

**POLITECHNIKA KRAKOWSKA**  
**im. Tadeusza Kościuszki**

**Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki**  
**Szkoła Doktorska Politechniki Krakowskiej**

## **ROZPRAWA DOKTORSKA**

**Analiza możliwości zastosowania nieregularnego proszku  
aluminium w technologii Binder Jetting**

*mgr inż. Joanna Marczyk*

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

Kraków, 2024

*Składam serdeczne podziękowania Promotorowi niniejszej rozprawy doktorskiej*

***dr hab. inż. Markowi Hebdzie, prof. PK***

*za opiekę naukową, nieocenione wsparcie merytoryczne,*

*zaangażowanie oraz życzliwość.*

\*

*Podziękowania kieruję również do wszystkich osób,*

*które okazały mi pomoc w zakresie realizacji badań eksperymentalnych.*

\*

*Pragnę wyrazić wdzięczność mojemu Mężowi, a także Rodzicom i Siostram*

*za wiarę, nieustające wsparcie i motywację.*

*Dziękuję także wszystkim bliskim, którzy wspierali mnie podczas realizacji tej pracy.*



## Spis treści

WYKAZ WAŻNIEJSZYCH OZNACZEŃ .....	6
WSTĘP .....	10
<b>1. ANALIZA AKTUALNEGO STANU WIEDZY O ZAGADNIENIU .....</b>	<b>12</b>
1.1. Wytwarzanie przyrostowe .....	12
1.2. Technologia Binder Jetting .....	14
1.2.1. <i>Proces wytwarzania części w technologii Binder Jetting</i> .....	15
1.2.2. <i>Wpływ parametrów procesu Binder Jetting na właściwości wytwarzanych części</i> ....	17
1.2.3. <i>Wpływ morfologii i rozkładu wielkości cząstek proszku na przebieg procesu drukowania oraz na finalne właściwości wytworzonych materiałów</i> .....	23
1.2.4. <i>Analiza literatury w kontekście wytwarzania przyrostowego w ramach procesu Binder Jetting</i> .....	26
1.3. Aluminium i jego stopy jako materiał stosowany w metodach druku 3D.....	28
1.4. Podsumowanie części literaturowej.....	31
<b>2. UZASADNIENIE PODJĘCIA TEMATYKI BADAWCZEJ .....</b>	<b>32</b>
<b>3. TEZA, CEL I ZAKRES PRACY .....</b>	<b>33</b>
<b>4. PLAN BADAŃ.....</b>	<b>35</b>
<b>5. CHARAKTERYSTYKA MATERIAŁU.....</b>	<b>40</b>
5.1. Materiały bazowe.....	40
5.2. Materiał wiążący .....	41
<b>6. METODYKA BADAWCZA .....</b>	<b>42</b>
6.1. Proces wytwarzania części z zastosowaniem technologii Binder Jetting .....	42
6.2. Analiza składu chemicznego.....	43
6.3. Analiza rozkładu wielkości cząstek .....	43
6.4. Obserwacje mikroskopowe .....	43
6.5. Rentgenowska analiza strukturalna.....	44
6.6. Niskotemperaturowa adsorpcja azotu.....	44



---

6.7.	Analiza termograwimetryczna oraz spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera .....	44
6.8.	Różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC).....	45
6.9.	Ocena zmian wymiarowych.....	46
6.10.	Badania gęstości i porowatości .....	46
6.11.	Badanie chropowatości powierzchni .....	48
6.12.	Badania dylatometryczne .....	50
6.13.	Badania wytrzymałości na ściskanie.....	50
6.14.	Rentgenowska mikrotomografia komputerowa (micro-CT).....	50
<b>7.</b>	<b>ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ I Dyskusja.....</b>	<b>51</b>
7.1.	Optymalizacja parametrów druku w technologii Binder Jetting.....	51
7.1.1.	<i>Dobór rodzaju sita do procesu druku 3D.....</i>	<i>51</i>
7.1.2.	<i>Dobór parametrów druku .....</i>	<i>55</i>
7.1.3.	<i>Weryfikacja warunków wygrzewania i dobór profilu temperaturowego spiekania ....</i>	<i>59</i>
7.1.4.	<i>Ocena wizualna i obserwacje morfologii powierzchni spieków .....</i>	<i>64</i>
7.1.5.	<i>Rentgenowska analiza strukturalna .....</i>	<i>69</i>
7.1.6.	<i>Wyznaczanie zmian wymiarowych .....</i>	<i>70</i>
7.1.7.	<i>Gęstość względna .....</i>	<i>80</i>
7.1.8.	<i>Porowatość .....</i>	<i>82</i>
7.1.9.	<i>Wyznaczenie powierzchni właściwej spieków oraz objętości i wielkości porów .....</i>	<i>91</i>
7.1.10.	<i>Termoporometria DSC.....</i>	<i>94</i>
7.1.11.	<i>Badania chropowatości powierzchni .....</i>	<i>96</i>
7.1.12.	<i>Badania wytrzymałości na ściskanie.....</i>	<i>102</i>
7.1.13.	<i>Podsumowanie .....</i>	<i>104</i>
7.2.	Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na właściwości części wytwarzanych w technologii Binder Jetting.....	106
7.2.1.	<i>Homogenizacja mieszanek proszkowych .....</i>	<i>106</i>
7.2.2.	<i>Charakterystyka wytworzonych mieszanek proszkowych .....</i>	<i>108</i>
7.2.3.	<i>Dobór optymalnej grubości warstwy druku w zależności od rozkładu wielkości cząstek proszku.....</i>	<i>113</i>



---

7.2.4. Ocena wizualna oraz obserwacje mikroskopowe .....	115
7.2.5. Wyznaczenie zmian wymiarowych .....	117
7.2.6. Gęstość względna .....	119
7.2.7. Porowatość .....	120
7.2.8. Wyznaczenie powierzchni właściwej materiału oraz objętości i wielkości porów metodą adsorpcji-desorpcji azotu .....	124
7.2.9. Badania chropowatości powierzchni .....	125
7.2.10. Badania dylatometryczne .....	129
7.2.11. Dobór optymalnej mieszanki proszku aluminium do druku 3D .....	132
7.2.12. Podsumowanie .....	134
7.3. Wpływ parametrów procesu spiekania na jakość wytwarzanych części .....	135
7.3.1. Obserwacje mikroskopowe .....	135
7.3.2. Rentgenowska mikrotomografia komputerowa .....	138
7.3.3. Skład chemiczny wydzielań .....	144
7.3.4. Podsumowanie .....	144
<b>8. WSTĘPNE BADANIA NAD ZASTOSOWANIEM .....</b>	<b>145</b>
<b>9. ANALIZA KOSZTÓW WYTWARZANIA .....</b>	<b>149</b>
<b>10. WNIOSKI KOŃCOWE .....</b>	<b>156</b>
<b>11. KIERUNKI PRZYSZŁYCH BADAŃ .....</b>	<b>158</b>
<b>STRESZCZENIE .....</b>	<b>163</b>
<b>SUMMARY .....</b>	<b>165</b>
<b>LITERATURA .....</b>	<b>167</b>
<b>SPIS RYSUNKÓW .....</b>	<b>185</b>
<b>SPIS TABEL .....</b>	<b>192</b>
<b>WYKAZ DOROBKU NAUKOWEGO .....</b>	<b>195</b>



## WYKAZ WAŻNIEJSZYCH OZNACZEŃ

### Oznaczenia pochodzące z alfabetu łacińskiego

3D	trójwymiarowy (ang. <i>three-dimensional</i> );
BJ	natryskiwanie wiążące (ang. <i>Binder Jetting</i> );
BET	metoda adsorpcyjna służąca określeniu powierzchni właściwej z zastosowaniem izotermy Brunauera-Emmetta-Tellera, $m^2/g$ ;
BJH	metoda Barretta-Joynera-Halendy stosowna w celu wyznaczenia funkcji rozkładu objętości porów;
CAD	projektowanie wspomagane komputerowo (ang. <i>Computer Aided Design</i> );
$C_{p\text{powder}}$	ciepło właściwe proszku zastosowanego do druku, $J/kg \cdot K$ ;
$D_{10}$	średnica wyznaczająca 10% objętości zbioru cząstek, $\mu m$ ;
$D_{50}$	średnica wyznaczająca 50% objętości zbioru cząstek, $\mu m$ ;
$D_{90}$	średnica wyznaczająca 90% objętości zbioru cząstek, $\mu m$ ;
$dq/dt$	przepływ ciepła, $mW$ ;
DTG	termograwimetryczna krzywa różniczkowa (ang. <i>derivative thermogravimetric</i> ), $\%/min$ ;
$dV/dR_p$	krzywa rozkładu objętości porów, $cm^3/g \cdot nm$ ;
EDS	spektroskopia dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (ang. <i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i> );
$Eff_{\text{heater}}$	wydajność urządzenia, %;
$E_{\text{heater}}$	energia zużywana przez grzałkę, $Wh$ ;
$E_{\text{heating}}$	energia zużywana podczas nagrzewania proszku/spiekania, $Wh$ ;
$E_{\text{maintain}}$	energia potrzebna do utrzymania temperatury w suszarce/piecu, $Wh$ ;
$E_{\text{uncap}}$	energia zużywana przez głowicę drukującą, $Wh$ ;
f	współczynnik kształtu określający stopień wydłużenia;
FT-IR	spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera (ang. <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> );
h	wysokość ostrosłupa ściętego, $cm$ ;
$h_{\text{ext}}$	współczynnik konwekcji na zewnątrz suszarki/pieca, $W/m^2 \cdot K$ ;
$h_{\text{int}}$	współczynnik konwekcji wewnątrz suszarki/pieca, $W/m^2 \cdot K$ ;
$H_{\text{layer}}$	wysokość warstwy, $\mu m$ ;
$H_{\text{part}}$	wysokość części, $\mu m$ ;
$k_{GT}$	stała Gibbsa-Thomsona, $K \cdot nm$ ;



---

l	długość profilu, $\mu\text{m}$ ;
$l_1$	pierwotna długość boku, mm;
$l_2$	długość boku po procesie obróbki termicznej, mm;
L	skurcz liniowy, %;
LCA	ocena cyklu życia (ang. <i>Life-Cycle Assessment</i> );
LCI	inwentaryzacja cyklu życia (ang. <i>Life-Cycle Inventory</i> );
m	masa próbki, g;
$m_1$	masa suchej próbki mierzona w powietrzu, g;
$m_2$	masa nasączonej próbki mierzona w zanurzeniu w cieczy immersyjnej, g;
$m_3$	masa nasączonej próbki mierzona w powietrzu, g;
micro-CT	rentgenowska mikrotomografia komputerowa (ang. <i>Micro-Computed Tomography</i> );
$M_{\text{binder}}$	masa spoiwa, kg;
$M_{\text{cleaner}}$	masa środka czyszczącego, kg;
$M_{\text{powder}}$	masa proszku, kg;
$N_{\text{layer}}$	liczba warstw;
$P_1, P_2$	pola powierzchni podstaw ostrosłupa ściętego, $\text{cm}^2$ ;
$P_c$	porowatość całkowita, %;
$P_o$	porowatość otwarta, %;
$P_z$	porowatość zamknięta, %;
$P_{\text{max}}$	maksymalna moc grzałki, W;
$P_{\text{oven/furnace}}$	zużycie energii przez suszarkę/piec, W;
$P_{\text{uncap}}$	moc głowicy, W;
PSD	rozkład wielkości cząstek proszku (ang. <i>Particle Size Distribution</i> );
$R_a$	średnie arytmetyczne odchylenie profilu, $\mu\text{m}$ ;
$R_{\text{oven/furnace}}$	opór cieplny ściany suszarki/pieca, $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ ;
$R_p$	promień porów, nm;
$R_q$	średnie kwadratowe odchylenie profilu, $\mu\text{m}$ ;
ROI	region zainteresowania (ang. <i>Region of Interest</i> ), obszar poddany analizie w metodzie tomografii komputerowej;
$S_{\text{oven/furnace}}$	powierzchnia wewnętrzna suszarki/pieca, $\text{m}^2$ ;
$S_a$	średnie arytmetyczne odchylenie wysokości nierówności powierzchni od płaszczyzny odniesienia, $\mu\text{m}$ ;
$S_q$	średnie kwadratowe odchylenie wysokości nierówności powierzchni od płaszczyzny odniesienia, $\mu\text{m}$ ;



---

$S_{ku}$	kurtoza, współczynnik skupienia rozkładu wysokości topografii powierzchni;
$S_{sk}$	skośność, współczynnik skośności rozkładu wysokości topografii powierzchni;
SEM	skaningowa mikroskopia elektronowa c;
TG	analiza termogravimetryczna (ang. <i>thermogravimetry</i> ), %;
$t_{increase}$	całkowity czas trwania faz wzrostu temperatury, h;
$t_{layer}$	średni czas pomiędzy drukiem dwóch kolejnych warstw, h;
$t_{maintain}$	czas trwania fazy wytrzymywania, h;
$t_{printing}$	czas trwania procesu drukowania, h;
$t_{printlayer}$	średni czas wydruku jednej warstwy, h;
T	temperatura, K;
$T_{ext}$	temperatura zewnętrzna, K;
$T_m$	temperatura topnienia lodu w porach, K;
$T_{m0}$	temperatura topnienia lodu na zewnątrz porów, K;
$T_{maintain}$	temperatura etapu wytrzymywania, K;
$T_{mean}$	średnia temperatura podczas procesu nagrzewania, K;
$T_{max}$	temperatura, w której szybkość topnienia lodu jest najwyższa, K;
$T_{onset}$	temperatura początku przemiany fazowej, K;
$T_{oven/furnace}$	temperatura wewnątrz suszarki/pieca, K;
$V_b/c_{layer}$	objętość spoiwa/środką czyszczącego zużyta na warstwę, m <sup>3</sup> ;
$V_o$	objętość ostrosłupa ściętego, cm <sup>3</sup> ;
$V_s$	objętość sześcianu, cm <sup>3</sup> ;
XRD	dyfrakcja rentgenowska (ang. <i>X-Ray Diffraction</i> );
XRF	rentgenowska spektroskopia fluorescencyjna (ang. <i>X-Ray Fluorescence</i> );
X	oś odpowiadająca kierunkowi rozprowadzania proszku przez rolkę obrotową;
Y	oś odpowiadająca kierunkowi aplikacji spoiwa przez głowicę drukującą;
Z	oś odpowiadająca kierunkowi drukowania próbki;
XY	płaszczyzna, na której rozprowadzono kolejne warstwy proszku;
YZ	płaszczyzna prostopadła do płaszczyzny XY.





## Oznaczenia pochodzące z alfabetu greckiego

$\beta$	szybkość zmian temperatury, K/s;
$\Delta H(T)$	zmiana entalpii topnienia lodu w zależności od temperatury, J/g;
$\rho(T)$	gęstość wody zamrożonej w porach, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_{\text{binder}}$	gęstość spoiwa, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_c$	gęstość cieczy, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_{\text{cleaner}}$	gęstość środka czyszczącego, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_g$	gęstość wyznaczona metodą geometryczną, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_p$	gęstość pozorną, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_t$	gęstość teoretyczną, g/cm <sup>3</sup> ;
$\rho_w$	gęstość względną, g/cm <sup>3</sup> ;
$\lambda$	długość fali promieniowania rentgenowskiego, Å;
$\lambda_c$	długość fali odcięcia;
$\theta$	kąt dyfrakcji.

## Wykaz pojęć

<i>część zielona</i>	wydrukowana część, przed procesem wygrzewania i spiekania;
<i>część brązowa</i>	wydrukowana część po procesie wygrzewania, przed spiekaniem;
<i>część spiekana</i>	wydrukowana część po procesie spiekania;
<i>powierzchnia górna</i>	płaszczyzna XY próbki;
<i>powierzchnia boczna</i>	płaszczyzna YZ próbki;
<i>średnia próżnia</i>	próżnia na poziomie $2 \times 10^{-3}$ mbar (zastosowana w 1 i 2 etapie badań);
<i>wysoka próżnia</i>	próżnia na poziomie $1 \times 10^{-6}$ mbar (zastosowana w 3 etapie badań).

## Oznaczenia proszków/mieszanek proszkowych/wytworzonych próbek

<i>ALC100</i>	proszek aluminium o średniej wielkości $\sim 20 \mu\text{m}$ ;
<i>AL160</i>	proszek aluminium o średniej wielkości $\sim 60 \mu\text{m}$ ;
<i>ALC100:AL160</i>	mieszanka utworzona z proszków ALC100 oraz AL160 w udziale masowym 73:27;
<i>50 <math>\mu\text{m}</math>:20 <math>\mu\text{m}</math></i>	mieszanka utworzona z proszków o $D_{90}$ wynoszącym 50 $\mu\text{m}$ oraz 20 $\mu\text{m}$ połączonych w udziale masowym 73:27;
<i>70 <math>\mu\text{m}</math>:20 <math>\mu\text{m}</math></i>	mieszanka utworzona z proszków o $D_{90}$ wynoszącym 70 $\mu\text{m}$ oraz 20 $\mu\text{m}$ połączonych w udziale masowym 73:27;
<i>AL160:ALC100</i>	mieszanka utworzona z proszków AL160 oraz ALC100 w udziale masowym 73:27.



## WSTĘP

W trakcie ubiegłych kilkunastu lat, a w szczególności w okresie trwania czwartej rewolucji przemysłowej, nastąpiła konsolidacja rozwoju zaawansowanych technologii produkcyjnych z zamysłem wytwarzania elementów w oparciu o zrównoważoną produkcję. Innowacje technologiczne, do których należą m.in. metody wytwarzania przyrostowego mogą skutecznie spełniać cele w zakresie zrównoważonego rozwoju [1], [2]. Zasadniczo zrównoważony rozwój dotyczy globalnych warunków ekologicznych (środowisko), rozwoju gospodarczego (technologia) oraz równości społecznej. W procesie produkcyjnym siłą napędową rozwoju gospodarczego jest zużycie energii, materiałów oraz wody. W technologiach wytwarzania przyrostowego minimalizowana jest ilość zużywanego materiału, poprzez wykorzystanie go wyłącznie do takiego poziomu, jaki wymagany jest do wytworzenia produktu [3]. Każda redukcja zużycia zasobów, bądź energii w sektorze produkcji przemysłowej stanowi krok w kierunku zrównoważonego rozwoju, ponieważ aktualnie przemysłowe procesy produkcyjne stanowią 15% globalnej konsumpcji energii i 35-40% światowego zużycia materiałów [4], [5]. Na podstawie przeprowadzonych obliczeń modelowych szacuje się, że stosowanie addytywnych metod produkcji w 2025 roku doprowadzi do całkowitych oszczędności na poziomie od 170 do 593 miliardów dolarów amerykańskich oraz redukcji emisji CO<sub>2</sub> o około 130 do 525 ton [6]. Zatem technologie wytwarzania przyrostowego nie tylko zapewniają korzyści ekonomiczne, ale także zmniejszają negatywny wpływ na otoczenie [7], [8]. Biorąc pod uwagę te aspekty, technologie przyrostowe mogą być definiowane jako przyjazne dla środowiska.

Technologia wytwarzania przyrostowego, określana również mianem druku przestrzennego (3D), oferuje możliwość wytwarzania dostosowanych do potrzeb konsumenta, wysoce wydajnych części przy jednoczesnej redukcji czasu realizacji i ilości etapów procesu. Wytwarzanie addytywne można opisać jako: (1) *elastyczne*, ponieważ daje dużą swobodę w procesie projektowania oraz optymalizacji, (2) *przyspieszone*, gdyż zapewnia szybkie prototypowanie i skraca cykl produkcyjny, (3) *spersonalizowane*, ponieważ umożliwia zindywidualizowaną i małoseryjną produkcję, (4) *zintegrowane*, bowiem gwarantuje wytwarzanie oraz montaż części w ramach jednego procesu, (5) *wydajne*, gdyż zapewnia szybką produkcję przy niskim zużyciu energii i materiałów, jednocześnie zachowując wysoką jakość wytwarzanych części, oraz (6) *zrównoważone*, ze względu na wysoką efektywność energetyczną i materiałową oraz przyjazność dla środowiska [9].

Co więcej, według ogólnoswiatowego raportu rocznego przedstawionego przez Wohlers Associates, globalne przychody z produkcji przyrostowej oraz powiązanych z nią usług w 2012 roku wyniosły 2,25 miliarda dolarów. W 2016 roku wzrosły do ponad 6 miliardów dolarów, zaś na 2020 rok prognoza zakładała wartość 21 miliardów dolarów. Podczas wczesnych etapów rozwoju technologii, produkcję przyrostową stosowano do wytwarzania prototypów w środowiskach badawczo-rozwojowych, z czego odsetek komponentów funkcjonalnych w 2012 roku wyniósł zaledwie 28%. W 2016 roku wzrósł do 34%. Aktualnie technologia wytwarzania przyrostowego zmierza w kierunku produkcyjnym na znaczną skalę [10].

Spośród szerokiej gamy dostępnych technik wytwarzania addytywnego technologią, która doskonale spełnia wymagania zgodne z ideą zrównoważonego rozwoju jest metoda Binder



Jetting. Polega ona na selektywnym osadzaniu ciekłego spoiwa w warstwie materiału proszkowego i zapewnia wysoką dokładność wytwarzanych detali, co czyni ją znakomitą metodą produkcji do zastosowań w przemyśle energetycznym, medycznym, czy lotniczym [11]. Technika Binder Jetting kompatybilna jest z większością materiałów proszkowych, co sprawia że z powodzeniem może zastąpić wiele konwencjonalnych metod produkcji [12].

Wśród technologii wytwarzania przyrostowego standardowo stosowane są proszki o kształcie sferoidalnym. Jednakże kształt cząstek proszku determinuje koszt ich produkcji. Sferyczna morfologia proszku skutkuje podrożeniem kosztów jego wytwarzania w porównaniu do cząstek nieregularnych. Ponadto analiza danych literaturowych wykazała, że istnieją jedynie ograniczone informacje dotyczące możliwości wytwarzania części w technologii Binder Jetting z wykorzystaniem proszków aluminium lub ich stopów. Zwyczajowo do druku w metodzie Binder Jetting stosowane są metale niereaktywne. Natomiast problemem, który dotyczy proszków aluminium jest ich reaktywność. Stosowanie takiego materiału wymaga znacznej ostrożności zarówno pod względem bezpieczeństwa operatora urządzenia, jak i w celu ochrony środowiska [13]. Z drugiej strony, aluminium to lekki materiał, charakteryzujący się dużą wytrzymałością właściwą, odpornością na korozję oraz dobrą przewodnością cieplną i elektryczną. Z tego względu posiada znaczny potencjał jako materiał do zastosowań w urządzeniach elektronicznych. Ponieważ metoda Binder Jetting daje możliwość stosowania proszków o kształcie nieregularnym, zaś sam proces przebiega w temperaturze nieprzekraczającej 100°C, przeprowadzono badania skoncentrowane na analizie możliwości zastosowania nieregularnego proszku aluminium do druku w technologii Binder Jetting.

