wyników w postaci tabel/rysunków, np. rys. 5.8 (s. 46) i rys. 6.9 (s.62). W moim przekonaniu wyniki byłyby bardziej czytelne gdyby zostały zaprezentowane wg takiego samego ustawienia parametrów. Na rys. 5.8 podano wykres porowatości w funkcji mocy (dla różnych prędkości), natomiast rys. 6.9, który powinien uwzględniać te same parametry, ale dla drugiego materiału, jest przedstawiony jako porowatość w funkcji prędkości skanowania dla różnych mocy. Bardziej przejrzyste byłoby ich ujednoczenie.

Również rysunki przedstawiające morfologię próbek powinny być przedstawione w jednakowej skali, np. rys. 5.2 i 6.2. ale również 5.3 i 6.2, które analogicznie powinny przedstawiać te same informacje w możliwych do porównania skalach.

Rysunki 5.5 i 6.5 zostały powtórzone. W moim przekonaniu nie ma potrzeby przytaczania ich w obu rozdziałach.

Szkoda również, że nie ujednoczono tabel prezentujących przyjęte parametry dla obu materiałów (moc lasera i prędkość skanowania). Dotyczy to tab. 5.2 i rys. 6.6. Dane te są przedstawione w zupełnie różny sposób. Łatwiej byłoby je porównać, analizować, gdyby podano wg tych samych ustawień.

Autor nie wytłumaczył co było przyczyną braku niektórych parametrów. Np. dlaczego nie dla wszystkich prędkości przeprowadzono badania; np. brak 1000 mm/s dla 100W, 700 mm/s dla 140 W, 700 mm/s i 900 mm/s dla 160 W na rys. 5.8.

Z opisu rys. 5.9 (wykres porowatości w funkcji gęstości energii) nie wynika, czy jest to wykres, który dotyczy materiału pierwszego czy drugiego, czy jest to ogólny wykres dla obu materiałów? Dla drugiego tworzywa z kolei (rozdział 6) nie ma takiego wykresu.

Na rysunkach nie są podane dane szczegółowe dotyczące materiału; czy materiały należy odnieść domyślnie do tych, które dotyczą danego rozdziału? Np. rys. 5.10 i rys. 6.11 i 6.12.

To samo dotyczy rysunków 5.14 i 6.17, które po pierwsze zostały przedstawione w różnej skali, ale również dodatkowo w przypadku pierwszego tworzywa podano twardość w funkcji mocy, a w drugim przypadku twardość w funkcji prędkości. Zapewne Autor dysponował kompletem danych, aby je uporządkować wg jednego standardu, co znacznie ułatwiłoby interpretację wyników. Brak jest również ujednoliconych parametrów przedstawionych na wykresach, pokazujących te same parametry dla dwóch badanych materiałów

4. Podsumowanie

Niewątpliwym osiągnięciem Autora jest realizacja interesującego zakresu badań i zaprezentowanie wyników w szerokim spektrum właściwości materiałów, ale również parametrów technologicznych procesu wytwarzania addytywnego. Praca posiada charakter praktyczny, zatem efekty pracy będą mogły być wykorzystane w praktyce przemysłowej. Podane na stronie 79 porównanie dwóch materiałów pod względem istotnych parametrów/właściwości może być niezwykle cenne dla osób zajmujących się technologiami przyrostowymi i ich implementacjami w kierunku wytwarzania szkła metalicznego.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Łukasza Szczepańskiego pt. *Laser powder bed fusion technology as an alternative method of metallic glasses manufacturing*, spełnia wymagania ustawy - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2022, poz. 574 z póź. zm.) i może być dopuszczona do publicznej obrony.

Marek Muclov