W odniesieniu do tematyki niniejszej rozprawy doktorskiej przeprowadzono optymalizację warunków drukowania oraz obróbki termicznej części drukowanych. Poddano analizie porównawczej wpływ parametrów druku, tj. poziomu nasycenia spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej oraz grubości warstwy, stosowanych podczas wytwarzania elementów trójwymiarowych, na jakość produkowanych części. W kolejnym etapie badań stosując zoptymalizowane parametry druku 3D przeprowadzono ocenę wpływu rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na właściwości części drukowanych. Finalnie wskazano potencjalne zastosowanie dla produkowanych części aluminiowych. Wykazano w ten sposób możliwość połączenia technologii umożliwiającej tworzenie złożonych geometrii z niededykowanym do tej metody materiałem wsadowym w postaci proszku aluminium o nieregularnym kształcie.



# 1. ANALIZA AKTUALNEGO STANU WIEDZY O ZAGADNIENIU

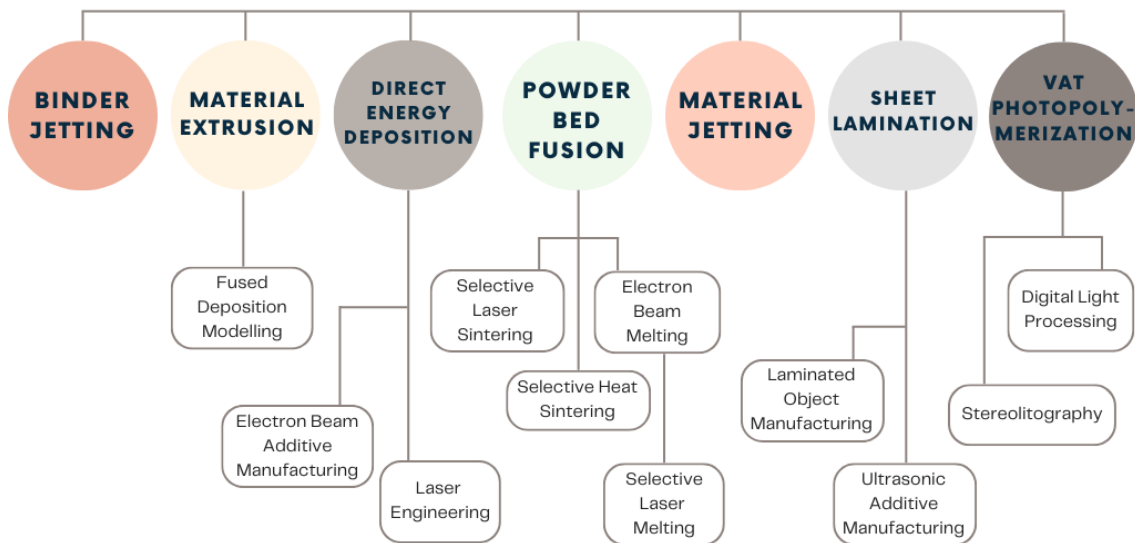
## 1.1. Wytwarzanie przyrostowe

Technologia wytwarzania addytywnego, zwyczajowo określanego mianem druku 3D, to przyszłościowa metoda produkcji, która pozwala na kształtowanie konstrukcji o złożonych geometriach za pomocą wykorzystania danych modelu CAD zaprojektowanego w oprogramowaniu do modelowania trójwymiarowego [14], [15]. Technologia wytwarzania przyrostowego została po raz pierwszy skomercjalizowana w latach 80. XX wieku. Opracował ją Charles Hull w procesie określanym jako stereolitografia [2], [14]–[16]. Stereolitografia należy do jednej z podstawowych oraz najstarszych metod druku 3D na świecie. Metoda ta dała początek wielu innym typom technik wytwarzania przyrostowego, które zgodnie z normą ASTM F2792-12a [17] sklasyfikowano według siedmiu głównych kategorii [17], [18]:

- *Binder Jetting* (BJ, natryskiwanie wiążące) - technologia wytwarzania przyrostowego, w której ciekły środek wiążący jest osadzany selektywnie w celu łączenia materiałów proszkowych.
- *Material Extrusion* (ME, wytłaczanie materiału) – proces wytwarzania addytywnego, w którym materiał jest selektywnie dozowany przez dyszę.
- *Directed Energy Deposition* (DED, ukierunkowane osadzanie wiązką energii) – proces wytwarzania przyrostowego, w którym skoncentrowana energia cieplna, której źródłem może być laser, łuk plazmowy lub wiązka elektronów, wykorzystywana jest do stapiania osadzanych na powierzchni detalu materiałów.
- *Powder Bed Fusion* (PBF, spajanie w złożu proszkowym) – proces wytwarzania addytywnego, w którym energia cieplna selektywnie stapia obszary złoża proszkowego. W porównaniu do metody DED, rozdzielczość oraz szybkość chłodzenia w technice PBF jest wyższa. Ponadto metoda ta nadaje się do budowania mniejszych części o bardziej złożonych kształtach i zapewnia lepsze wykończenie powierzchni [19].
- *Material Jetting* (MJ, natryskiwanie materiału) – proces wytwarzania przyrostowego, w którym krople materiału (np. fotopolimer lub wosk) są selektywnie osadzane na płycie konstrukcyjnej oraz utwardzane za pomocą światła ultrafioletowego.
- *Sheet Lamination* (SL, laminowanie arkuszy) – proces wytwarzania addytywnego, w którym arkusze materiału są łączone w celu utworzenia obiektu.
- *Vat Photopolymerization* (VP, fotopolimeryzacja kadzi) – proces wytwarzania przyrostowego, w którym ciekły fotopolimer w kadzi jest selektywnie utwardzany przez polimeryzację aktywowaną światłem.

Klasyfikację technologii druku 3D zaprezentowano na Rysunku 1.

## Wytwarzanie przyrostowe



*Rysunek 1. Klasyfikacja metod wytwarzania przyrostowego (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [17], [20])*

W technologiach przyrostowych stosowana jest szeroka gama materiałów, takich jak metale, ceramika, polimery oraz kompozyty i materiały hybrydowe. Typ metody druku 3D warunkuje rodzaj materiału, który można zastosować w danej technologii. Zestawienie materiałów możliwych do przetwarzania w poszczególnych procesach produkcji przyrostowej przedstawiono w Tabeli 1.

Podczas procesu wytwarzania addytywnego metali najpowszechniej stosowane są surowce w postaci proszku. Zaś do bezpośredniego wiązania materiałów wykorzystywane są źródła ciepła o wysokiej gęstości, takie jak np. laser, wiązka elektronów lub łuk plazmowy [21].

*Tabela 1. Wykaz materiałów stosowanych w ramach procesów wytwarzania przyrostowego (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [22])*

Proces wytwarzania przyrostowego	Materiał
Binder Jetting	metale i stopy metali ceramika polimery
Material Extrusion	Polimery
Direct Energy Deposition	metale i stopy metali ceramika polimery
Powder Bed Fusion	metale i stopy metali ceramika polimery
Material Jetting	fotopolimery wosk
Sheet Lamination	materiały hybrydowe metale i stopy metali ceramika
Vat Photopolymerization	fotopolimery ceramika



Technologie przyrostowe przyczyniły się do znacznego rozwoju wielu sektorów przemysłu poprzez zdolność do tworzenia warstwa po warstwie złożonych części trójwymiarowych. Metody te umożliwiają szybkie projektowanie i produkcję wytrzymałych części przy minimalizacji wytwarzania odpadów [15]. Co istotne, w przeciwieństwie do tradycyjnych metod wytwarzania, w technologiach addytywnych skomplikowane części można wykonać w jednym etapie bez ograniczeń związanych z koniecznością stosowania bardzo drogich narzędzi bądź form. Swoboda projektowania oraz szybki czas realizacji komponentów o wysokiej wydajności powoduje, że technologie przyrostowe zyskały spore zainteresowanie ze strony przemysłu lotniczego, motoryzacyjnego, energetycznego i medycznego [23].

## 1.2. Technologia Binder Jetting

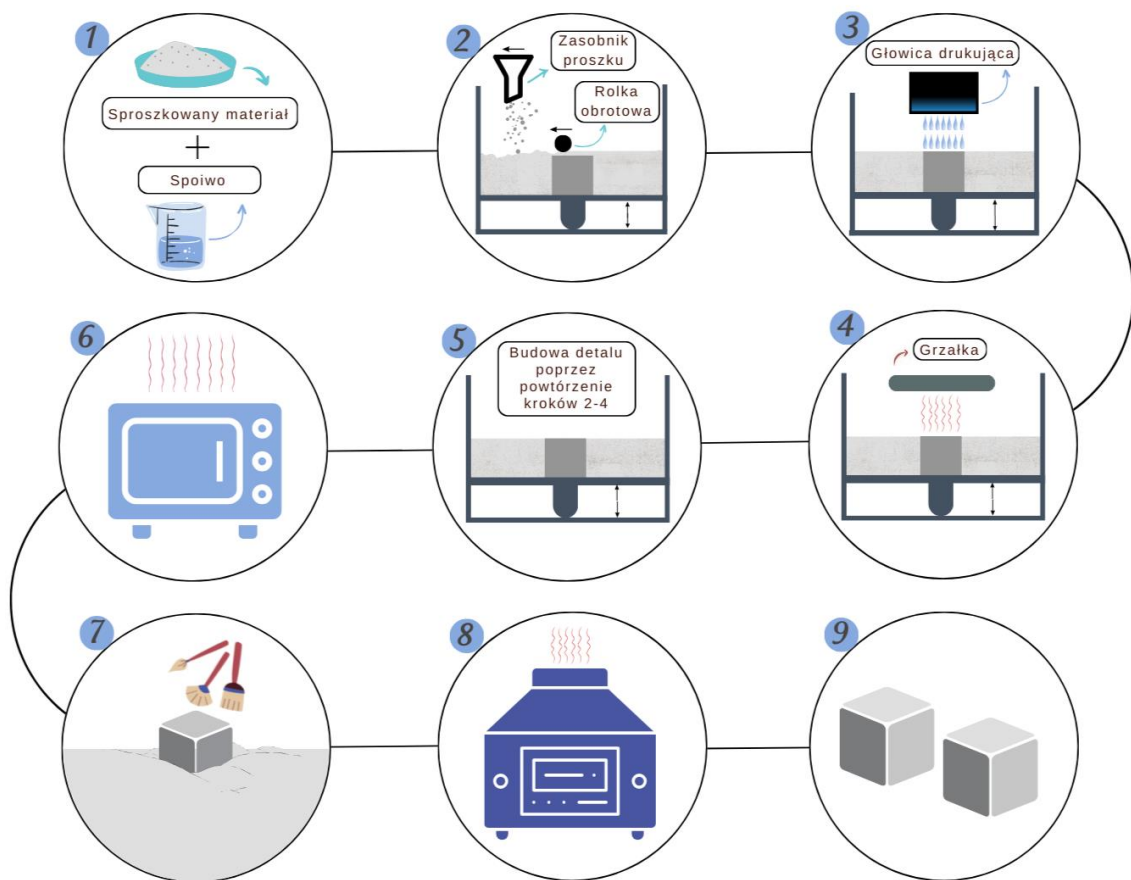
Proces Binder Jetting to jedna z metod należących do technologii wytwarzania przyrostowego, w ramach której sproszkowany materiał rozprowadzany jest w polu roboczym w postaci warstw, które następnie za pomocą środka wiążącego są selektywnie łączone w celu utworzenia elementu o uprzednio zaprojektowanej geometrii [13].

Technologia Binder Jetting po raz pierwszy opracowana została w Massachusetts Institute of Technology (MIT) i opatentowana przez Emanuela Sachsa w 1993 roku. Profesor Sachs stworzył proces, w którym wykorzystano proszek typu gipsowego oraz spoiwo glicerynowo-wodne, które osadzone było za pomocą termicznych atramentowych głowic drukujących. Następnie technologia ta została skomercjalizowana przez firmę Z Corporation, która określiła tę metodę jako druk 3D oraz uzupełniła proces o możliwość druku w pełnym kolorze. Jednakże części wytwarzane przez Z Corporation posiadały ograniczoną integralność strukturalną, a więc w celu zwiększenia wytrzymałości infiltrowane były za pomocą utwardzaczy bądź żywic o niskiej lepkości. W 1996 roku firma Extrude Hone od Massachusetts Institute of Technology uzyskała licencję patentową na rozpoczęcie produkcji części metalowych z wykorzystaniem technologii Binder Jetting. W 2005 roku z Extrude Hone wyodrębniła się firma ExOne zajmująca się produkcją opartą na druku z piasku oraz z proszków stali nierdzewnej infiltrowanej brązem [13]. Dziś firma ExOne jest światowym liderem w technologii wytwarzania przyrostowego, dostarczającym przemysłowe systemy związane z drukiem 3D.

Zaletą technologii Binder Jetting jest duża kompatybilność z właściwie każdym sproszkowanym materiałem, takim jak metale [24], polimery [25], ceramika [26], czy biomateriały [27]. Co więcej, w porównaniu z innymi procesami wytwarzania addytywnego metoda ta charakteryzuje się stosunkowo dużą szybkością kształtowania części. Umożliwia produkcję części do 10 razy szybciej niż selektywne spiekanie laserowe [25]. Technika Binder Jetting zastosowanie znalazła w przemyśle konstrukcyjnym [28], motoryzacyjnym [21], biomedycznym i systemach dostarczania leków [29], [30], przemyśle odlewniczym [31], lotniczym [32], elektronicznym [33] oraz w technologii żywności [34]. Końcowe właściwości produkowanych detali w dużej mierze zależą od samych parametrów procesu, włącznie z rodzajem stosowanego surowca oraz procesem tworzenia złoza proszkowego [12]. W związku z tym w niniejszym podrozdziale omówiono przebieg procesu wytwarzania detali w technologii Binder Jetting oraz oceniono wpływ cech stosowanego materiału proszkowego i parametrów procesu drukowania na efektywność wytwarzania i jakość finalnych produktów.

### 1.2.1. Proces wytwarzania części w technologii Binder Jetting

Celem technologii Binder Jetting jest wytworzenie trójwymiarowych części ze sproszkowanego materiału poprzez selektywne osadzanie ciekłego spoiwa. Pierwszym krokiem realizacji tego procesu jest utworzenie rysunku projektowego wytwarzanego obiektu. Cyfrowe modele CAD detali do druku 3D projektowane są w oprogramowaniu do modelowania trójwymiarowego bądź uzyskiwane w wyniku skanowania obiektu rzeczywistego. Tak otrzymany model cyfrowy dzielony jest na warstwy i zapisywany w uniwersalnym i kompatybilnym z większością drukarek 3D formacie STL (stereolitografia, ang. *stereolithography* oraz *Standard Tessellation Language* lub *Standard Triangulation Language*) [35]. Schemat procesu wytwarzania części w technologii Binder Jetting zaprezentowano na Rysunku 2.



**Rysunek 2.** Schemat procesu druku w technologii Binder Jetting: (1) przygotowanie surowców, (2) osadzanie oraz zagęszczanie proszku na złożu proszkowym, (3) selektywne nanoszenie ciekłego spoiwa, (4) ogrzewanie warstwy proszku i spoiwa, (5) budowa detalu poprzez powtórzenie kroków 2-4, (6) wyrzutowanie, (7) odseparowywanie części od niezwiązanego proszku, (8) spiekanie, (9) gotowy wyrób (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [11], [26], [36])

Przed rozpoczęciem docelowej procedury wytwarzania addytywnego niezbędne jest przygotowanie materiału proszkowego, z którego tworzona będzie zaprojektowana część, oraz materiału wiążącego, który będzie łączył cząstki proszku ze sobą. Natomiast sam mechanizm osadzania jest kluczowym elementem niezawodnego drukowania części [12]. Drukowanie



odbywa się w temperaturze otoczenia, co pozwala eliminować defekty wywołane termicznie, takie jak np. zniekształcenia [37]. Podczas procesu cienka warstwa proszku rozprawdzana jest w obszarze pola roboczego. Poruszająca się przeciwbieżnie lub współbieżnie rolka dystrybuuje i luźno zagęszcza zaaplikowaną warstwę proszku. Następnie głowica drukująca uwalnia ciekłe spoiwo na wyrównaną w poprzednim etapie warstwę proszku, na której ma powstać detal. W ten sposób rozpoczyna się formowanie obiektu [38]. W kolejnym kroku grzałka elektryczna przesuwa się wzdłuż złoża proszkowego, aby częściowo wysuszyć/utwardzić nałożoną warstwę przed aplikacją następnej partii proszku. Proces ten wspomaga utrzymanie stałej temperatury złoża. Na tym etapie istotny jest odpowiedni dobór czasu utwardzania pojedynczej warstwy. Czynnikiem ten należy dobrać tak, aby spoiwo mogło całkowicie związać proszek. W przeciwnym razie może nastąpić aglomeracja i przyklejanie się proszku do powierzchni rolki obrotowej. Nieodpowiednio dobrany czas suszenia może prowadzić także do pęknięć pojawiających się w złożu proszkowym. Po zakończeniu cyklu obejmującego aplikację i wyrównanie proszku oraz osadzanie i suszenie spoiwa, pole robocze obniża się o wysokość jednej warstwy. Replikacja poszczególnych etapów opisanego powyżej procesu następuje aż do ukończenia budowania zaprojektowanego detalu [13].

Po sfinalizowaniu etapu drukowania stosuje się etap wygrzewania, podczas którego wysunięta z drukarki 3D tzw. skrzynia robocza zawierająca wydrukowane obiekty umieszczana jest w suszarce laboratoryjnej. Proces wygrzewania przebiega w temperaturze  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  i trwa kilka godzin. Czas i temperatura uzależnione są zarówno od objętości skrzyni roboczej, jak również od właściwości spoiwa i wielkości wydrukowanego detalu [39]. Podczas procesu wygrzewania poprzez mechanizmy sieciowania następuje utwardzenie drukowanych części oraz odparowanie wody [40], [41]. Następnie możliwe jest ręczne odseparowanie od złoża proszkowego wydrukowanych zielonych części. Powierzchnie poszczególnych wydrukowanych części są czyszczone z wykorzystaniem zestawu pędzli. Wewnętrzne przestrzenie można delikatnie przedmuchać za pomocą powietrza. Na tym etapie wymagana jest szczególna ostrożność, gdyż części charakteryzują się niedostatecznie wysoką wytrzymałością, co może prowadzić do ich uszkodzenia. Co istotne, cały niezadrukowany proszek odzyskany podczas tego etapu można wykorzystać ponownie [12], [13]. Standardowa gęstość względna części po procesie drukowania i wygrzewania mieści się w zakresie od 50% do 60%, konieczne jest zatem ich zagęszczenie w procesie spiekania [42].

Kolejnym krokiem dla części wytworzonych metodą Binder Jetting jest proces spiekania, w którym głównie poprzez zjawiska dyfuzji możliwe jest uzyskanie zagęszczenia oraz pożądanych właściwości mechanicznych detalu [43], [44]. W zależności od składu chemicznego, rozkładu wielkości cząstek stosowanego proszku i ich morfologii należy odpowiednio dobrać temperaturę, czas oraz atmosferę spiekania. Na tym etapie należy również zaplanować etap wypalania/pirolizy spoiwa. Co istotne, na etapie obróbki termicznej należy pod uwagę wziąć pewne czynniki projektowe, które określają w jakich tolerancjach wymiarowych powinny mieścić się wymiary części po spiekaniu. Geometria obiektu może również wpływać na skuteczność usuwania lepizsca. Natomiast sam proces spiekania może powodować zniekształcenie części [13]. Spiekanie odbywa się w dwóch etapach. Na początku procesu następuje odparowanie substancji organicznych zawartych w spoiwie. W trakcie drugiej fazy następuje zagęszczenie części porowatej [45]. Podczas spiekania transport masy (w szczególności





dyfuzja) prowadzi do zmniejszenia swobodnej energii powierzchniowej, a także zmniejszenia porowatości w drukowanej części. W tym przypadku mniejsze cząstki proszku, dzięki wyższej energii powierzchniowej, sprzyjają efektywniejszemu spiekaniu detali [46].

W celu poprawy jakości powierzchni drukowanych elementów można zastosować obróbkę wykańczającą [47]. Do technik stosowanych w celu obniżenia chropowatości powierzchni można zaliczyć m.in. obróbkę skrawaniem, piaskowanie, galwanizację, polerowanie, czy infiltrację powierzchni [13], [48]. Konieczność oraz typ stosowanej obróbki uzależniony jest od docelowego zastosowania detalu wytwarzanego techniką Binder Jetting.

### 1.2.2. Wpływ parametrów procesu Binder Jetting na właściwości wytwarzanych części

Parametry drukowania zastosowane podczas wytwarzania elementów z materiałów proszkowych mają znaczący wpływ na końcowe właściwości produkowanych części. Wśród parametrów druku istotnych z punktu widzenia technologii Binder Jetting można wymienić: poziom nasycenia spoiwem, prędkość druku, grubość warstwy, czas suszenia warstwy oraz orientacja druku.

#### **Poziom nasycenia spoiwem**

Spoiwo odgrywa kluczową rolę podczas procesu Binder Jetting, gdyż tworzy pożądany kształt detalu poprzez wypełnianie przestrzeni międzywęzłowych pomiędzy cząstkami materiału proszkowego. Lepiszczka przeznaczone do druku musi zatem spełniać takie wymagania jak odpowiednie właściwości reologiczne, czy zwilżalność złoża proszkowego w stopniu wystarczającym do odpowiedniego wypełnienia. Spoiwo musi posiadać siłę wiązania zapewniającą integralność strukturalną drukowanych części oraz powinno móc usuwać się w taki sposób, aby nie pozostawiać żadnych śladów chemicznych [13], [49], [50].

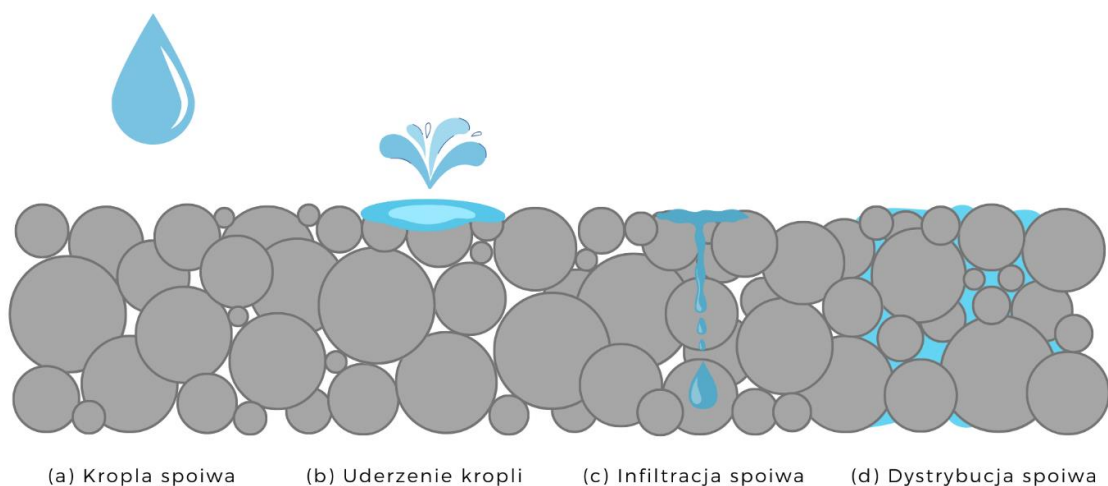
Nasycenie spoiwem jest parametrem opisującym objętość frakcji lepiszcza w objętości pustych przestrzeni złoża proszkowego [41]. Jest dobierane w sposób eksperymentalny. Nasycenie spoiwem (%) wyznacza się zgodnie z równaniem (1) [51]:

$$S = \frac{V_{binder}}{V_{air}} = \frac{V_{binder}}{(1-PR) \times V_{solid}} \quad (1)$$

gdzie:  $S$  – poziom nasycenia spoiwem,  $V_{binder}$  - udział objętościowy spoiwa w drukowanej części,  $V_{air}$  - udział objętościowy pustych przestrzeni w drukowanej części,  $V_{solid}$  - udział objętościowy proszku w drukowanej części,  $PR$  – stopień upakowania proszku.

Optymalny poziom nasycenia spoiwem ma kluczowe znaczenie dla uzyskania wysokiej dokładności druku oraz dobrych właściwości mechanicznych materiału. Zbyt niski poziom może powodować utrudnione łączenie spoiwa z proszkiem, co w efekcie doprowadzi do niejednorodności złoża proszkowego, niedokładności wymiarowej, obniżenia gęstości oraz wytrzymałości części. Natomiast nadmiar lepiszcza może prowadzić do jego nadmiernego rozprzestrzeniania się poza drukowany obszar [52], [53]. Zasadniczo zwiększenie poziomu nasycenia spoiwem prowadzi do wzrostu wytrzymałości oraz integralności drukowanej próbki [54]. Enetti i in. [55] w swoich badaniach potwierdzili, że wytrzymałość części wzrasta wraz ze wzrostem zastosowanego stopnia nasycenia.

Podczas procesu drukowania krople płynnego spoiwa, które osadzone są w złożu proszkowym, zwilżają cząstki i wypełniają pory poprzez mechanizmy infiltracji napędzane ciśnieniem kapilarnym [56]. Działanie ciśnienia kapilarnego oraz sił grawitacji powoduje przepływ i infiltrację kropli spoiwa do pustych przestrzeni pomiędzy cząstkami proszku w celu uzyskania równomiernego rozkładu [57]. Schemat ilustrujący przebieg osadzania lepiszcza w złożu proszkowym przedstawiono na Rysunku 3. Kropla ciekłego spoiwa o wielkości kilkudziesięciu mikrometrów wyrzucana jest przez głowicę drukującą na warstwę proszku. Spoiwo następnie zwilża powierzchnię złoża, a początkowa prędkość kropli ulega szybkiemu rozproszeniu. Rozprzestrzenianie się lepiszcza w złożu proszkowym może być wspomagane energią kinetyczną, co w efekcie prowadzi do powstania sieci płynnych mostków, które łączą sąsiadujące ze sobą cząstki. Następnie spoiwo przenika do złoża proszkowego wykorzystując efekt siły kapilarnej. Po spełnieniu warunku równowagi zadrukowany obszar proszku jest jednorodnie nasycony w całej objętości [13].



**Rysunek 3.** Schemat penetracji kropli spoiwa w złożu proszkowym (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [2])

Interakcja pomiędzy złożem proszkowym a lepiszczem określana jest jako kompatybilność materiałowa [58] i zależy od właściwości proszku oraz spoiwa, takich jak lepkość, napięcie powierzchniowe, czy kąt styku cieczy z materiałem. Ciągłość kropli płynnego spoiwa oraz oddziaływanie lepiszcza z proszkiem decyduje o integralności oraz wywiera wpływ na dokładność geometrii, wytrzymałość oraz chropowatość części [50].

Parab i in. [59] za pomocą synchrotronowej metody obrazowania przeprowadzili badania procesów fizycznych związanych z aplikacją spoiwa w technologii Binder Jetting. Eksperymenty wykazały, że gdy kropla spoiwa uderza w złożo proszkowe z dużą prędkością to powoduje wyrzucanie cząstek proszku z jego powierzchni. Pęd, który zostaje przeniesiony ze spoiwa na cząstki proszku może powodować zmiany w złożu proszkowym. Interakcja lepiszcza z proszkiem w tych warunkach prowadzi do tworzenia się porów podpowierzchniowych. W efekcie może pojawić się zauważalna ciągła przerwa pomiędzy nadrukowanymi warstwami i skutkować wydłużeniem czasu penetracji spoiwa. Jeżeli ilość wyrzucanych cząstek jest duża, to powstała szczelina może nie zostać uzupełniona kolejną warstwą, co doprowadzi do powstania dużych porów w drukowanej części. Większą skłonność do takiego zachowania mają proszki o dużej



sypkości. Są one łatwiej wyrzucane ze złoża proszkowego i mogą osiadać losowo, powodując negatywny wpływ na jakość powierzchni oraz dokładność wymiarową. Zasadniczo podczas drukowania drobnych proszków o rozmiarze cząstek nieprzekraczającym  $10\ \mu\text{m}$  na etapie aplikacji spoiwa mogą tworzyć się aglomeraty, które negatywnie wpływają na jakość warstwy. Im mniejsze oraz bardziej nieregularne cząstki proszku, tym większa będzie siła kohezji pomiędzy dwiema cząstkami.

Ravel i in. [60] opracowali model predykcyjny uwzględniający kinetykę rozprzestrzeniania się spoiwa w złożu proszkowym podczas procesu Binder Jetting. Najszybszy stopień nasycania lepiszczem następuje w osi Z (prostopadle względem kierunku osadzania proszku w złożu). Kropla spoiwa ma tendencję do wnikania głębiej w złożo proszkowe, kosztem ograniczonego rozprzestrzeniania się w kierunkach X i Y. Jakość powierzchni również może znacząco wpływać na sposób dystrybucji kropli. W celu zapobiegania kruchości niespiekanych części, próbki o mniejszej chropowatości powierzchni powinny być zorientowane w złożu wzdłuż kierunku budowania (oś Z), aby skutecznie zmaksymalizować zawartość aplikowanego spoiwa, a tym samym poprawić stabilność części podczas procesu spiekania.

### ***Prędkość rozprowadzania proszku***

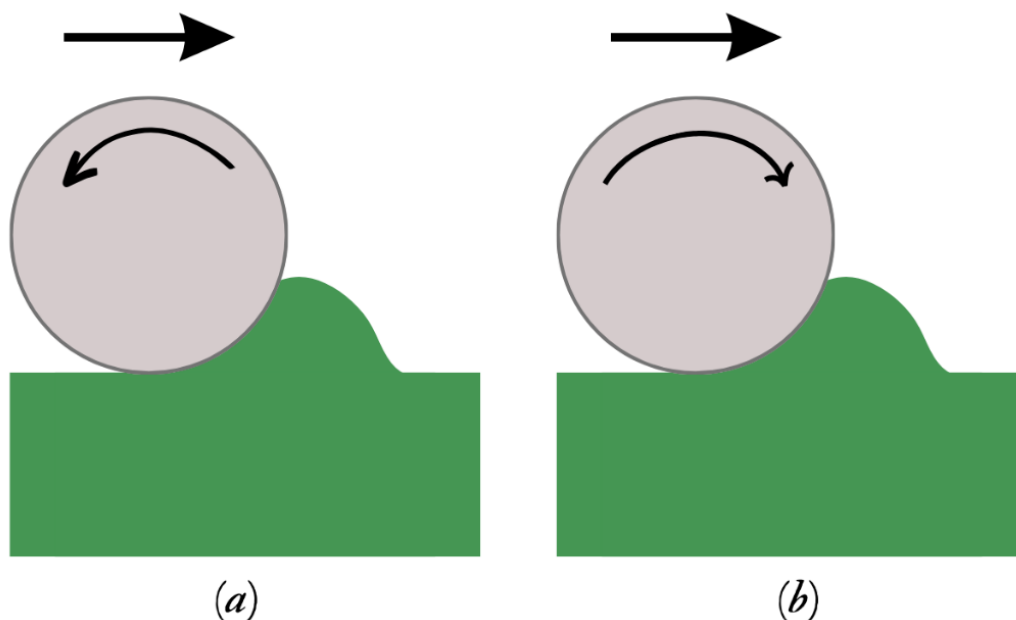
Prędkość rozprowadzania proszku jest głównym czynnikiem określającym ogólną prędkość drukowania. W ramach tego parametru określa się: prędkość powlekania – mm/s (prędkość z jaką zbiornik przemieszcza się podczas aplikowania proszku na złożo proszkowe), prędkość rolki – obr./min (prędkość obrotowa rolki) oraz prędkość przesuwu rolki obrotowej – mm/s (prędkość z jaką rolka porusza się po stole roboczym podczas obracania się). W celu wytworzenia spójnych części, przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej wydajności, wymagana jest odpowiednia koordynacja tych czynników [13].

Prędkość przesuwu rolki jest czynnikiem wyjściowym określającym prędkość rolki rozprowadzającej proszek na złożu proszkowym. Zbyt duże prędkości przesuwu rolki mogą prowadzić do powstania w złożu proszkowym niejednorodności polegających na rozwarstwieniu elementu drukowanego oraz znacznej chropowatości powierzchni [61]. Interakcja proszku w zależności od zastosowanej prędkości podczas drukowania wpływa na finalną gęstość i wytrzymałość mechaniczną. Parteli i in. [62] przeprowadzili symulację interakcji pomiędzy rolką obrotową a proszkiem. Zaobserwowano, że tylko niewielka ilość cząstek przenosi duże obciążenia, podczas gdy większość cząstek proszku przenosi mniejsze wartości siły. Taki niejednorodny rozkład sił jest zjawiskiem wynikającym z tworzenia się łańcuchów sił w układzie cząstek. Obecność tych łańcuchów wynika z prawie punktowych kontaktów międzycząsteczkowych, co skutkuje powstaniem grup cząstek, które przenoszą większość naprężeń. Cząstki w strefach pomiędzy łańcuchami są osłonięte przed działaniem cząstek, które te łańcuchy tworzą, przez co podlegają mniejszym naprężeniom [63].

Miyanaji i in. [64] w swojej pracy przeprowadzili eksperymentalną ocenę wpływu prędkości drukowania na jakość oraz integralność drukowanych części. Doświadczenia pozwoliły na wykazanie, że zwiększenie prędkości drukowania powoduje zmniejszenie dokładności wytwarzanych elementów ze względu na zwiększone siły bezwładności. Dokładność ta różni się w zależności od kierunku zorientowania próbek w złożu proszkowym. Autorzy zjawisko to częściowo przypisują asymetrycznemu rozprzestrzenianiu kropelek w kierunku drukowania, co

może być spowodowane poziomą prędkością kropel. Prędkość drukowania może mieć wpływ także na zmianę nasycenia równowagowego, zaś prędkość przesuwu rolki obrotowej oddziałuje na gęstość zarówno części zielonych, bezpośrednio po procesie drukowania, jak i spiekania. Efekt spowodowany prędkością przesuwu rolki często powiązany jest także z jej prędkością obrotową. Wpływ ten jest tym większy im niższa jest prędkość obrotowa rolki. Zwiększenie prędkości przesuwu rolki powoduje obniżenie gęstości detali oraz skutkuje powstaniem licznych defektów na powierzchni złoza proszkowego, a także wad międzywarstwowych. Wyższa prędkość przesuwu rolki obrotowej wiąże się także z niższą wytrzymałością na zginanie spieku [65], [66].

Na jakość druku wpływ ma także kierunek obrotu rolki, który może być przeciwbieżny lub współbieżny (Rysunek 4). Kierunek przeciwbieżny rolki może ułatwić ruch cząstek, ponieważ przed wprowadzeniem ich do złoza proszkowego część proszku unoszona jest przed wałkiem. W ten sposób cząstki krążą w okolicach usypu i mają więcej czasu na przegrupowanie [67], [68]. Jednakże zastosowanie tej metody nakładania proszku może skutkować powstaniem w warstwie defektów w postaci wgłębień i przesunięć [13].



**Rysunek 4.** Schemat obrazujący kierunek obrotu rolki względem kierunku jej przesuwu: (a) przeciwbieżny, (b) współbieżny (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [67])

Konstrukcja rolki również może mieć wpływ na gęstość. Większa średnica rolki poprawia gęstość części [69]. Zaś rolka współbieżna w porównaniu z rolką przeciwbieżną powoduje zagęszczenie złoza proszkowego [70], [71]. W takim przypadku ruch obrotowy walca do przodu powoduje, że cząstki proszku wciągane są do złoza proszkowego poprawiając jednocześnie jego gęstość. Jednakże zastosowanie rolki współbieżnej może także negatywnie wpływać na sposób rozprowadzania proszku. Złoże proszkowe po przejeździe rolki może odbić w wyniku uwolnienia energii sprężystości zmagazynowanej w złożu proszkowym, co może skutkować uzyskaniem nierównomiernej powierzchni lub niedokładnej grubości [71]. Uszkodzenie warstwy proszku może pojawić się ze względu na dużą siłę ścinającą. Natomiast warstwy zadrukowane pod nową warstwą mogą ulec przesunięciu. Również ze względu na dużą siłę zagęszczania niektóre cząstki mają tendencję do przylegania do rolki obrotowej, co może powodować powstawanie kraterów



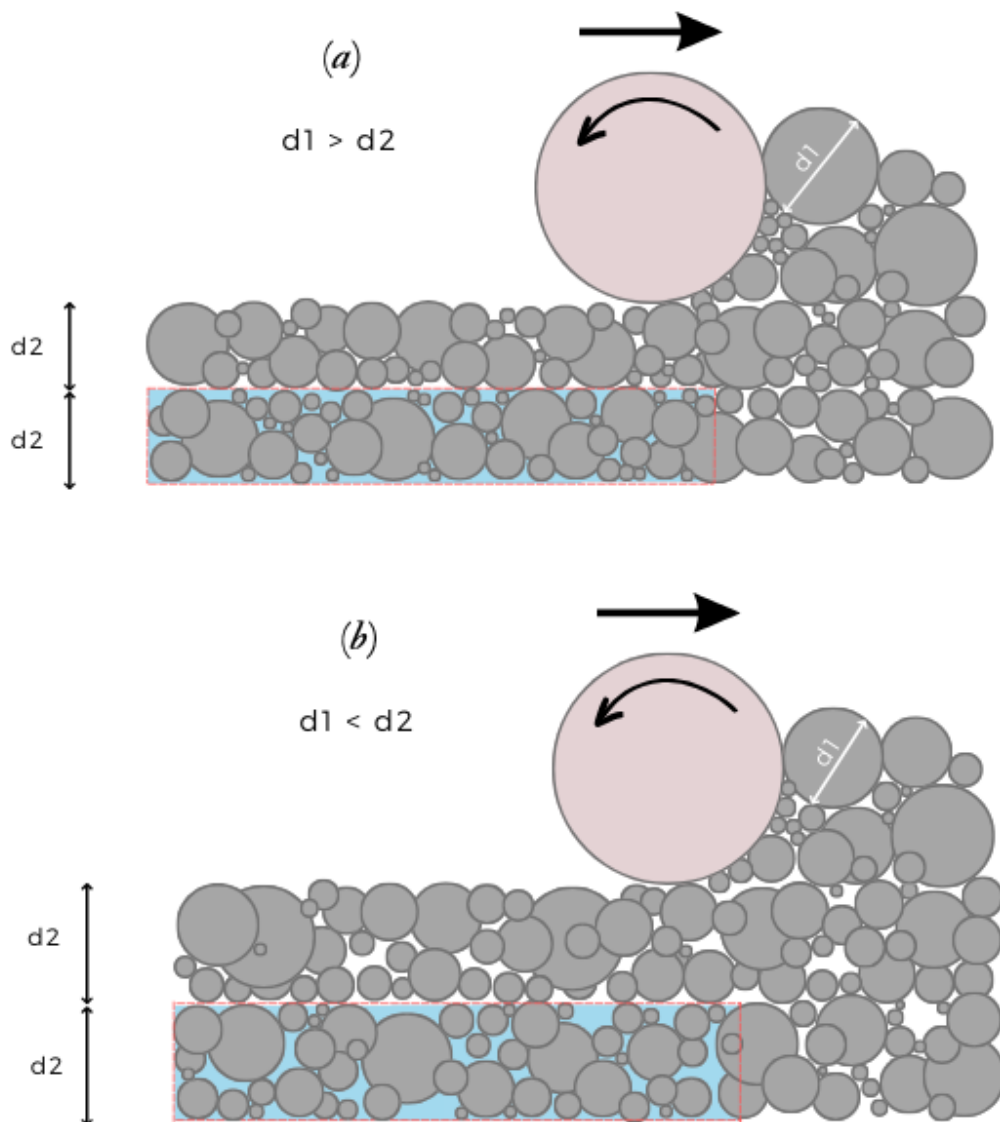
na powierzchni złoza proszkowego. Te niepożądane zjawiska można ograniczyć poprzez zmniejszenie ilości dozowanego proszku, który kumuluje się przed rolką obrotową [67].

### ***Grubość warstwy***

Spśród kluczowych zmiennych jednym z dominujących czynników wpływających na jakość wydruków jest grubość warstwy. Określana jest jako wysokość złoza proszku wzdłuż osi Z. Zwykle wartość ta powinna mieścić się w zakresie od 15  $\mu\text{m}$  do 300  $\mu\text{m}$  i jest uzależniona od pożądanej rozdzielczości i wielkości drukowanego proszku [13]. Większa grubość warstwy spowoduje niższą rozdzielczość drukowanej części. Zmiana grubości warstwy ma bezpośredni wpływ na stopień nasycenia spoiwem, a w efekcie na dokładność wymiarową oraz właściwości mechaniczne części [72]. Wraz ze zmniejszaniem się grubości warstwy spoiwo szybciej przenika do jej dna. Warstwa znajdująca się pod spodem zapobiega jednak ewentualnemu nadmiernemu rozprzestrzenianiu się lepiszcza [73]. Cieńsze warstwy redukują „schodkowe” defekty na płaszczyźnie proszku oraz zwykle poprawiają właściwości mechaniczne druku. Jednakże skutkuje to wydłużeniem czasu produkcji [74]. Części o grubszych warstwach można szybciej wydrukować, jednak wiąże się to ze zwiększoną chropowatością powierzchni oraz niższą gęstością złoza proszkowego [75].

Literatura podaje kilka sposobów na odpowiedni sposób doboru grubości warstwy do drukowanego materiału proszkowego. Zasadniczo grubość warstwy powinna być większa niż maksymalny rozmiar cząstek proszku [76]. W literaturze podaje się, że najczęściej jako grubość warstwy stosuje się 2- [77] lub 3-krotność [78] maksymalnej wielkości cząstek proszku. Pozwala zapewnić to lepszy przepływ proszku oraz poprawić zdolność do jego rozprowadzania [38], [79]. Grubość warstwy ma wpływ na gęstość złoza proszkowego. Porównanie stosowanej grubości warstwy w odniesieniu do maksymalnej wielkości cząstek proszku przedstawiono na Rysunku 5. Zwiększenie grubości warstwy prowadzi do zmniejszenia gęstości złoza proszkowego, gorszej rozdzielczości i niższej tolerancji wymiarowej [13].

W wytwarzaniu przyrostowym rozmiar proszku jest czynnikiem definiującym cechy części. Wielkość cząstek proszku determinuje zarówno minimalną grubość warstwy drukowanego detalu, jak i minimalne wymiary budowanych elementów. Rozkład wielkości cząstek proszku należy uwzględnić jako zmienną wpływającą na zdolność proszków do płynięcia i rozprowadzania w celu utworzenia określonej grubości warstwy. Mniejsze cząstki proszku mogą przyczyniać się do zwiększenia jego upakowania i obniżenia chropowatości drukowanych części. Jednak ich tendencja do aglomeracji może stanowić znaczne ograniczenie dla stosowania w technologiach druku 3D [80].



**Rysunek 5.** Wpływ grubości warstwy na rozdzielczość wymiarową w przypadku, gdy grubość warstwy jest (a) mniejsza lub (b) większa niż wielkość cząstek proszku (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [13])

### **Czas suszenia warstwy**

Po każdorazowej aplikacji spoiwa warstwa proszku poddawana jest działaniu ciepła w celu wstępnego utwardzenia detalu. Czas schnięcia jest uzależniony od stopnia nasycenia spoiwem oraz jego składu, a także od grubości warstwy, zwilżalności proszku lepiszczem oraz właściwości złoża proszkowego, takich jak gęstość upakowania, pole powierzchni, czy przewodność cieplna. Moc suszenia odgrywa ważną rolę, gdyż kontroluje czas schnięcia spoiwa oraz monitoruje odkształcenie, dokładność wymiarową i wykończenie drukowanych części [81], [82]. Zwykle niska moc skutkuje niedostatecznym wysuszeniem ciekłego spoiwa powodując defekty podczas procesu drukowania, obniżeniem dokładności wymiarowej oraz wykończenia powierzchni. Wysoka temperatura bardzo szybko wysusza warstwę i prowadzi do większych odkształceń oraz skurczu części. Zatem w przypadku zastosowania wyższego nasycenia spoiwem dla proszków



o większej powierzchni właściwej należy zastosować dłuższe czasy suszenia. Gdy zaaplikowane spoiwo jest odpowiednio wysuszone, warstwy znajdujące się poniżej ograniczają pionową penetrację spoiwa. Prowadzi to do lepszego nasycenia nowo wydrukowanej warstwy oraz powoduje lepszą dokładność wymiarową oraz wytrzymałość. Zaś gdy czas schnięcia warstwy jest zbyt krótki, penetracja lepiszcza w kierunku pionowym jest większa niż grubość drukowanej warstwy. Wiąże się to z niewysuszonym spoiwem, licznymi niedokładnościami wymiarowymi oraz zmniejszoną wytrzymałością części. Nadmierne suszenie w trakcie procesu powoduje zmniejszone wiązanie międzywarstwowe części. Wynika to ze zredukowanej ilości lepiszcza pozostałego na osuszonej powierzchni, na którą nakładana jest nowa warstwa proszku. Mimo iż wydłużony czas suszenia może ułatwiać równomierne ogrzewanie proszku, może również drastycznie wydłużyć czas przetwarzania i zmniejszyć produktywność [13], [83].

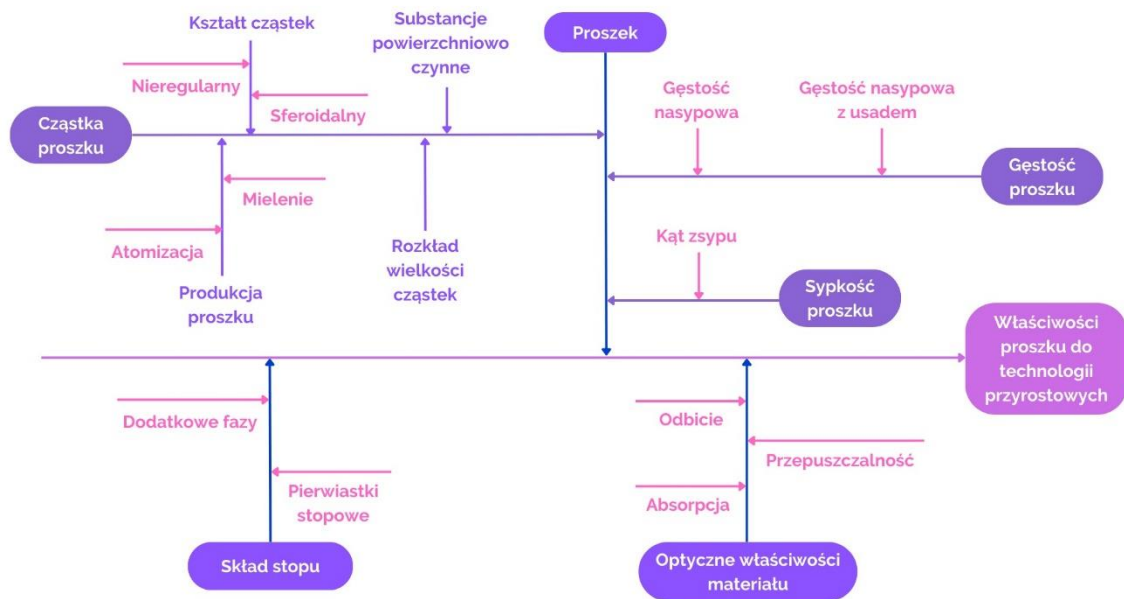
### ***Orientacja druku***

W procesie druku 3D można zdefiniować dwa pojęcia związane z orientacją druku. Pierwsze dotyczy orientacji układania warstw, a drugie orientacji budowania części [84]. Orientacja ułożenia warstw to orientacja drukowanej części względem kierunku ułożenia proszku przez rolkę (oś Z). Wartość porowatości w zależności od orientacji ułożenia od 0° do 90° może się różnić [85]. Ponadto próbki o różnej orientacji ułożonych warstw mogą wykazywać także istotne różnice we właściwościach mechanicznych oraz topografii powierzchni [86]. Dodatkowo wykazano, że orientacja konstrukcyjna ma istotny wpływ na właściwości wytwarzanych części [13], [86]–[89].

### ***1.2.3. Wpływ morfologii i rozkładu wielkości cząstek proszku na przebieg procesu drukowania oraz na finalne właściwości wytworzonych materiałów***

Właściwości materiału proszkowego takie jak morfologia powierzchni cząstek, ich zakres wielkości oraz średni rozmiar mają znaczący wpływ na parametry przetwarzania nie tylko w ramach konwencjonalnych technik produkcyjnych, ale także w technologiach wytwarzania przyrostowego. Cechy proszku wpływają na jakość drukowanych części oraz ekonomiczny aspekt samego procesu [13], [90]. Niewystarczające zrozumienie wymagań dotyczących techniki druku oraz mechaniki proszku może skutkować niepożądanymi właściwościami części oraz wiązać się z wysokimi kosztami. Poznanie wymagań jakie stawia technika Binder Jetting w kwestii stosowanych do druku materiałów pozwala na poprawę jakości oraz zwiększenie wydajności procesu [12], [13].

Pełna charakterystyka proszku stosowanego w technologiach przyrostowych jest ważna w aspekcie cech takich jak morfologia, wielkość, powierzchnia, masa, skład chemiczny i gęstość (Rysunek 6). Właściwości proszku mają znaczący wpływ na jakość nanoszonej warstwy, a w konsekwencji na jakość drukowanego elementu. Rozkład wielkości cząstek i morfologia proszku determinują jego sypkość i gęstość upakowania, co w następstwie determinuje przetwarzalność proszku [91].



**Rysunek 6.** Diagram Ishikawy obrazujący parametry wpływające na właściwości proszków (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [92])

Powszechnie wiadomo, że morfologia cząstek proszku jest podstawowym czynnikiem, który wpływa na gęstość złoża proszkowego. W procesach wytwarzania przyrostowego preferowanym kształtem proszku są cząstki o morfologii sferycznej, gdyż poprawiają sypkość i osadzanie proszku oraz sprzyjają wyższej gęstości upakowania [93]. Nieregularne proszki zwykle powodują gorsze upakowanie złoża proszkowego, gdyż kontakt pomiędzy poszczególnymi cząstkami jest mniejszy niż w przypadku proszków o kształcie sferoidalnym o tej samej wielkości. Cząstki o nieregularnym kształcie wykazują niższą sypkość wynikającą z większej adhezji międzycząsteczkowej spowodowanej mechanicznym blokowaniem cząstek [94]. Rozwinięty kształt proszku może powodować powstawanie porów pomiędzy cząstkami [95]. Ze względu na odpowiednią sypkość oraz łatwość rozprowadzania w technologiach addytywnych najczęściej wykorzystywane są proszki o kształcie sferoidalnym [12]. Także Haeri i in. [96] w swojej pracy wykazali, że cząstki proszku o sferycznym kształcie pozwalają w porównaniu z cząstkami niesferycznymi uzyskać większą gęstość złoża proszkowego. Natomiast wraz ze wzrostem współczynnika wydłużenia nastąpił wzrost chropowatości powierzchni złoża proszkowego. Jednakże należy zwrócić uwagę na fakt, że odpowiednio rozmieszczone cząstki proszku o kształcie elipsoidalnym i współczynniku kształtu wynoszącym 1,5 mogą osiągać wyższą gęstość złoża proszkowego niż cząstki o kształcie sferoidalnym [67].

W procesie Binder Jetting jednym z głównych parametrów proszku, który ma istotny wpływ na gęstość złoża proszkowego, jest stopień upakowania. W przypadku proszków o kształcie sferycznym oraz jednolitym rozmiarze cząstek teoretyczna gęstość upakowania stanowi około 60% gęstości rzeczywistej [97]. Idealny materiał proszkowy powinien sypać się równomiernie przy znikomej sile pomiędzy cząstkami. Siły międzycząsteczkowe mogą różnić się w zależności od rozmiaru, kształtu, składu i wilgotności proszku. Wyższe siły międzycząsteczkowe w drobnych proszkach negatywnie wpływają na gęstość upakowania proszku. Niższa gęstość upakowania obniża właściwości drukowanych części [98]. Zazwyczaj proszki o średnicy





większej niż 50  $\mu\text{m}$  mają zdolność do przesypania się przy małej sile ścinającej. Zaś dla mniejszych proszków zachowanie swobodnego przepływu słabnie z powodu sił działających pomiędzy cząstkami [99]. Sypkość proszku można określić ilościowo za pomocą szeregu pomiarów takich jak statyczny kąt spoczynku, przepływ przez otwór, spójność proszku, czy współczynnik Hausnera (określany jako stosunek gęstości nasypowej do gęstości pozornej) [100], [101]. Na zmianę sypkości proszku może wpływać jego utlenienie, skłonność do absorpcji wilgoci oraz stopień wysuszenia [102]. Zwykle proszki charakteryzujące się większą gęstością pozorną i mniejszymi współczynnikami Hausnera lepiej się rozprzewadzą po powierzchni stołu roboczego. Dla części wytworzonych z mniejszych cząstek proszku ze względu na ich lepszą gęstość po spiekaniu wzrastają również właściwości części finalnych. Badania przeprowadzone przez Butschera i in. [98] potwierdzają, że zastosowanie do druku proszku o rozmiarze cząstek mieszczącym się w granicach 20–35  $\mu\text{m}$  stanowi doskonały kompromis w zakresie wymaganej sypkości, chropowatości powierzchni złoża proszkowego i gęstości [12].

Kluczowym parametrem wytwarzania przyrostowego, który ilościowo definiuje średnicę proszku jest rozkład wielkości cząstek (PSD). Ma istotny wpływ na sypkość oraz proces spiekania drukowanych części. Parametr ten decyduje o stopniu upakowania proszku, a przez to determinuje również poziom nasycenia spoiwem, jakość wykończenia powierzchni oraz grubość warstwy. Średnia wartość PSD może mieścić się w zakresie od cząstek submikronowych do 150  $\mu\text{m}$ . Szeroki rozkład wielkości cząstek w porównaniu z wąskim zakresem pozwala zapewnić wyższą gęstość upakowania [103]. Zakłada się jednak, że gdy PSD proszku o kształcie sferoidalnym mieści się w zakresie od 16  $\mu\text{m}$  do 63  $\mu\text{m}$  przy średniej wielkości cząstek proszku  $\sim 35 \mu\text{m}$ , to gęstość części po procesie drukowania będzie wynosić około 50%. Drobniejsze cząstki proszku o wielkości poniżej 20  $\mu\text{m}$  ze względu na wyższy stan energetyczny szybciej inicjują spiekanie i prowadzą do lepszego zagęszczenia niż większe cząstki. Zarówno morfologia proszku, jak i rozkład wielkości cząstek mają wpływ na rozkład wielkości porów oraz jednorodność gęstości złoża proszkowego. Mniejsze cząstki mają skłonność do tworzenia w złożu proszkowym makropustek poprzez aglomerację. W konsekwencji może powodować to wydłużenie czasu przenikania spoiwa w głąb złoża proszkowego [13], [104]. Do wytwarzania w procesie Binder Jetting zalecany jest proszek o większych cząstkach ze względu na jego lepszą sypkość oraz mniejszą powierzchnię właściwą. Drobne proszki mogą wykazywać większą tendencję do aglomeracji i mniejszą sypkość ze względu na dużą powierzchnię i większą skłonność do wchłaniania wilgoci. Powodują także wolniejszy przepływ spoiwa przez złożo proszkowe. Jednakże części wytwarzane z mniejszych proszków posiadają wyższą wytrzymałość mechaniczną, co może być spowodowane większą ilością punktów styku proszku oraz większą tendencją cząstek o małym promieniu do przyciągania przepływu spoiwa wykazując większą siłę wiązania w tych punktach [105]. Wraz ze zmniejszaniem się wielkości cząstek proszku następuje zwiększenie powierzchni właściwej proszku oraz ilości małych porów, co skutkuje powstaniem większej siły tarcia pomiędzy sproszkowanymi materiałami a spoiwem, co prowadzi do wydłużenia czasu rozprzewadzenia lepiszcza. Chociaż większe cząstki proszku wykazują lepszą sypkość oraz wyższy stopień upakowania w porównaniu z cząstkami drobnymi, to z produkcyjnego punktu widzenia są niepożądane, ponieważ negatywnie wpływają na chropowatość powierzchni oraz dokładność wymiarową części [13].



Ponadto stosowanie proszku o rozkładzie multimodalnym sprzyja zwiększeniu gęstości złoża proszkowego. W takim przypadku cząstki gruboziarniste gwarantują sypkość proszku, podczas gdy drobne cząstki wypełniają puste przestrzenie pomiędzy dużymi cząstkami, co powoduje wzrost gęstości. Ponadto stosowanie proszków o rozkładzie wielkości cząstek określanym jako bimodalny i powstającym poprzez zmieszanie dwóch różnych rozmiarów cząstek proszku w określonym stosunku objętościowym, zapewnia znacznie wyższe współczynniki upakowania niż w przypadku proszków monodispersyjnych [106]. Proszki bimodalne w porównaniu z proszkami o szerokim rozkładzie wielkości cząstek mogą poprawiać stopień ich upakowania. Współobecność dużych i małych cząstek proszku powoduje powstanie pustych przestrzeni o mniejszych rozmiarach w porównaniu z losowym rozkładem pustych przestrzeni dla proszku o szerokim PSD [107]. Co istotne, należy zoptymalizować stosunek grubego proszku do drobnego, gdyż wraz ze zmianą tych proporcji może zmieniać się również sypkość proszku, która wpływać będzie na właściwości. Zatem zarówno objętość kropli spoiwa, stopień upakowania proszku, jak i rozmiar cząstek będą mieć wpływ na dokładność oraz tolerancję części wytwarzanych w technologii Binder Jetting [13].

#### *1.2.4. Analiza literatury w kontekście wytwarzania przyrostowego w ramach procesu Binder Jetting*

W ostatnich latach technologia Binder Jetting zyskała spore zainteresowanie wielu ośrodków naukowo-badawczych. W związku z tym obserwuje się coroczny wzrost liczby wydawanych i cytowanych publikacji w obrębie tego zagadnienia. Autorzy w ramach swoich badań poruszają przede wszystkim kwestie dotyczące parametrów technologicznych procesu drukowania. Przykładowo Chen i in. [108] podjęli próbę optymalizacji parametrów procesu takich jak grubość warstwy, poziom nasycenia spoiwem, czy prędkość druku w celu zagęszczenia próbek oraz uzyskania wysokiej wytrzymałości na ściskanie części wytwarzanych z drobnego oraz niekompatybilnego z urządzeniem (ze względu na brak sypkości) proszku tlenku aluminium, który poddano obróbce w celu ukształtowania granulatów o lepszej sypkości. Przeprowadzone badania pozwoliły na otrzymanie dla spiekanych próbek wyników gęstości i wytrzymałości na ściskanie zbliżonych do oczekiwanych dla tej technologii, wynoszących odpowiednio 64,2% gęstości teoretycznej oraz 102,2 MPa. Z kolei Yang i in. [109] zwrócili uwagę na zagadnienia dotyczące mechanizmów oddziaływania pomiędzy proszkiem i spoiwem. W tym celu opracowano model obliczeniowy odzwierciedlający interakcję ciec-ciało stałe, aby odwzorować ruch proszku oraz przepływ lepszca. Taki model umożliwił zoptymalizowanie procesu. Autorzy stwierdzili, że wyniki eksperymentalne potwierdziły prawidłowość przeprowadzonej analizy teoretycznej. Inkley i in. [110] do warstwy rozproszanego proszku stali nierdzewnej 316L przed procesem nakładania spoiwa dodawali niewielkie ilości mieszaniny złożonej z wody i glikolu trietylenowego w udziale objętościowym 4:1. Wilgoć częściowo odparowywała, zaś pozostała mieszanina umożliwiła poprawę spójności i wchłaniania spoiwa. Ponadto zabieg taki przyczynił się to do zmniejszenia ilości wyrzucanych podczas druku cząstek proszku oraz wpłynął na obniżenie chropowatości powierzchni wydruków. Zaś Du i in. [111] dokonali oceny wpływu kierunku obrotu rolki względem jej przesuwu na stopień zagęszczenia proszków tlenku cyrkonu. Proces druku przeprowadzono z zastosowaniem współbieżnej rolki obrotowej. Oceniono jej oddziaływanie na granulowanym proszku tlenku cyrkonu (TZ-3YS-E) suszonym



rozpyłowo bądź przygotowanym przez wolne/szybkie zamrażanie i liofilizację. Skuteczne zagęszczenie przy zastosowaniu rolki współbieżnej uzyskano dla proszków utworzonych przez zamrażanie i liofilizację. Jednakże nadmierne zagęszczenie próbek skutkowało powstaniem defektów w postaci zniekształceń, rozwarstwień lub pęknięć. Mimo, iż drukowane części uzyskały podobną gęstość to próbki wytwarzane z proszku suszonego rozpyłowo wykazywały obecność pęknięć międzykrystalicznych, natomiast próbki z proszku przygotowanego przez zamrażanie oraz liofilizację posiadały pęknięcia transkrystaliczne.

Wśród materiałów wykorzystywanych w procesie Binder Jetting największą popularność zyskały metale. Standardowo stosowanym materiałem w tej technologii jest stal nierdzewna 316L. Przykładowo Tillmann i in. [112] w ramach swoich badań na wydrukowanym w technologii Binder Jetting porowatym podłożu ze stali 316L skutecznie rozpylali powłoki z węgla diamentopodobnego (DLC). Wykazano, że w porównaniu z konwencjonalnymi metodami produkcji, połączenie wytwarzania addytywnego z metodą powlekania DLC stanowi konkurencyjne podejście do wytwarzania komponentów o skomplikowanych kształtach oraz o ulepszonych właściwościach powierzchni. Enrique i in. [113] zaproponowali modyfikację powierzchni poprzez osadzanie elektroiskrowe. Na wytwarzany w technologii Binder Jetting stop Inconel 625 nanoszono powłokę aluminiową. Aluminium sprawdziło się jako materiał do infiltracji. Oprócz metali innym często stosowanym w tej technologii materiałem jest ceramika, a w szczególności tlenek aluminium. W pracy współautorskiej Kwiatkowskiego i in. [114] przeprowadzono badania mające na celu porównanie właściwości pięciu gatunków  $Al_2O_3$ . Następnie dokonano oceny możliwości zastosowania tych wariantów proszków do przetwarzania w technologii Binder Jetting. Dobór odpowiedniego materiału pod względem właściwości technologicznych i dobrej spiekalności pozwala na ograniczenie liczby procesów druku 3D i czyni go bardziej ekonomicznym. Przykładowo Kwon i in. [115] zaprezentowali optymalny proces wytwarzania porowatej ceramiki poprzez zastosowanie metody Binder Jetting do produkcji filtrów z proszków nieorganicznych. Coraz częściej pojawiają się także doniesienia literaturowe na temat wykorzystania technologii Binder Jetting do druku materiałów na bazie cementu do zastosowań w budownictwie. Sporym wyzwaniem związanym z tym rodzajem wytwarzania przyrostowego jest uzyskanie części o zakładanej geometrii przy jednocześnie odpowiedniej wytrzymałości mechanicznej bez konieczności stosowania etapów nieodłącznych dla metod konwencjonalnych obejmujących mieszanie i odlewanie przygotowanej masy. Takie badania przeprowadzili Ingaglio i in. [35], którzy opracowali nowatorską formułę spoiwa na bazie wody kompatybilną ze składem chemicznym betonu. Jako proszek zastosowano mieszanę złożoną z cementu i drobnego kruszywa. Rezultaty wykazały, że cement z dodatkiem kruszywa drukowany metodą Binder Jetting zapewnia możliwość szybkiej produkcji części o wysokiej wytrzymałości i dobrym odwzorowaniu szczegółowości obiektu. Elsayed i in. [116] zastosowali technologię Binder Jetting do wytwarzania materiałów geopolimerowych z wykorzystaniem reaktywnego składnika proszkowego w postaci metakaolinu lub metakaolinu z cementem aktywowanego silnie alkalicznym roztworem.

Technologia Binder Jetting stanowi doskonałą perspektywę dla wielu zastosowań przemysłowych. Chiang i in. [117] wskazali możliwość produkcji wielofunkcyjnych stopów konstrukcyjnych łączących szereg funkcjonalności poprzez wykorzystanie potencjału jaki oferuje proces Binder Jetting. Autorzy zastosowali modyfikowane spoiwo zawierające nanocząstki węgla



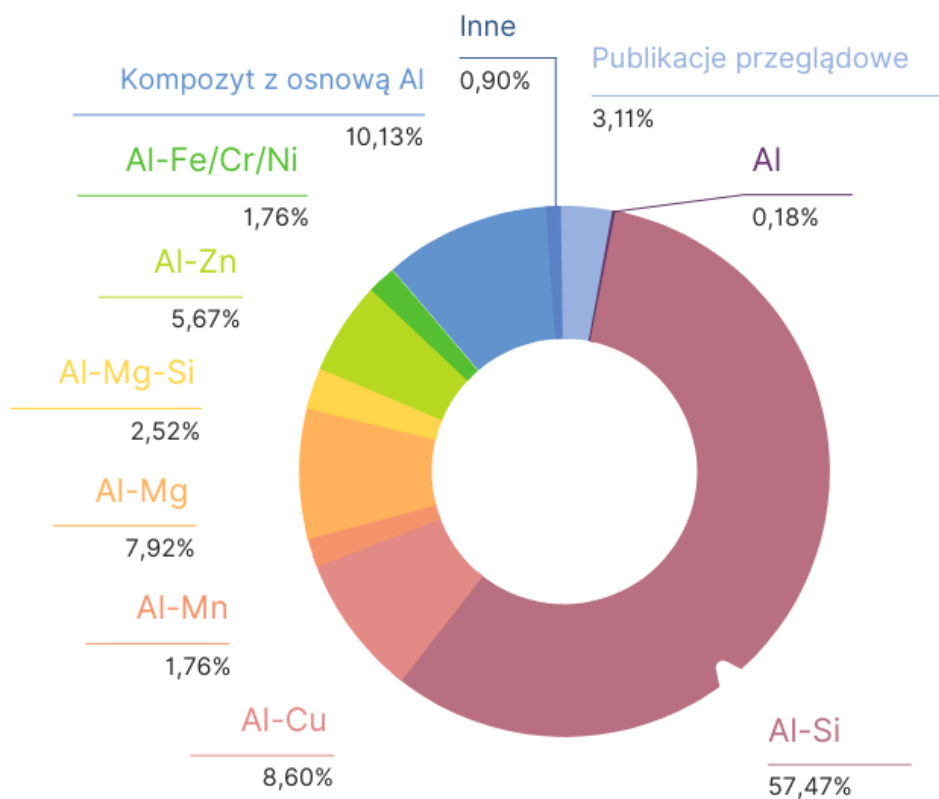
w celu wytworzenia części ze stali niskostopowej z obszarami bogatymi w węgiel. Ilość osadzanego węgla kontrolowano poprzez zmianę poziomu nasycenia. Opracowano proces spiekania pozwalający na zwiększenie zagęszczenia przy ograniczeniu dyfuzji powierzchniowej węgla. Przykładowo Wang i in. [118] opracowali proces drukowania form piaskowych w technologii Binder Jetting z zastosowaniem nieorganicznego spoiwa zawierającego mieszaninę spoiwa rozpuszczalnikowego na bazie wody z proszkiem krzemianu sodu w udziale 10% mas. Wykazano, że odlew uzyskany z wykonanej formy piaskowej charakteryzuje się lepszą jakością powierzchni oraz mniejszą liczbą pęcherzy w porównaniu z formami produkowanymi za pomocą metod konwencjonalnych. Wielu badaczy w metodzie Binder Jetting zauważa spory potencjał do wytwarzania elementów znajdujących zastosowanie w przemyśle energetycznym. Kelly i in. [119] za cel badań wyznaczyli wykonanie drukowanych sześciennych części o potrójnie okresowych minimalnych powierzchniach (ang. *triply periodic minimal surfaces*, TPMS) i objętości 9 cm<sup>3</sup>. Udowodnili, że możliwe jest drukowanie takich struktur z wykorzystaniem techniki Binder Jetting oraz spiekanie umożliwiające redukcję zniekształceń i pęknięć. Wykazali, że technologia ta stanowi potencjał do wytwarzania wymienników ciepła. Spore zainteresowanie technologia Binder Jetting zyskała także jako metoda możliwa do zastosowania w medycynie. Przykładowo technika ta może zrewolucjonizować sposób w jaki produkowane są leki poprzez projektowanie innowacyjnych właściwości produktów farmaceutycznych. Kreft i in. [120] podjęli próbę zoptymalizowania właściwości mechanicznych tabletek poprzez analizę procesu drukowania oraz badania składu lepszycza. Opracowany został modelowy preparat zawierający lek, który posłużył jako podstawa do optymalizacji. Nasycenie oraz grubość warstwy miały decydujący wpływ na właściwości tabletek. Sam skład spoiwa nie wywarł takiego wpływu na wytrzymałość mechaniczną produktów jak zastosowane parametry druku. Natomiast Wang i in. [121] zbadali czynniki wpływające na proces wytwarzania produktów zawierających leki. Analizowano udział wagowy spoiwa w proszku oraz parametry procesu drukowania. W oparciu o docelowy profil jakości produkowanej tabletki określono krytyczne cechy wyrobu takie jak wytrzymałość na rozciąganie, kruchość i czas rozpadu. Stwierdzono, że zawartość spoiwa jest istotnym czynnikiem decydującym o integralności elementów drukowanych.

### 1.3. Aluminium i jego stopy jako materiał stosowany w metodach druku 3D

Aluminium to jeden z najbardziej rozpowszechnionych pierwiastków chemicznych na świecie. Obecnie produkowane jest około 100 milionów ton Al rocznie [122]. Jest to materiał, który doskonale spełnia wymagania związane z kwestią zrównoważonego rozwoju [123]. Ze względu na swoją niską gęstość (2,7 g/cm<sup>3</sup>) przyczynia się do zmniejszenia energochłonności produktów i procesów poprzez zastosowanie w transporcie lekkim, czy budownictwie. Doskonale sprawdza się także w przewodnictwie elektrycznym poprzez niską rezystancję i niewielką masę. Osiąga 64% przewodności czystej miedzi przy około trzykrotnie niższej masie [124]. Aluminium należy również do materiałów, które w nieskończoność można poddawać recyklingowi. Aktualnie około 75% Al wyprodukowanego w ciągu historii, obejmującego prawie miliard ton, jest nadal w użyciu [125]. Recykling aluminium może przesunąć bilans węglowy i energetyczny w stronę większej trwałości [126]. Al oraz jego stopy, poprzez swoje wyjątkowe właściwości, takie jak niska gęstość, wysoka wytrzymałość właściwa oraz przewodność cieplna i doskonałe właściwości antykorozyjne, zyskują zainteresowanie wielu branż [127], [128]. Wśród nich

znalazł się przemysł lotniczy [129], wojskowy [130], motoryzacyjny [131], kolejowy [132], morski [133], chemiczny [134] oraz elektryczny [135]. Zasadniczo, stopy Al są stosunkowo niedrogie i zapewniają odpowiednie połączenie pomiędzy gęstością i wytrzymałością wyrobów. Alumińowe części wytwarzane w technologiach przyrostowych znajdują zastosowanie tam, gdzie podstawowym wymaganiem jest lekkość i wysoka wydajność materiału, np. w przemyśle lotniczym, czy motoryzacyjnym [136].

Analiza literatury potwierdza, że ilość stopów aluminium, które aktualnie można przetwarzać z wykorzystaniem metod przyrostowych jest ograniczona. Ze względu na różnice w składzie i obecność pierwiastków stopowych nie jest możliwe przetwarzanie wszystkich serii stopów w podobny sposób. Często skutkuje to obecnością w produkowanych częściach licznych defektów w postaci porów, odprysków, nieregularności, czy pęknięć [136]. Analiza danych opartych na publikacjach naukowych indeksowanych w bazach ScienceDirect, Web of Science i Springer pokazuje, że wśród stopów aluminium, seria Al-Si jest najczęściej stosowaną w technologiach przyrostowych i stanowi aż 57,47% wszystkich stopów bądź kompozytów na osnowie Al. 10,13% stanowią kompozyty z osnową alumińową. Następnie w udziałach procentowych w zakresie pomiędzy 8,60% a 1,76% występują stopy Al zawierające odpowiednio miedź, magnez, cynk, magnez-krzem, mangan oraz żelazo/chrom/nikiel. Publikacje dotyczące kwestii zastosowania aluminium o wysokiej czystości do druku 3D stanowią zaledwie 0,18% [137]. Wykaz stopów aluminium stosowanych do przetwarzania z zastosowaniem metod wytwarzania przyrostowego przedstawiono na Rysunku 7.



**Rysunek 7.** Publikacje naukowe oryginalne oraz przeglądowe dotyczące wytwarzania przyrostowego Al i jego stopów (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [137])



Wśród technologii przyrostowych, za pomocą których przetwarzano stopy aluminium, można wyróżnić takie metody jak: Selective Laser Melting (SLM), Laser Powder Bed Fusion (L-PBF), Laser Powder Direct Energy Deposition (LP-DED), Electron Beam Powder Bed Fusion (EB-PBF) [137]. Przykładowo Ashwath i in. [138] w swojej pracy w procesie SLM wytwarzali części ze stopu AlSi10Mg, które w porównaniu do elementów otrzymanych za pomocą tradycyjnego procesu odlewania charakteryzowały się dobrą integralnością mikrostrukturalną i wytrzymałościową, wykazując zwiększoną twardość i wytrzymałość na rozciąganie. Natomiast Hyer i in. [139] prowadzili badania dotyczące wpływu składu stopów z serii Al-Si wytwarzanych metodą L-PBF na podatność na pękanie.

Dostępna literatura zawiera jedynie ograniczone informacje dotyczące zastosowania stopów aluminium do wytwarzania z wykorzystaniem technologii Binder Jetting. Zazwyczaj stopy Al stosowane są w tym przypadku jako materiał do procesu infiltracji, który polega na wypełnianiu porowatej części ciekłym materiałem i prowadzi do uzyskania części o niemal pełnej gęstości [140], [141]. Jednym z przełomowych odkryć była demonstracja procesu drukowania 3D i spiekania modelu bloku silnika wykonanego ze stopu AA6061. Pomysł został zaproponowany i zrealizowany z udziałem firm ExOne i Ford. W wyniku procesu otrzymano części o gęstości na poziomie 99% i właściwościach porównywalnych do tych, które uzyskuje się z wykorzystaniem tradycyjnych metod wytwarzania [142].

W piśmiennictwie nie występują prace na temat stosowania w metodzie Binder Jetting proszków aluminium o czystości powyżej 90%. Głównym ograniczeniem stosowania do druku 3D proszku Al o wysokiej czystości jest przede wszystkim jego reaktywność. Standardowo w technologii Binder Jetting wykorzystywane są metale niereaktywne. Dlatego stosowanie proszków reaktywnych wymaga zorientowania szczególnej uwagi na bezpieczeństwo operatora i aparatury [13]. Millogo i in. [143] zbadali eksperymentalnie spalanie aluminium i jego stopów, takich jak: AlSi7Mg0,6, AlSi10Mg i AlMg5. Wyniki pokazały, że proszek Al o czystości powyżej 99% jest bardziej wrażliwy niż jego stopy, ponieważ kinetyka parowania i spalania silnie jest uzależniona od składu chemicznego. Znaczną różnicę zaobserwowano także w przypadku szybkości spalania, która dla czystego aluminium była bardziej gwałtowna. Na ryzyko eksplozji proszku Al ma wpływ także rozmiar cząstek [144]. W miarę zmniejszania się wielkości cząstek zwiększa się ich powierzchnia właściwa oraz powierzchnia kontaktu z utleniaczem. W efekcie prędkość reakcji spalania jest większa przez co wzrasta ryzyko wybuchu. Proszek znajdujący się w chmurze pyłu po podgrzaniu szybko uwalnia łatwopalne substancje lotne, które mieszają się z powietrzem tworząc wybuchową mieszkankę gazową [145], [146]. Z tego względu stosowanie proszków aluminium o wysokiej czystości do procesów wykorzystujących ciepło w celu ich konsolidacji stanowi spore wyzwanie i wiąże się z koniecznością optymalizacji procesu.



#### 1.4. Podsumowanie części literaturowej

Przemysł wytwórczy wspierany pojawieniem się zaawansowanych technologii produkcyjnych przyczynia się do szybkiego rozwoju gospodarki światowej. W ciągu ostatnich lat szczególna uwaga skupia się na technologiach wytwarzania przyrostowego, zwyczajowo określanym mianem druku 3D. Jest to obiecująca metoda produkcji, która pozwala na wytwarzanie elementów o złożonej geometrii [147]. Obecnie komponenty wytwarzane w produkcji addytywnej znajdują zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu.

Zasadniczo wyróżnia się szereg metod opartych na wykorzystaniu metod proszkowych. Wśród nich duże zainteresowanie zyskała technologia Binder Jetting. Jest to proces wytwarzania przyrostowego, w którym płynne spoiwo osadzone jest przez głowicę drukującą na odpowiednio przygotowanym złożu proszkowym. Element budowany jest warstwa po warstwie w celu utworzenia części o wcześniej zaprojektowanej geometrii. Zarówno przebieg wytwarzania obiektu, jak i integralność drukowanej części silnie uzależniona jest od parametrów procesu. Szczególne znaczenie ma tutaj interakcja pomiędzy ciekłym spoiwem a warstwą proszku [65]. Na właściwości drukowanych części niezaprzeczalnie wysoki wpływ ma także prędkość drukowania, grubość stosowanej warstwy oraz obróbka cieplna, która jest etapem niezbędnym, służącym zagęszczeniu obiektu oraz poprawie jego wytrzymałości mechanicznej. Jakość wytwarzanych części silnie uzależniona jest również od cech geometrycznych materiału proszkowego, a dokładnie od wielkości i kształtu cząstek proszku. Standardowo w technologii Binder Jetting najczęściej wykorzystywane są proszki metali, ceramiki i kompozytów.

Ze względu na doskonałą wydajność obróbki oraz wysoką wytrzymałość właściwą stopy aluminium zyskują coraz większe zainteresowanie jako materiał do wielu zaawansowanych zastosowań. Stopy aluminium poprzez swoje właściwości, takie jak wysoka sztywność, odporność na korozję, czy dobra przewodność elektryczna, stały się jednym z najważniejszych materiałów konstrukcyjnych współczesnego przemysłu [148]. Jednakże wytwarzanie addytywne aluminiowych części nadal stanowi spore wyzwanie [149]. Mimo, iż przetwarzanie Al w technologiach przyrostowych odbywa się na znacznie mniejszą skalę w porównaniu ze stałą, czy stopami tytanu, to w ciągu ostatnich 15 lat obserwowana jest ciągła tendencja wzrostowa związana z opracowywaniem nowatorskich procesów wytwarzania i obróbki cieplnej oraz możliwości zastosowań [137].

Jednakże istnieją ograniczone doniesienia literaturowe na temat możliwości skutecznego stosowania proszków aluminium o wysokiej czystości i nieregularnym kształcie do druku w technologii Binder Jetting. Efektywne wytwarzanie aluminiowych części o pożądanym właściwościach wymaga pełnej optymalizacji procesu drukowania. Stanowi to potwierdzenie zasadności działań badawczych podjętych w ramach realizacji niniejszej pracy doktorskiej.



## 2. UZASADNIENIE PODJĘCIA TEMATYKI BADAWCZEJ

Technologia Binder Jetting to innowacyjne podejście do produkcji addytywnej, która posiada potencjał fabrykacji niezwykle precyzyjnych części do zaawansowanych zastosowań. Metoda ta otwiera możliwości rozwoju procesu produkcyjnego poprzez poprawę wydajności przy jednoczesnej redukcji kosztów. Aktualnie ośrodki naukowo-badawcze i wdrożeniowe prowadzą intensywne badania skoncentrowane na określeniu zależności pomiędzy parametrami druku, rodzajem materiału i parametrami obróbki termicznej na finalne właściwości wytworzonych części. Najczęściej jako materiał stosowane są proszki metali lub ich stopów oraz ceramiki.

Przegląd piśmiennictwa światowego wykazał ograniczone informacje na temat zastosowania stopów aluminium do druku z wykorzystaniem metody Binder Jetting. Stopy Al przetwarzane w tej technologii zwykle stosowane są jako materiał do infiltracji, bądź jako materiał bazowy pod nanoszone powłoki. Co więcej, należy podkreślić brak występujących doniesień literaturowych dotyczących wytwarzania w procesie Binder Jetting części z proszku aluminium o wysokiej czystości. Jak potwierdza literatura [137] na dzień 05.06.2023 r. istniała tylko jedna publikacja dotycząca zagadnień związanych z przetwarzaniem aluminium w procesie Binder Jetting, która została przygotowana w oparciu o część badań prowadzonych w ramach niniejszej pracy doktorskiej i obejmowała zagadnienia optymalizacji parametrów procesu Binder Jetting [150]. Aktualnie dostępna jest także druga publikacja [151], która stanowi kontynuację badań realizowanych w ramach niniejszej pracy doktorskiej, dotycząca wpływu rozkładu wielkości cząstek nieregularnego proszku aluminium na właściwości wytwarzanych części.

Brak badań prowadzonych w zakresie wytwarzania części z proszku aluminium o wysokiej czystości może wynikać z technologicznych problemów jego przetwarzania związanych m.in. z jego dużą reaktywnością. Jednakże proszki pokryte są naturalną warstwą tlenku. Taka powłoka pasywacyjna zapewnia silną osłonę przed degradacją pod wpływem tlenu, jednocześnie stanowiąc przeszkodę dla reaktywności. Ze względu na fakt, że w procesie Binder Jetting temperatura złoża proszkowego nie przekracza 200°C, powłoka pasywacyjna z tlenku aluminium nie ulega uszkodzeniu, co pozwala na przetwarzanie aluminium bez ograniczeń. Niska temperatura procesu BJ stanowi również o jej przewadze nad metodami przyrostowymi PBF, w których energia cieplna np. dostarczana przez wiązkę lasera, selektywnie stapia obszary złoża proszkowego. W metodach PFB niemożliwe jest stosowanie materiałów takich jak np. stopy Al z serii 7xxx, z których podczas procesu druku ze składu odparowałby cynk [152].

Dokonana na podstawie przeglądu literatury analiza na temat materiałów stosowanych w technologii Binder Jetting potwierdza zasadność prowadzenia badań podjętych w ramach realizacji tematu niniejszej rozprawy doktorskiej. Do badań realizowanych w zakresie tej pracy wyselekcjonowano wysokiej czystości proszki aluminium o nieregularnym kształcie. Zastosowanie takiej morfologii cząstek służyło nie tylko analizom związanym z aspektami nowości naukowych w technologii addytywnej, ale również miało aspekt utylitarny skoncentrowany na ocenie możliwości redukcji kosztów wydruku detali. Warto podkreślić, że metoda Binder Jetting jako jedna z nielicznych technologii przyrostowych umożliwia stosowanie proszków o nieregularnym kształcie. W rozprawie doktorskiej przeprowadzono ocenę wpływu parametrów drukowania oraz możliwości skutecznego zastosowania nieregularnego proszku m.in. o różnym rozkładzie wielkości cząstek do produkcji części w procesie Binder Jetting.





### 3. TEZA, CEL I ZAKRES PRACY

Na podstawie analizy literatury przeprowadzonej w ramach oceny aktualnego stanu wiedzy sformułowano następującą **tezę naukową pracy**:

*„Zastosowanie odpowiednich parametrów druku obejmujących poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej, grubość warstwy, a także proszku o odpowiednim rozkładzie wielkości cząstek umożliwi wytworzenie detali z nieregularnego proszku aluminium technologią Binder Jetting.”*

**Celem naukowym** pracy było scharakteryzowanie efektów zachodzących podczas procesu spiekania części drukowanych z nieregularnego proszku aluminium z zastosowaniem metody Binder Jetting. Dokonano analizy wpływu parametrów procesu spiekania takich jak poziom stosowanej próżni, szybkości nagrzewania oraz temperatury izotermicznego spiekania na właściwości wytwarzanych elementów. Ponadto scharakteryzowano rozkład termiczny substancji organicznych pochodzących od spoiwa wiążącego cząstki proszku podczas etapu wytwarzania. Oceny tej dokonano w zależności od rozkładu wielkości cząstek wsadowego proszku aluminium oraz rodzaju zastosowanego lepiszcza.

**Celem utylitarnym** pracy była optymalizacja parametrów drukowania oraz weryfikacja możliwości zastosowania nieregularnego proszku aluminium o wysokiej czystości do produkcji części metodą Binder Jetting. Określono wpływ parametrów takich jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej i grubość warstwy na właściwości części wytwarzanych z nieregularnego proszku aluminium. Dokonano także doboru mieszanki proszku aluminium o najkorzystniejszym pod względem przetwarzania rozkładzie wielkości cząstek proszku.

**Zakres pracy** obejmował:

- dobór materiału do badań,
- analizę wpływu rozkładu wielkości cząstek proszku na właściwości wytwarzanych części,
- dobór parametrów technologicznych druku, takich jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej i grubość warstwy,
- dobór i optymalizację parametrów procesów usuwania lepiszcza i spiekania, m.in. szybkości i procedury nagrzewania materiału, temperatury spiekania, rodzaju stosowanej atmosfery ochronnej,
- kompleksową analizę właściwości wytworzonych materiałów z zastosowaniem następujących metod badawczych:
  - badania struktury materiału przy użyciu skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM),
  - mikroanaliza składu chemicznego za pomocą spektrometru z dyspersją energii,
  - ocena składu fazowego za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego (XRD),



- 
- analiza termograwimetryczna,
  - spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera (FT-IR),
  - różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC),
  - pomiar gęstości metodą geometryczną oraz hydrostatyczną,
  - pomiar objętości oraz średnicy porów z zastosowaniem niskotemperaturowej adsorpcji azotu,
  - badanie chropowatości powierzchni,
  - ocena zmian wymiarowych po procesie spiekania,
  - analiza dylatometryczna,
  - badanie wytrzymałości na ściskanie,
  - rentgenowska mikrotomografia komputerowa (micro-CT).



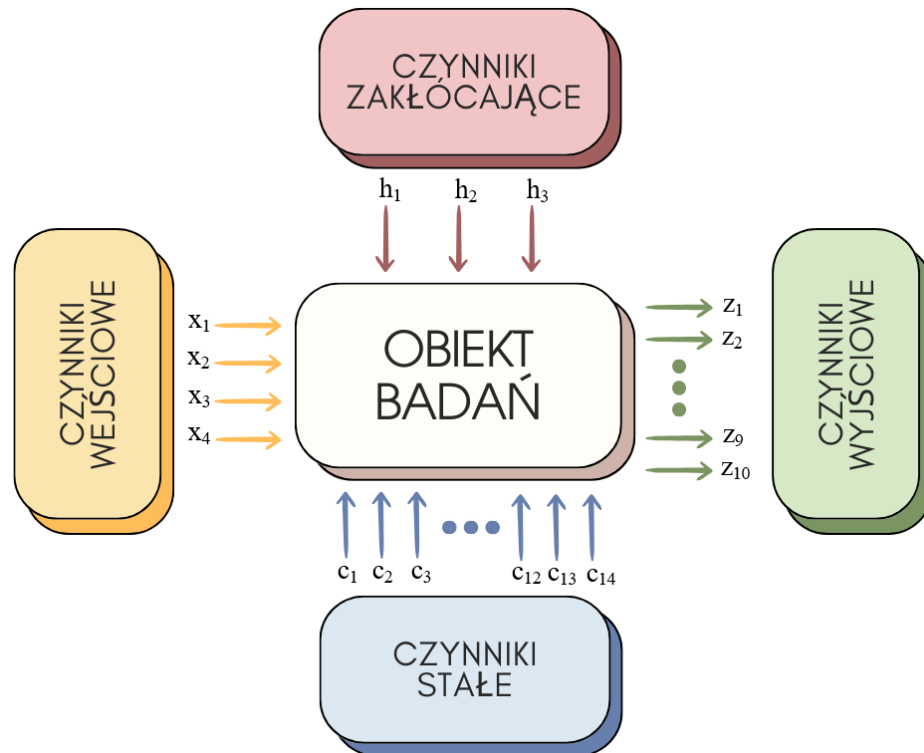
## 4. PLAN BADAŃ

W ramach realizacji tematyki niniejszej rozprawy doktorskiej opracowano plan badań obejmujący trzy zasadnicze etapy.

Na Rysunku 8 przedstawiono schemat uproszczonego obiektu badań dotyczący pierwszego etapu, w ramach którego badano wpływ zarówno parametrów druku takich jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej i grubość warstwy, jak i atmosfery spiekania na właściwości aluminiowych części wytwarzanych z nieregularnego proszku wsadowego z zastosowaniem metody Binder Jetting. Pierwszy etap badań, którego wyniki zaprezentowano i omówiono w rozdziale 7.1., został scharakteryzowany poprzez:

- wielkości wejściowe (czynniki badane):
  - $x_1$  – poziom nasycenia spoiwem (%),
  - $x_2$  – prędkość przesuwu rolki obrotowej (mm/s),
  - $x_3$  – grubość warstwy ( $\mu\text{m}$ ),
  - $x_4$  – atmosfera spiekania,
  
- wielkości wyjściowe (czynniki wynikowe):
  - $z_1$  – zmiany wymiarowe (%),
  - $z_2$  – gęstość ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),
  - $z_3$  – porowatość otwarta (%),
  - $z_4$  – porowatość zamknięta (%),
  - $z_5$  – porowatość całkowita (%),
  - $z_6$  – powierzchnia właściwa ( $\text{m}^2/\text{g}$ ),
  - $z_7$  – objętość właściwa porów ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ),
  - $z_8$  – rozmiar porów (nm),
  - $z_9$  – chropowatość powierzchni ( $\mu\text{m}$ ),
  - $z_{10}$  – wytrzymałość na ściskanie (MPa),
  
- czynniki stałe:
  - $c_1$  – skład proszku,
  - $c_2$  – morfologia cząstek proszku,
  - $c_3$  – rozkład wielkości cząstek proszku,
  - $c_4$  – skład spoiwa,
  - $c_5$  – rodzaj próbek do badań,
  - $c_6$  – metoda wytwarzania próbek (technologia Binder Jetting),
  - $c_7$  – prędkość z jaką porusza się zasobnik podczas nakładania proszku (150 mm/s),
  - $c_8$  – prędkość obrotowa rolki (300 obr./min),
  - $c_9$  – czas wiązania spoiwa (2 s),
  - $c_{10}$  – czas suszenia warstwy (15 s),
  - $c_{11}$  – temperatura stołu roboczego ( $50^\circ\text{C}$ ),
  - $c_{12}$  – warunki wygrzewania wydruków ( $200^\circ\text{C}$  przez 4 godziny),
  - $c_{13}$  – szybkość nagrzewania podczas procesu spiekania ( $1^\circ\text{C}/\text{min}$ ),
  - $c_{14}$  – temperatury wytrzymywania próbek podczas spiekania ( $300^\circ\text{C}$ ,  $450^\circ\text{C}$  i  $620^\circ\text{C}$ ),

- czynniki zakłócające:
  - $h_1$  – niejednorodność partii proszku,
  - $h_2$  – błędy wynikające z prowadzonych pomiarów,
  - $h_3$  – warunki realizacji pomiarów.



*Rysunek 8. Uproszczony schemat obiektu badań w ramach etapu pierwszego obejmującego analizę wpływu parametrów druku na właściwości części wytwarzanych metodą Binder Jetting*

Etap drugi obejmował ocenę wpływu rozkładu wielkości cząstek nieregularnego proszku aluminium na właściwości części wytwarzanych metodą Binder Jetting. W tym celu przygotowano mieszanki proszkowe w udziale masowym frakcji proszku wynoszącym 73:27. Na Rysunku 9 przedstawiono schemat uproszczonego obiektu badań dotyczący drugiego etapu, którego wyniki zaprezentowano i omówiono w rozdziale 7.2. oraz scharakteryzowano poprzez:

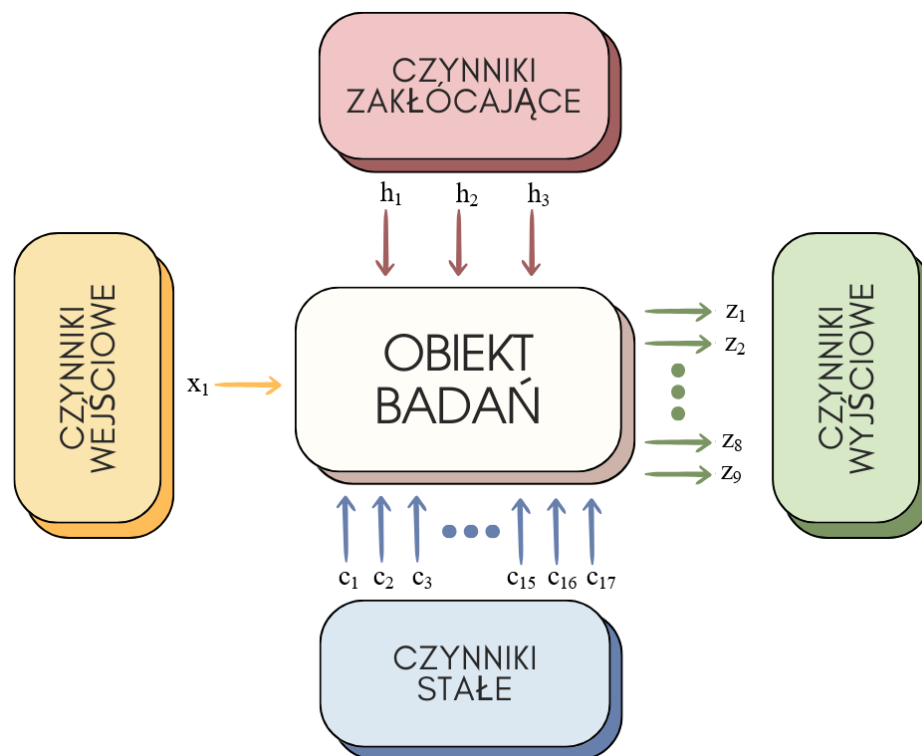
- wielkości wejściowe (czynniki badane):
  - $x_1$  – rozkład wielkości cząstek proszku i/lub średnia wielkość cząstek ( $\mu\text{m}$ ),
- wielkości wyjściowe (czynniki wynikowe):
  - $z_1$  – zmiany wymiarowe (%),
  - $z_2$  – gęstość ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),
  - $z_3$  – porowatość otwarta (%),
  - $z_4$  – porowatość zamknięta (%),
  - $z_5$  – porowatość całkowita (%),
  - $z_6$  – powierzchnia właściwa ( $\text{m}^2/\text{g}$ ),
  - $z_7$  – objętość właściwa porów ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ),
  - $z_8$  – rozmiar porów (nm),
  - $z_9$  – chropowatość powierzchni ( $\mu\text{m}$ ),

➤ czynniki stałe:

- $c_1$  – skład proszku,
- $c_2$  – morfologia cząstek proszku,
- $c_3$  – skład spoiwa,
- $c_4$  – rodzaj próbek do badań,
- $c_5$  – metoda wytwarzania próbek (technologia Binder Jetting),
- $c_6$  – poziom nasycenia spoiwem (80%),
- $c_7$  – prędkość przesuwu rolki obrotowej (10 mm/s),
- $c_8$  – grubość warstwy (120  $\mu\text{m}$ ),
- $c_9$  – prędkość z jaką porusza się zasobnik podczas nakładania proszku (150 mm/s),
- $c_{10}$  – prędkość obrotowa rolki (300 obr./min),
- $c_{11}$  – czas wiązania spoiwa (2 s),
- $c_{12}$  – czas suszenia warstwy (15 s),
- $c_{13}$  – temperatura stołu roboczego (50°C),
- $c_{14}$  – warunki wygrzewania wydruków (200°C przez 4 godziny),
- $c_{15}$  – atmosfera spiekania,
- $c_{16}$  – szybkość nagrzewania podczas procesu spiekania (1°C/min),
- $c_{17}$  – temperatury wytrzymywania podczas spiekania (300°C, 450°C i 620°C),

➤ czynniki zakłócające:

- $h_1$  – niejednorodność partii proszku,
- $h_2$  – błędy wynikające z prowadzonych pomiarów,
- $h_3$  – warunki realizacji pomiarów.

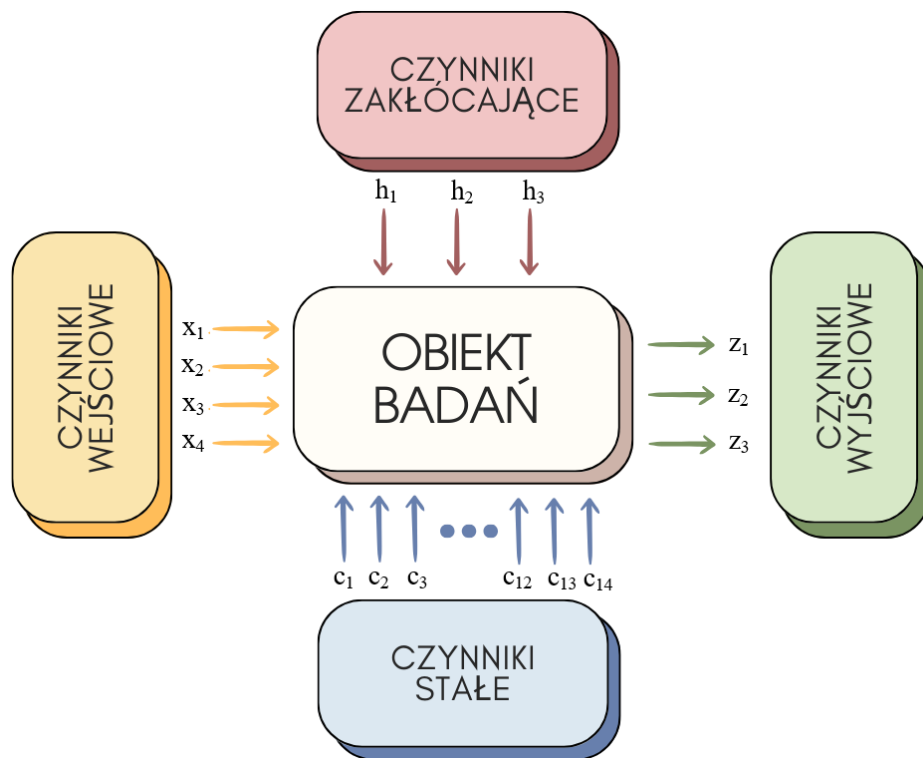


**Rysunek 9.** Uproszczony schemat obiektu badań w ramach etapu drugiego obejmującego analizę wpływu rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na właściwości części wytwarzanych metodą Binder Jetting



Etap trzeci obejmował ocenę wpływu parametrów procesu spiekania części z nieregularnego proszku aluminium wytwarzanych metodą Binder Jetting na ich właściwości końcowe. Na Rysunku 10 przedstawiono uproszczony schemat obiektu badań dla trzeciego etapu, którego wyniki zaprezentowano i omówiono w rozdziale 7.3. oraz opisano poprzez:

- wielkości wejściowe (czynniki badane):
  - $x_1$  – szybkość nagrzewania ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ),
  - $x_2$  – wartość próżni (mbar),
  - $x_3$  – temperatura spiekania ( $^{\circ}\text{C}$ ),
  - $x_4$  – dodatkowy etap wygrzewania przed procesem spiekania,
  
- wielkości wyjściowe (czynniki wynikowe):
  - $z_1$  – obecność wydzielań (%),
  - $z_2$  – obecność nieciągłości (%),
  - $z_3$  – skład chemiczny wydzielań (%),
  
- czynniki stałe:
  - $c_1$  – skład proszku,
  - $c_2$  – morfologia cząstek proszku,
  - $c_3$  – skład spoiwa,
  - $c_4$  – rodzaj próbek do badań,
  - $c_5$  – metoda wytwarzania próbek (technologia Binder Jetting),
  - $c_6$  – poziom nasycenia spoiwem (80%),
  - $c_7$  – prędkość przesuwu rolki obrotowej (10 mm/s),
  - $c_8$  – grubość warstwy (120  $\mu\text{m}$ ),
  - $c_9$  – prędkość z jaką porusza się zasobnik podczas nakładania proszku (150 mm/s),
  - $c_{10}$  – prędkość obrotowa rolki (300 obr./min),
  - $c_{11}$  – czas wiązania spoiwa (2 s),
  - $c_{12}$  – czas suszenia warstwy (15 s),
  - $c_{13}$  – temperatura stołu roboczego ( $50^{\circ}\text{C}$ ),
  - $c_{14}$  – warunki wygrzewania wydruków ( $200^{\circ}\text{C}$  przez 4 godziny),
  
- czynniki zakłócające:
  - $h_1$  – niejednorodność partii proszku,
  - $h_2$  – błędy wynikające z prowadzonych pomiarów,
  - $h_3$  – warunki realizacji pomiarów.



**Rysunek 10.** Uproszczony schemat obiektu badań w ramach etapu trzeciego obejmującego analizę wpływu warunków procesu spiekania na właściwości części wytwarzanych z nieregularnego proszku aluminium metodą Binder Jetting

## 5. CHARAKTERYSTYKA MATERIAŁU

### 5.1. Materiały bazowe

W ramach realizacji niniejszej pracy doktorskiej jako materiał bazowy zastosowano atomizowany w atmosferze gazu obojętnego nieregularny proszek aluminium o czystości 99,7% oraz numerze CAS 7429-90-5, który dostarczony został przez firmę SELKAT (Kraków, Polska).

W badaniach stosowano proszki ALC100 i AL160 charakteryzujące się zróżnicowanym rozkładem wielkości cząstek. Średnia wielkość cząstek proszku ALC100 wynosiła  $\sim 20 \mu\text{m}$ , zaś proszku AL160  $\sim 60 \mu\text{m}$ . Parametry statystyczne  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  i  $D_{90}$  dla materiałów bazowych przedstawiono w Tabeli 2.

*Tabela 2. Rozkład wielkości cząstek bazowych proszków aluminium*

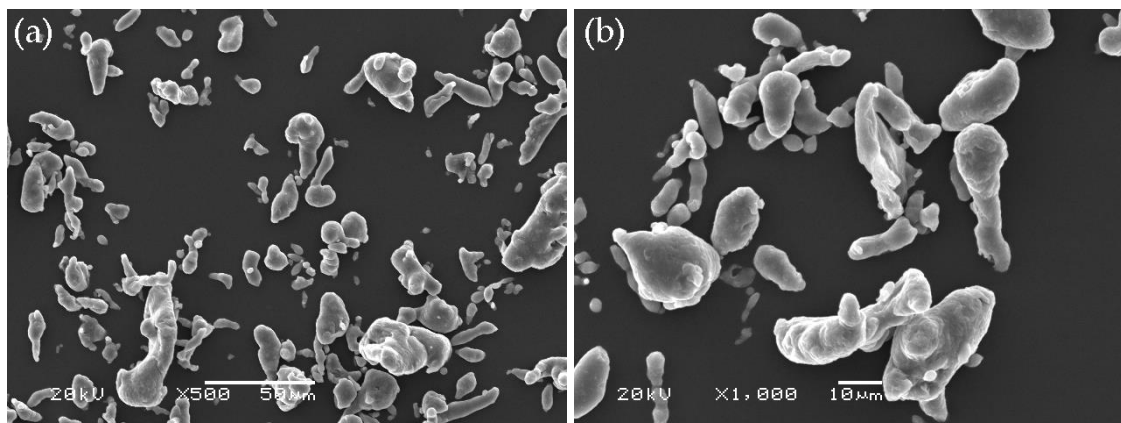
Oznaczenie proszku	$D_{10} (\mu\text{m})$	$D_{50} (\mu\text{m})$	$D_{90} (\mu\text{m})$	Średnia wielkość ( $\mu\text{m}$ )	Rozpiętość
ALC100	$8,10 \pm 0,04$	$20,54 \pm 0,33$	$30,75 \pm 0,18$	$21,59 \pm 0,10$	$1,34 \pm 0,01$
AL160	$23,21 \pm 0,70$	$52,13 \pm 1,46$	$90,11 \pm 3,81$	$59,67 \pm 1,23$	$1,23 \pm 0,01$

Skład chemiczny wyjściowych proszków aluminium przedstawiono w Tabeli 3. Analiza XRF potwierdziła przeważający udział Al w materiale w ilości około 99,7%. Żelazo stanowiło zawartość proszku nieprzekraczającą 0,2%. Występowanie wolframu, chromu, miedzi, cynku, wanadu i galu wykryto w udziałach poniżej 0,05%.

*Tabela 3. Skład chemiczny bazowych proszków aluminium*

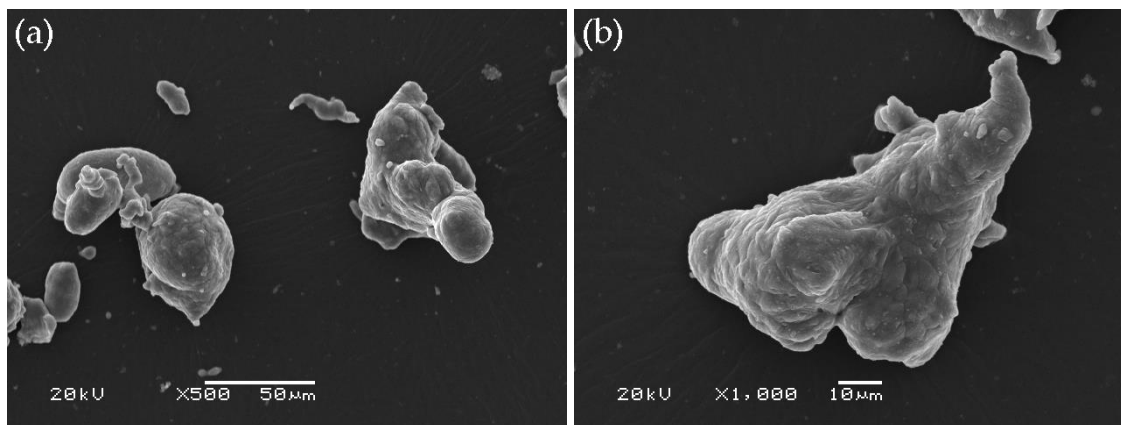
Oznaczenie proszku	Zawartość (%)							
	Al	Fe	W	Cr	Cu	Zn	V	Ga
ALC100	99,70	0,18	0,04	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01
AL160	99,71	0,16	0,04	0,03	0,02	0,02	0,01	0,01

Reprezentatywną morfologię proszków oznaczonych jako ALC100 oraz AL160 zaprezentowano odpowiednio na Rysunku 11 oraz Rysunku 12.



*Rysunek 11. Fotografie SEM cząstek proszku bazowego aluminium o oznaczeniu ALC100 wykonane przy powiększeniu: (a) 500 $\times$ , oraz (b) 1000 $\times$*





**Rysunek 12.** Fotografie SEM cząstek proszku bazowego aluminium o oznaczeniu AL160 wykonane przy powiększeniu: (a) 500×, oraz (b) 1000×

Proszek aluminium zastosowany w ramach badań charakteryzuje nieregularna morfologia oraz brak ostrych krawędzi.

## 5.2. Materiał wiążący

Jako materiał wiążący zastosowano produkt dedykowany do procesu druku 3D proszków metali. Jest nim wodny środek wiążący typu rozpuszczalnikowego (nazwa handlowa: Aqueous Binder, identyfikator: BA005) firmy ExOne (The ExOne Company, North Huntingdon Township, PA, USA). Spoiwo w swoim składzie zawiera lotne związki organiczne, takie jak glikol etylenowy (o numerze CAS 107-21-1) oraz eter monobutyłowy glikolu etylenowego (o numerze CAS 111-76-2) w ilości od 2% do 20% [153]. Fizyczne i chemiczne właściwości wodnego środka wiążącego BA005 przedstawiono w Tabeli 4.

**Tabela 4.** Właściwości wodnego środka wiążącego BA005 [153]

Parametr	Cecha/wartość
Postać	płyn
Kolor	żółty
Zapach	rozpuszczalnikowy
Gęstość	1,098 g/cm <sup>3</sup>
Wartość pH	3,5-5,5
Temperatura zapłonu	nie płonie w temperaturze 100°C
Samozapłon	produkt nie jest samozapalny
Niebezpieczeństwo wybuchu	produkt nie stwarza zagrożenia wybuchem
Prężność par w 20°C	1,2 hPa (1 mm Hg)
Rozpuszczalność w wodzie/Mieszalność z wodą	mieszalny



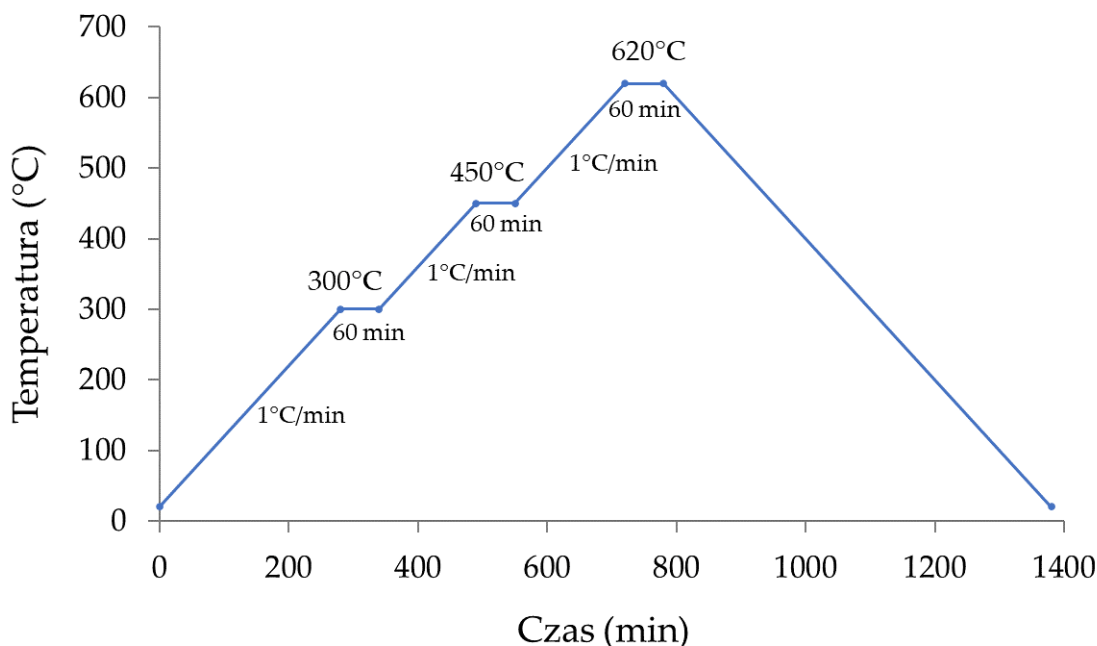
## 6. METODYKA BADAWCZA

### 6.1. Proces wytwarzania części z zastosowaniem technologii Binder Jetting

Aluminiowe części wydrukowano na drukarce 3D do metalu ExOne Innovent+ (The ExOne Company, North Huntingdon Township, PA, Stany Zjednoczone) pracującej w systemie Binder Jetting. Obszar pola roboczego jakim dysponuje ten model drukarki to  $160 \text{ mm} \times 65 \text{ mm} \times 65 \text{ mm}$ . Zasadniczo drukowano próbki sześciennie o wymiarach  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ , zgodnie z zaprojektowanym trójwymiarowym modelem CAD. Części drukowano warstwa po warstwie na płaszczyźnie XY, wzdłuż kierunku Z (wysokości budowanej próbki). W jednym cyklu drukowania warstwa proszku наносzona jest wzdłuż osi X. Po równomiernym rozproszczeniu warstwy za pomocą specjalnej rolki obrotowej spoiwo jest selektywnie osadzane przez głowicę drukującą wzdłuż kierunku Y. Tak zaaplikowane lepiszcze podgrzewane jest do temperatury około  $50^\circ\text{C}$  w celu jego osuszenia, aby nie uległo rozmazaniu na niezadrukowanym obszarze proszku. Następnie stół roboczy obniża się o zadaną grubość warstwy i cały cykl jest powtarzany aż do zakończenia drukowania obiektu [154]. W celu wytworzenia części zastosowano stałe parametry takie jak: prędkość z jaką porusza się zasobnik podczas nakładania proszku –  $150 \text{ mm/s}$ , prędkość obrotowa rolki –  $300 \text{ obr./min}$ , czas wiązania spoiwa –  $2 \text{ s}$ , czas suszenia warstwy –  $15 \text{ s}$ , temperatura stołu roboczego –  $50^\circ\text{C}$ . Szczegółowy dobór parametrów kluczowych ze względu na jakość druku, takich jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej oraz grubość warstwy omówiono w rozdziale 7, podrozdział 7.1.2.

Bezpośrednio po procesie drukowania próbki utwardzono termicznie w suszarce (BINDER FD 56, Tuttlingen, Niemcy) w temperaturze  $200^\circ\text{C}$  przez 4 godziny. Etap ten służy usunięciu wody ze składu środka wiążącego oraz wzmocnieniu części w celu łatwiejszego odseparowania wydrukowanych detali od niezwiązanego proszku [154]–[156]. W wyniku tego procesu otrzymano części określane w literaturze jako „brązowe” [157].

Po etapie utwardzania „brązowe” części wykonane w ramach pierwszego i drugiego etapu badań poddawano procesowi spiekania w poziomym piecu rurowym (Nabertherm RHTH 120-600/17, Lilienthal, Niemcy). Próbki spiekano z zastosowaniem atmosfery argonu (Ar) lub wodoru ( $\text{H}_2$ ) przy przepływie gazu na poziomie  $10 \text{ l/godz.}$  oraz w próżni. Zastosowano pompę próżniową olejową CRVpro 6 Welch (Welch by Gardner Denver, Ilmenau, Niemcy) wytwarzającą próżnię na poziomie  $2 \times 10^{-3} \text{ mbar}$ . Profil temperaturowy spiekania (Rysunek 13) obejmował nagrzewanie z szybkością  $1^\circ\text{C/min}$  do temperatury  $300^\circ\text{C}$ , następnie do  $450^\circ\text{C}$  oraz  $620^\circ\text{C}$ . Próbki wytrzymały w danych temperaturach każdorazowo przez 1 godzinę. Następnie części schładzano wraz z piecem do temperatury pokojowej. Profil spiekania dobrano na podstawie wyników analizy termicznej rozkładu środka wiążącego, które omówiono w rozdziale 7, podrozdział 7.1.3.



*Rysunek 13. Profil temperaturowy spiekania próbek drukowanych metodą Binder Jetting*

Części przygotowane w ramach trzeciego etapu badań spiekano w wysokotemperaturowym piecu próżniowym R.D Webb 107 (R. D. Webb Company, Inc., USA). Poziom próżni wynosił  $10^{-6}$  mbar. Stosowano analogiczny jak w etapie drugim profil temperaturowy. Dodatkowo oceniono wpływ temperatury izotermicznego spiekania wynoszący odpowiednio 560°C, 580°C, 600°C lub 620°C na właściwości części. Przeanalizowano także wpływ szybkości nagrzewania, 1°C/min oraz 10°C/min, oraz zastosowania dodatkowego zabiegu godzinowego wygrzewania w temperaturze 450°C przed procesem spiekania na finalne właściwości wyrobu.

## 6.2. Analiza składu chemicznego

Skład chemiczny próbek określono z zastosowaniem spektrometru fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii EDX-7200 (Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, Niemcy). Pomiary wykonano w atmosferze powietrza.

## 6.3. Analiza rozkładu wielkości cząstek

Analizę rozkładu wielkości cząstek proszków bazowych oraz mieszanek proszkowych przeprowadzono metodą dyspergowania na mokro z zastosowaniem laserowego analizatora wielkości cząstek Anton-Paar PSA 1190LD (Anton-Paar, Graz, Austria). Rozkład udziału objętościowego cząstek wyrażono jako  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  i  $D_{90}$ . Dla każdego z proszków wykonano pomiary w trzech powtórzeniach.

## 6.4. Obserwacje mikroskopowe

Morfologię cząstek proszku oraz morfologię powierzchni spiekanych części oceniono za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego JEOL JSM 5510 LV (JEOL, Tokio, Japonia).



Cząstki proszku oraz powierzchnie spiekanych próbek obserwowano pod mikroskopem cyfrowym Keyence z serii VHX-7000 (KEYENCE International, Mechelen, Belgia) oraz LEICA DVM6 (Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Niemcy). Obserwacje powierzchni spiekanych części przeprowadzono na dwóch płaszczyznach: górnej (płaszczyzna XY) oraz bocznej (płaszczyzna YZ). Obszar obserwowany za pomocą mikroskopu optycznego wynosił 2,9 mm × 2,2 mm, zaś z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego 2,5 mm × 1,9 mm.

## 6.5. Rentgenowska analiza strukturalna

Jakościową analizę fazową proszków aluminium oraz wytworzonych spieków przeprowadzono z zastosowaniem metody dyfrakcji rentgenowskiej (XRD). Obrazy dyfrakcyjne rejestrowano na aparacie Aeris (Malvern Panalytical, Holandia) stosując promieniowanie  $\text{CuK}\alpha_1$  ( $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$ ). Próbki skanowano w zakresie kątowym od  $30^\circ$  do  $100^\circ$  ( $2\theta$ ) z krokiem pomiarowym  $0,003^\circ$  ( $2\theta$ ) i czasem na krok 340 s. Analizę jakościową oraz ilościową przeprowadzono za pomocą oprogramowania HighScore Plus (wersja: 4.8, Malvern Panalytical B.V., Almelo, Holandia). Skład fazowy określono na podstawie danych zawartych w katalogu PDF-4+ Międzynarodowego Centrum Danych Dyfrakcyjnych (International Centre for Diffraction Data – ICDD, Pensylwania, USA). Ilościową analizę fazową wykonano z zastosowaniem metody Rietvelda.

## 6.6. Niskotemperaturowa adsorpcja azotu

Badania powierzchni właściwej, objętości i wielkości porów wykonano za pomocą analizatora sorpcji fizycznej Quantachrome Autosorb iQ-MP (Anton Paar, Graz, Austria). Proces odgazowywania próbek prowadzono w trzech etapach: (1) nagrzewanie do temperatury  $80^\circ\text{C}$  z szybkością  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  i wygrzewanie przez 30 min; (2) nagrzewanie do temperatury  $120^\circ\text{C}$  z szybkością  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  i wygrzewanie przez 30 min; (3) nagrzewanie do temperatury odgazowania  $350^\circ\text{C}$  z szybkością  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  i wygrzewanie przez 400 min. Powierzchnię właściwą materiałów wyznaczono za pomocą modelu adsorpcji wielowarstwowej z fazy gazowej na powierzchni adsorbentu, z zastosowaniem izotermy Brunauera-Emmetta-Tellera (BET). Objętość i średnicę porów określono metodą BJH (Barretta-Joynera-Halendy). Objętość właściwą porów określono także metodą Dubinina Raduszkiewicza (DR). Wyniki analizowano za pomocą oprogramowania Quantachrome ASiQwin (wersja 5.21).

## 6.7. Analiza termograwimetryczna oraz spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera

Analizę termograwimetryczną (TG/DTG) próbek z lepszem przed procesem wygrzewania, oraz po wygrzewaniu w  $200^\circ\text{C}$  przeprowadzono z wykorzystaniem urządzenia TG 209 F1 Libra® (NETZSCH, Niemcy). Próbki ogrzewano w atmosferze argonu, w zakresie od  $25^\circ\text{C}$  do  $650^\circ\text{C}$  z szybkością nagrzewania  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ . Uzyskane wyniki poddano analizie z wykorzystaniem oprogramowania Proteus®. Analiza TG sprzężona była z zintegrowanym systemem FT-IR (spektroskopia w podczerwieni z transformacją Fouriera), co umożliwiło jakościową identyfikację produktów gazowych uwolnionych z próbki podczas jej nagrzewania. Do identyfikacji widm FT-IR stosowano oprogramowanie OPUS.



## 6.8. Różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC)

Różnicową kalorymetrię skaningową (DSC) zastosowano jako metodę termoporometryczną, analizującą zmianę strumienia ciepła podczas procesów krystalizacji oraz topnienia wody zawartej wewnątrz materiału porowatego, co umożliwia wyznaczenie wielkości porów badanego materiału [158].

Badania prowadzono na urządzeniu DSC 3500 *Sirius* (NETZSCH, Niemcy) w zakresie temperatur od  $-15^{\circ}\text{C}$  do  $25^{\circ}\text{C}$ . Krzywe rozkładu wielkości porów wyznaczono na podstawie krzywych topnienia lodu wypełniającego pory materiału. Bezpośrednio przed analizą próbkę poddano nasycaniu wodą destylowaną w temperaturze pokojowej. Wysuszoną próbkę umieszczano w dedykowanym tyglu aluminiowym. Analizę prowadzono w dwóch etapach. W pierwszym etapie zastosowano chłodzenie w zakresie od temperatury pokojowej ( $22^{\circ}\text{C}$ ) do  $-15^{\circ}\text{C}$ . W ramach drugiego etapu próbkę nagrzewano od temperatury  $-15^{\circ}\text{C}$  do  $25^{\circ}\text{C}$ .

Z krzywej nagrzewania odczytano temperaturę początku przemiany fazowej ( $T_{\text{onset}}$ ), temperaturę, w której szybkość topnienia lodu zawartego w porach była największa ( $T_{\text{max}}$ ) oraz zmianę entalpii przemiany fazowej ( $\Delta H$ ). Promień porów wyznaczono z równania Gibbsa-Thomsona (2), które opisuje zmianę temperatury topnienia lodu w porach w zależności od ich promienia  $R_p$  [159]:

$$R_p = 0,68 - \frac{k_{GT}}{T_m - T_{m0}} \quad (2)$$

gdzie:  $R_p$  – promień porów (nm),  $k_{GT}$  – stała Gibbsa-Thomsona (dla  $\text{H}_2\text{O}$ :  $32,22 \text{ K}\cdot\text{nm}$ ),  $T_m$  i  $T_{m0}$  – temperatura topnienia lodu, odpowiednio w porach i na zewnątrz porów (K).

Krzywe rozkładu objętości porów wyznaczono z krzywej topnienia lodu zgodnie z równaniem (3) [159]:

$$\frac{dV}{dR_p} = \frac{\frac{dq}{dt} \cdot (T_m - T_{m0})^2}{k_{GT} \cdot \rho \cdot \beta \cdot m \cdot \Delta H(T)} \quad (3)$$

gdzie:  $dV/dR_p$  – krzywe rozkładu objętości porów ( $\text{cm}^3/\text{g}\cdot\text{nm}$ ),  $dq/dt$  – przepływ ciepła (mW),  $T_m$  i  $T_{m0}$  – temperatura topnienia lodu, odpowiednio w porach i na zewnątrz porów (K),  $k_{GT}$  – stała Gibbsa-Thomsona (dla  $\text{H}_2\text{O}$ :  $32,22 \text{ K}\cdot\text{nm}$ ),  $\rho$  – gęstość lodu ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),  $\beta$  – szybkość zmian temperatury (K/s),  $m$  – masa próbki (g),  $\Delta H(T)$  – zmiana entalpii topnienia lodu (J/g).

Gęstość zamrożonej w porach wody wyznaczono na podstawie równania (4) [159]:

$$\rho(T) = 0,917 (1,032 - 1,17 \cdot 10^{-4} \cdot T) \quad (4)$$

gdzie:  $\rho(T)$  – gęstość wody zamrożonej w porach ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),  $T$  – temperatura (K).

Zmianę entalpii topnienia wyznaczono z zależności (5) [159]:

$$\Delta H(T) = 332 + 11,39 (T_m - T_{m0}) + 0,155 (T_m - T_{m0})^2 \quad (5)$$

gdzie:  $\Delta H(T)$  – zmiana entalpii topnienia lodu (J/g),  $T_m$  i  $T_{m0}$  – temperatura topnienia lodu, odpowiednio w porach i na zewnątrz porów (K).



## 6.9. Ocena zmian wymiarowych

Części „brązowe” po procesie wygrzewania w temperaturze 200°C oraz następnie po procesie spiekania mierzono za pomocą suwmiarki w celu wyznaczenia zmian wymiarowych w osiach X, Y oraz Z. Nominalne wymiary sześcianów według modelu CAD wynosiły 10 mm × 10 mm × 10 mm. Obliczono zmiany wymiarowe dla części "brązowych" w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu. Następnie wyznaczono zmiany wymiarowe po procesie spiekania próbek w porównaniu do wymiarów po procesie wygrzewania oraz w odniesieniu do wymiarów zaprojektowanego modelu. Skurcz liniowy próbek obliczono zgodnie z równaniem (6):

$$L = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \cdot 100\% \quad (6)$$

gdzie:  $L$  – skurcz liniowy (%),  $l_1$  – pierwotna długość boku (wymiar nominalny lub wymiar po procesie wygrzewania, mm),  $l_2$  – długość boku po obróbce cieplnej (po etapie wygrzewania lub po procesie spiekania, mm).

Wynik wyznaczono na podstawie trzech powtórzeń pomiaru.

## 6.10. Badania gęstości i porowatości

Gęstość geometryczną ( $\rho_g$ ) obliczono jako stosunek masy próbki do jej objętości wyznaczonej z wymiarów w osiach X, Y i Z zgodnie z równaniem (7):

$$\rho_g = \frac{m}{V} \quad (7)$$

gdzie:  $\rho_g$  - gęstość geometryczna ( $g/cm^3$ ),  $m$  - masa próbki (g),  $V$  - objętość próbki ( $cm^3$ ).

Masę określono poprzez ważenie na wadze precyzyjnej PS 1000.X2 (RADWAG Wagi Elektroniczne, Radom, Polska). Objętość próbek sześciennych określono zgodnie z równaniem (8) lub (dla próbek o zmienionej w wyniku procesu drukowania geometrii) na podstawie wzoru na objętość ostrosłupa ściętego zgodnie z równaniem (9):

$$V_s = a \times b \times c \quad (8)$$

gdzie:  $V_s$  – objętość sześcianu ( $cm^3$ ),  $a$ ,  $b$ ,  $c$  - długości poszczególnych boków sześcianu (cm).

$$V_o = \frac{1}{3} h(P_1 + P_2 + \sqrt{P_1 + P_2}) \quad (9)$$

gdzie:  $V_o$  – objętość ostrosłupa ściętego ( $cm^3$ ),  $h$  - wysokość ostrosłupa ściętego (cm),  $P_1$ ,  $P_2$  – pola podstaw ostrosłupa ściętego ( $cm^2$ ).

Gęstość teoretyczną ( $\rho_t$ ) proszku bazowego obliczono zgodnie z równaniem (10):

$$\rho_t = \frac{100}{\left(\frac{P_1}{\rho_1} + \frac{P_2}{\rho_2} + \dots + \frac{P_x}{\rho_x}\right)} \quad (10)$$

gdzie:  $\rho_t$  - gęstość teoretyczna ( $g/cm^3$ ),  $P_x$  - udział masowy poszczególnych pierwiastków,  $\rho_x$  - gęstość teoretyczna poszczególnych pierwiastków ( $g/cm^3$ ).



Gęstość względną określono jako stosunek gęstości pozornej próbki do gęstości teoretycznej ( $\rho_t$ ) materiału ( $2,7 \text{ g/cm}^3$ ) i wyrażono w procentach zgodnie z równaniem (11):

$$\rho_w = \frac{\rho_p}{\rho_t} \cdot 100\% \quad (11)$$

gdzie:  $\rho_w$  - gęstość względna (%),  $\rho_p$  - gęstość pozorna ( $\text{g/cm}^3$ ),  $\rho_t$  - gęstość teoretyczna ( $\text{g/cm}^3$ ).

Gęstość pozorną ciała stałego (stosunek masy do całkowitej objętości wraz z zawartymi w materiale porami [157]) oraz porowatość pozorną spieków wyznaczono metodą ważenia w powietrzu i w wodzie, zgodnie z prawem Archimedesusa, na podstawie normy PN-EN ISO 2738:2001. Wyznaczono masę suchej próbki w powietrzu ( $m_1$ ). Jako medium immersyjne zastosowano wodę o gęstości wynoszącej  $0,99 \text{ g/cm}^3$  (w temperaturze  $20^\circ\text{C}$ ) i zmierzono masę próbki w zanurzeniu ( $m_2$ ). Po osuszeniu spieku z nadmiaru wody zmierzono masę mokrej próbki w powietrzu ( $m_3$ ). Ważenie wykonano na wadze PS 1000.X2 firmy RADWAG z dokładnością do  $0,001 \text{ g}$ , wyposażonej w zestaw do wyznaczania gęstości ciał stałych i cieczy.

Gęstość pozorną ( $\rho_p$ ) obliczono zgodnie z równaniem (12):

$$\rho_p = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot \rho_c \quad (12)$$

gdzie:  $\rho_p$  - gęstość pozorna ( $\text{g/cm}^3$ ),  $m_1$  - masa suchej próbki (g),  $m_2$  - masa próbki zanurzonej w cieczy immersyjnej (g),  $m_3$  - masa próbki nasączonej wodą i ważona w powietrzu (g),  $\rho_c$  - gęstość cieczy ( $\text{g/cm}^3$ ).

Porowatość otwartą ( $P_o$ ) wyznaczono zgodnie z równaniem (13):

$$P_o = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \cdot 100\% \quad (13)$$

gdzie:  $P_o$  - porowatość otwarta (%),  $m_1$  - masa suchej próbki (g),  $m_2$  - masa próbki zanurzonej w cieczy immersyjnej (g),  $m_3$  - masa próbki nasączonej wodą i ważona w powietrzu (g).

Porowatość całkowitą ( $P_c$ ) obliczono zgodnie z równaniem (14):

$$P_c = \frac{\rho_t - \rho_p}{\rho_t} \cdot 100\% \quad (14)$$

gdzie:  $P_c$  - porowatość całkowita (%),  $\rho_t$ ,  $\rho_p$  - odpowiednio gęstość teoretyczna i pozorna ( $\text{g/cm}^3$ ).

Porowatość zamkniętą ( $P_z$ ), która jest różnicą między porowatością całkowitą a porowatością otwartą, obliczono zgodnie z równaniem (15):

$$P_z = P_c - P_o \quad (15)$$

Pomiary gęstości oraz porowatości pozornej wykonano na próbkach "brązowych" po etapie wygrzewania w temperaturze  $200^\circ\text{C}$  oraz na częściach spiekanych. Niemożliwe było przeprowadzenie takich badań na próbkach po procesie drukowania, ale przed procesem wygrzewania. Na tym etapie próbki posiadają jeszcze nieodparowane lepiszcze i otoczone są złożem proszkowym, które zapewnia im stabilność do momentu zakończenia wygrzewania.

Porowatość próbek określono także z zastosowaniem mikroskopu cyfrowego Keyence z serii VHX-7000 (KEYENCE International, Mechelen, Belgia). Wykonano zdjęcia powierzchni przy powiększeniu 500×. Obrazy cyfrowe przekonwertowano na obrazy binarne i wyznaczono procentowy udział porowatości. Na podstawie odczytanych wartości średnic Fereta zgodnie z równaniem (16) obliczono współczynnik kształtu określający stopień wydłużenia [160]:

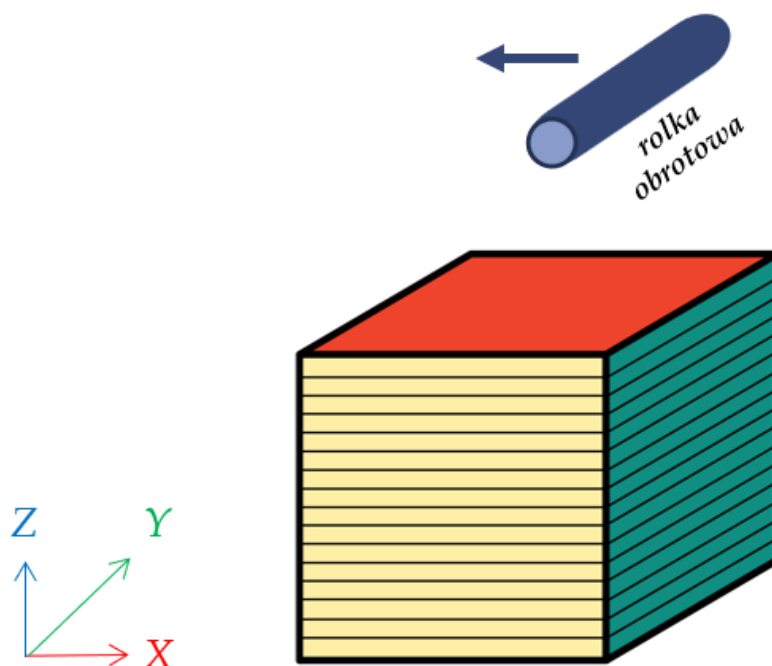
$$f = \frac{a}{b} \quad (16)$$

gdzie:  $f$  – współczynnik kształtu,  $a$  – maksymalna średnica Fereta ( $\mu\text{m}$ ),  $b$  – średnica prostopadła do maksymalnej średnicy Fereta ( $\mu\text{m}$ ).

Wyniki wszystkich pomiarów podano jako średnie wyznaczone z minimum trzech powtórzeń.

### 6.11. Badanie chropowatości powierzchni

Profile chropowatości powierzchni oraz obrazy topograficzne spiekanych próbek otrzymano za pomocą mikroskopu cyfrowego Keyence z serii VHX-7000 (KEYENCE International, Mechelen, Belgia). Zdjęcia topograficzne wykonano na powierzchni 2,98 mm × 2,00 mm. Analiza literatury wykazała, że autorzy innych publikacji, w swoich pracach do wyznaczenia chropowatości przyjmowali zbliżone wymiary powierzchni, przykładowo Koutiri i in. [161] 2,5 mm × 3,0 mm, Thompson i in. [162] 2,9 mm × 2,9 mm oraz Zhu i in. [163] 2,0 mm × 2,0 mm. Pomiary chropowatości wykonano na dwóch prostopadłych do siebie powierzchniach – równoległej do kierunku przesuwu rolki obrotowej (płaszczyzna XY) oraz wzdłuż powierzchni bocznej – w poprzek warstw (płaszczyzna YZ). Schemat drukowanego modelu 3D próbki z uwzględnieniem płaszczyzn, na których przeprowadzono obserwacje mikroskopowe oraz pomiary chropowatości powierzchni przedstawiono na Rysunku 14.



**Rysunek 14.** Schemat modelu drukowanego w technologii Binder Jetting, na którym płaszczyznę XY oznaczono kolorem czerwonym, XZ – żółtym i YZ - zielonym





W celu określenia chropowatości powierzchni zastosowano filtr Gaussa. Długość fali odcięcia  $\lambda_c$  dobrano zgodnie z normą ISO 3274:1996 [164] i wynosiła ona 0,25 mm. Pomiar chropowatości przeprowadzono na powierzchni 1,0 mm  $\times$  1,0 mm. Na każdej analizowanej powierzchni wykonano trzy powtórzenia pomiarów, na podstawie których następnie wyznaczono wartość średnią.

Chropowatość powierzchni określono za pomocą parametrów profilu chropowatości  $R_a$  (średnie arytmetyczne odchylenie profilu,  $\mu\text{m}$ ) i  $R_q$  (średnie kwadratowe odchylenie profilu,  $\mu\text{m}$ ) [165] zgodnie z normą ISO 4287 [166]–[168].

Matematyczna definicja parametrów  $R_a$  i  $R_q$  jest zgodna z równaniami (17) i (18) [169]:

$$R_a = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l |y(x)| dx} \quad (17)$$

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l \{y(x)\}^2 dx} \quad (18)$$

gdzie:  $l$  – długość profilu ( $\mu\text{m}$ ).

Wybrane parametry chropowatości powierzchni służące do określania tekstury powierzchni określa norma ISO 25178. Parametry powierzchni mają znaczną przewagę nad parametrami profilu, ponieważ topografia powierzchni jest trójwymiarowa, podczas gdy parametry profilu określane są jako dwuwymiarowe i nie pozwalają na pełną charakterystykę powierzchni rzeczywistej [163], [170]. Wybrane parametry służące do opisu tekstury powierzchni to  $S_a$  (średnie arytmetyczne odchylenie wysokości nierówności powierzchni od płaszczyzny odniesienia,  $\mu\text{m}$ ),  $S_q$  (średnie kwadratowe odchylenie wysokości nierówności powierzchni od płaszczyzny odniesienia,  $\mu\text{m}$ ),  $S_{ku}$  (kurtoza; współczynnik skupienia rozkładu wysokości topografii powierzchni) oraz  $S_{sk}$  (skośność; współczynnik skośności rozkładu wysokości topografii powierzchni) [165].

Parametry  $S_a$  i  $S_q$  definiuje się zgodnie z równaniami (19) i (20) [171]:

$$S_a = \frac{1}{A} \iint_A |z(x, y)| dx dy \quad (19)$$

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A z^2(x, y) dx dy} \quad (20)$$

gdzie:  $A$  – powierzchnia,  $\mu\text{m}^2$ .

Parametry  $S_{sk}$  i  $S_{ku}$  opisują odpowiednio równania (21) i (22) [172]:

$$S_{sk} = \frac{1}{S_q^3} \left[ \frac{1}{A} \iint_A z^3(x, y) dx dy \right] \quad (21)$$

$$S_{ku} = \frac{1}{S_q^4} \left[ \frac{1}{A} \iint_A z^4(x, y) dx dy \right] \quad (22)$$

gdzie:  $A$  – zdefiniowana powierzchnia,  $\mu\text{m}^2$ .



Parametry  $S_a$  i  $S_q$  to parametry, które najczęściej stosowane są do charakterystyki topografii powierzchni. Parametry  $S_{ku}$  i  $S_{sk}$  zalecane są do charakteryzowania powierzchni wytwarzanych metodami przyrostowymi [163], [167], [170], [171].

## 6.12. Badania dylatometryczne

W celu określenia mechanizmów zachodzących podczas spiekania przeprowadzono badania dylatometryczne na dylatometrze poziomym DIL 402 C (NETZSCH Gerätebau GmbH, Selb, Niemcy). W tym celu wydrukowano próbki o wymiarach 4 mm × 4 mm × 15 mm. Szybkość nagrzewania i chłodzenia próbek wynosiła 5°C/min. Proces spiekania prowadzono w próżni technicznej ( $10^{-2}$  Pa). Spiekanie izotermiczne prowadzono w temperaturze 620°C przez 60 min.

## 6.13. Badania wytrzymałości na ściskanie

Statyczną próbę ściskania przeprowadzono na próbkach o wymiarach 10 mm × 10 mm × 10 mm za pomocą uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej MTS Criterion Model 43 (MTS System Corporation, Eden Prairie, MN, USA) w zakresie obciążeń do 30 kN, z prędkością przesuwu trawersy 10 mm/min. Badania wykonano względem dwóch powierzchni – działając siłą w kierunku równoległym do kierunku drukowania próbki (oś Z, płaszczyzna XY) oraz w kierunku prostopadłym (oś X, płaszczyzna YZ). Wynik określono na podstawie trzech powtórzeń pomiaru.

## 6.14. Rentgenowska mikrotomografia komputerowa (micro-CT)

Pomiary metodą rentgenowskiej mikrotomografii komputerowej przeprowadzono na urządzeniu Nanotom 180S (GE Sensing & Inspection Technologies GmbH, Wunstorf, Niemcy), wyposażonym w lampę rentgenowską nanoogniskową o napięciu maksymalnym 180 kV. Rozdzielczość rekonstruowanych obiektów wynosiła 10 μm. Wyniki XCT w postaci obrazów 2D zaimportowano do oprogramowania ImageJ o otwartym kodzie źródłowym [173]. Przygotowano wizualizacje 3D. Dokonano obliczeń udziału objętościowego wydzieleni oraz nieciągłości powstałych w objętości próbek. Szczegółowe procedury pomiarów oraz sposób analizy danych realizowanych na danym urządzeniu dokładniej omówiono w ogólnodostępnej literaturze [174].

## 7. ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ I DYSKUSJA

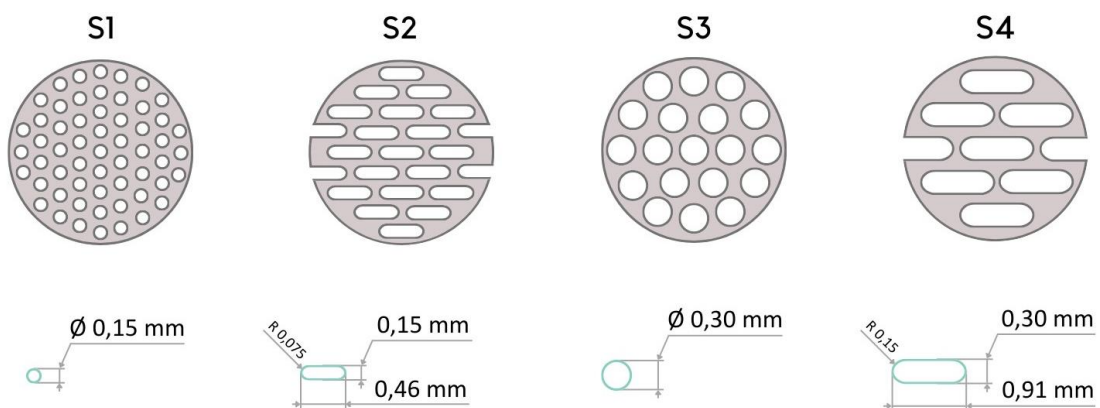
Na proces druku 3D, a w rezultacie na właściwości części wytwarzanych w technologii Binder Jetting, decydujący wpływ mają stosowane parametry technologiczne. Wśród głównych zmiennych wyróżnić można cztery grupy czynników: (1) *właściwości proszku*, takie jak morfologia, rozkład wielkości cząstek, powierzchnia właściwa, sypkość; (2) *spoiwo*, jego interakcja z materiałem proszkowym, lepkość i charakterystyka wypalania; (3) *parametry druku*, takie jak grubość warstwy, poziom nasycenia spoiwem, prędkość drukowania, czas utwardzania spoiwa; oraz (4) *parametry procesu spiekania* m.in. tempo nagrzewania/chłodzenia, rodzaj atmosfery ochronnej, temperatura i czas spiekania [13]. W rozdziale tym przedstawiono rezultaty otrzymane w wyniku optymalizacji wymienionych powyżej czynników w odniesieniu do tematyki wytwarzania części z nieregularnego proszku aluminium metodą Binder Jetting.

### 7.1. Optymalizacja parametrów druku w technologii Binder Jetting

W ramach pierwszego etapu badań dokonano doboru parametrów druku dla nieregularnego proszku aluminium, obejmujących poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej oraz grubość warstwy. Testy wykonano na proszku bazowym ALC100. Dobrano także docelowe warunki oraz atmosferę spiekania.

#### 7.1.1. Dobór rodzaju sita do procesu druku 3D

Podczas procesu druku 3D proszek aplikowany jest na stół roboczy po uprzednim przesianiu przez zamontowane do zasobnika sito. Ilość dozowanego proszku zdeterminowana jest przez natężenie fal ultradźwiękowych, które ułatwiają dystrybucję proszku na stole roboczym. Odpowiednio dobrane sito pozwala na aplikację takiej ilości proszku, która zapewnia całkowite uzupełnienie warstwy dla zadanej grubości i jednocześnie nie powoduje przepełniania zbiornika, w którym gromadzony jest opadający po wyrównaniu za pomocą rolki proszek. Testy przeprowadzono dla czterech rodzajów sit o oczkach okrągłych lub podłużnych (Rysunek 15).



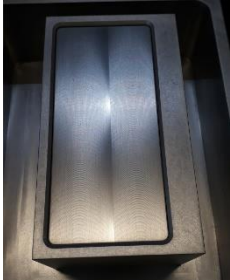
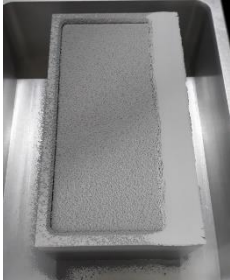
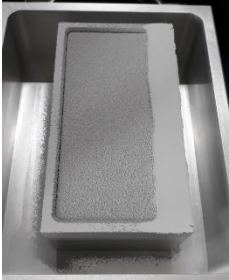
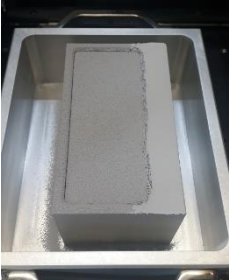
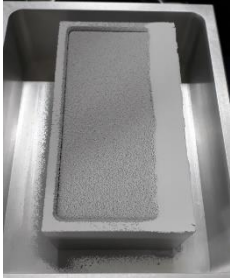
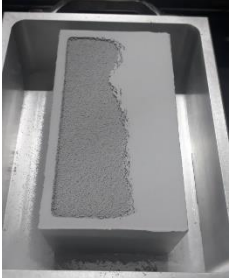




**Rysunek 15.** Zestaw sit zasobnika drukarki Innovent+ o oznaczeniach S1, S2, S3 i S4 (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [175])



Spośród stosowanych w pracy materiałów proszek ALC100 posiadał najmniejszą, zaś AL160 największą średnią wielkość cząstek, zatem zostały one wytypowane do oceny ich zdolności do prawidłowego przesypywania się przez sito. Doświadczenie wykonano z wykorzystaniem dostępnych rodzajów sit, stosując stałe parametry druku takie jak: prędkość przesuwu zasobnika – 150 mm/s, prędkość obrotowa rolki – 300 obr./min, prędkość przesuwu rolki obrotowej – 10 mm/s, grubość warstwy – 50  $\mu\text{m}$  (ALC100) lub 150  $\mu\text{m}$  (AL160), ultradźwięki – w zakresie od 25% do 100%. Każdorazowo najpierw nakładano materiał w ilości powtórzeń wymaganych do dokładnego rozprowadzenia i wyrównania na całej powierzchni stołu roboczego. Na tak przygotowanym podłożu aplikowano kolejną warstwę proszku, a następnie platforma obniżała się o zadaną grubość warstwy, co pozwoliło na weryfikację, czy dozowana jest odpowiednia ilość proszku do wyznaczonej grubości warstwy. Rezultaty prowadzonych testów przedstawiono w Tabelach 5 i 6.

Podczas przesiewania proszku ALC100 (Tabela 5) przez sito o najdrobniejszych oczkach (S1) zastosowano najwyższy możliwy poziom ultradźwięków wynoszący 100%. Jednak po 20-krotnym powtórzeniu procedury proszek nadal nie sypał się przez sito, w związku z czym zaprzestano kolejnych prób. Zastosowanie sita S2 (przy ultradźwiękach wynoszących 100%) ułatwiło proces przesiewania. Jednakże po 70 próbach nadal niemożliwe było pełne wyrównanie materiału na powierzchni platformy. Podczas testów prowadzonych dla sita S3 przy poziomie ultradźwięków 100% powierzchnię wyrównano dopiero po aplikacji 125 warstw. Następnie podczas nakładania proszku wraz z obniżaniem stołu roboczego o zadaną grubość warstwy zaobserwowano, że przy 10 powtórzeniu wystąpiły problemy z wygładzeniem powierzchni złoża proszkowego. W przypadku zastosowania sita S4 przy ultradźwiękach na poziomie 25% proszek dozowany był w niewystarczającej ilości, aby umożliwić pełne wyrównanie powierzchni złoża. Aplikacja odpowiedniej ilości proszku była możliwa po zmianie natężenia ultradźwięków na wartość równą 50%. Wyrównanie powierzchni nastąpiło po rozprowadzeniu 20 warstw. Następnie nałożono 10 warstw z każdorazowym obniżaniem wysokości stołu roboczego. Przy zastosowaniu sita S4 i intensywności fal ultradźwiękowych na poziomie 50% możliwe było kompletne wyrównanie powierzchni złoża proszkowego

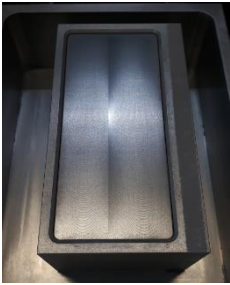




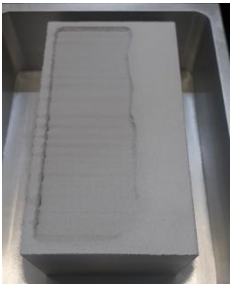
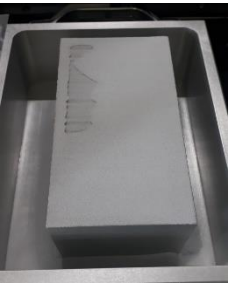




**Tabela 5.** Zestawienie porównawcze ilustrujące wpływ doboru odpowiedniego sita na równomierność rozprowadzania proszku ALC100 na powierzchni stołu roboczego

Symbol sita	Liczba warstw podkładowych służących wyrównaniu powierzchni proszku rozprowadzonego na platformie roboczej (bez jej obniżania)			Liczba warstw nakładanych wraz z obniżaniem platformy
	20	50	70 (dla sita S2) 125 (dla sita S3)	10
S1		Proszek nie przesypuje się, niemożliwe uzyskanie jednorodnej warstwy proszku na platformie roboczej	Proszek nie przesypuje się, niemożliwe uzyskanie jednorodnej warstwy proszku na platformie roboczej	Proszek nie przesypuje się, niemożliwe uzyskanie jednorodnej warstwy proszku na platformie roboczej
S2				Ze względu na nieuzyskanie jednorodnej warstwy podkładowej nawet po 70 (dla sita S2) lub 125 (dla sita S3) powtórzeniach prób nałożenia proszku nie przeprowadzono testu z nakładaniem proszku powiązaniem z obniżaniem platformy
S3				
S4		Jednorodną warstwę proszku na stole roboczym uzyskano już po nałożeniu 20 warstw podkładowych	Jednorodną warstwę proszku na stole roboczym uzyskano już po nałożeniu 20 warstw podkładowych	

Podczas próby przesiewania proszku AL160 (Tabela 6) przez sito S1 przy natężeniu ultradźwięków wynoszącym 100% zaobserwowano, że po aplikacji 20 warstw proszek nie przesypywał się. Zastosowanie sit S2 oraz S3 (przy ultradźwiękach wynoszących 100%) skutkowało uzyskaniem zbliżonych rezultatów. W tym przypadku proszek AL160, ze względu na większą sypkość, łatwiej przesypywał się przez oczka sita niż proszek ALC100. Po aplikacji 60 warstw w pełni udało się wyrównać powierzchnię proszku stanowiącego warstwę podkładową. Jednakże po nałożeniu 5 warstw wraz z obniżaniem stołu roboczego wystąpiły trudności z wypełnieniem przez proszek wysokości stanowiącej grubość warstwy. Zastosowanie sita S4

przy ultradźwiękach na poziomie 25% spowodowało, że proszek dozowany był w odpowiedniej ilości. Wyrównanie powierzchni nastąpiło po nałożeniu 9 warstw. Następnie zaaplikowano 5 warstw każdorazowo obniżając stół roboczy o zadaną wysokość warstwy. Natomiast podniesienie intensywności ultradźwięków do poziomu 50% i wyżej skutkowało aplikacją nadmiernej ilości materiału. Przy zastosowaniu sita S4 i natężeniu ultradźwięków równym 25% nie odnotowano żadnych komplikacji powodujących nierównomierne rozdystrybuowanie proszku AL160 na powierzchni stołu roboczego drukarki.

**Tabela 6.** Zestawienie porównawcze ilustrujące zależność doboru odpowiedniego sita na równomierność rozprowadzania proszku AL160 na powierzchni stołu roboczego

Symbol sita	Liczba warstw podkładowych służących wyrównaniu powierzchni proszku rozprowadzonego na platformie roboczej (bez jej obniżania)			Liczba warstw nakładanych wraz z obniżaniem platformy
	20	50	60	5
S1		Proszek nie przesypuje się, niemożliwe uzyskanie jednorodnej warstwy proszku na platformie roboczej	Proszek nie przesypuje się, niemożliwe uzyskanie jednorodnej warstwy proszku na platformie roboczej	Proszek nie przesypuje się, niemożliwe uzyskanie jednorodnej warstwy proszku na platformie roboczej
S2				
S3				
S4		Jednorodną warstwę proszku na stole roboczym uzyskano już po nałożeniu 20 warstw podkładowych	Jednorodną warstwę proszku na stole roboczym uzyskano już po nałożeniu 20 warstw podkładowych	



Na podstawie wykonanych testów oraz przeprowadzonych obserwacji do druku z wykorzystaniem proszków ALC100 oraz AL160 do dalszych badań wytypowano sito o największym rozmiarze oczek i podłużnym ich kształcie (oznaczenie sita – S4). Zastosowanie tego sita pozwoliło na skuteczne nakładanie materiału oraz uzyskanie pożądanej jakości powierzchni złoza proszkowego na stole roboczym drukarki.

### 7.1.2. Dobór parametrów druku

Doniesienia literaturowe wskazują, że parametry druku stosowane w technologii Binder Jetting, takie jak nasycenie spoiwem, grubość warstwy, prędkość i orientacja druku mają istotny wpływ na gęstość i wytrzymałość wytwarzanych części [13]. Proces optymalizacji parametrów druku dla nieregularnego proszku aluminium przeprowadzono na materiale bazowym ALC100. Wpływ parametrów procesu na jakość druku określono za pomocą zmiennych takich jak:

- (1) *Nasycenie spoiwem (%)*, które dobierane jest w sposób eksperymentalny. Niewłaściwy stopień nasycenia spoiwem może powodować wady powierzchni. Zbyt niski poziom lepizcza może skutkować rozwarstwianiem oraz obecnością pustych przestrzeni. Zbyt wysoki zaś może prowadzić do przywierania dodatkowych cząstek do powierzchni drukowanej, co prowadzi do wyższej chropowatości powierzchni i niedokładności wymiarowych. Ponadto precyzyjne dopasowanie poziomu nasycenia do materiału proszkowego jest kluczowe z ekonomicznego punktu widzenia [13].

W celu analizy wpływu poziomu nasycenia spoiwem na właściwości wytwarzanych części przygotowano 11 wariantów próbek drukowanych przy poziomach nasycenia spoiwem wynoszących odpowiednio: 15%, 25%, 35%, 45%, 55%, 65%, 75%, 80%, 85%, 95% oraz 100%. W literaturze najczęściej stosowane poziomy nasycenia spoiwem drukowanego materiału zawierają się w przedziale od 60-100% [176]–[178]. Podczas oceny oddziaływania zmiennego stopnia nasycenia spoiwem na jakość wytwarzanych części pozostałe parametry technologiczne druku były stałe.

- (2) *Prędkość przesuwu rolki obrotowej (mm/s)* jest to prędkość z jaką obracająca się rolka porusza się po złożu proszkowym w celu wyrównania warstwy proszku [13]. Istotna jest koordynacja tego parametru wraz z pozostałymi, które składają się na ogólną prędkość druku, co umożliwia efektywną produkcję przy zachowaniu wysokiej jakości powierzchni detali.

W ramach niniejszych badań zastosowano stałą prędkość nakładania proszku, która wynosiła 150 mm/s oraz prędkość obrotową rolki – 300 obr./min. Prędkość przesuwu rolki obrotowej dobrano na podstawie analizy literaturowej. Miyanaji i in. [179] zaobserwowali, że spośród czterech badanych prędkości (5 mm/s, 10 mm/s, 80 mm/s i 110 mm/s) najwyższą gęstość części otrzymano przy 110 mm/s oraz 10 mm/s. W związku z tym do badań wytypowano te dwie prędkości oraz wartość pośrednią wynoszącą 50 mm/s. Podczas procesu dotyczącego doboru tego czynnika pozostałe parametry obejmujące poziom nasycenia spoiwem oraz grubość warstwy były stałe.

- (3) *Grubość warstwy ( $\mu\text{m}$ )* to wysokość złoza proszku wzdłuż osi Z nanoszonego równomiernie na powierzchnię stołu roboczego w trakcie jednego cyklu drukowania. W przypadku metody Binder Jetting producent zaleca, aby zawierała się ona w przedziale od 30  $\mu\text{m}$  do 200  $\mu\text{m}$ .



Dobierana wartość grubości warstwy uzależniona jest od rozkładu wielkości cząstek i powinna być większa niż maksymalna wielkość cząstek. W takiej sytuacji wszystkie cząstki proszku niezależnie od wielkości zostaną rozmieszczone w objętości złoża. Jednak gdy grubość warstwy jest mniejsza niż maksymalna wielkość cząstek, prowadzi to do preferencyjnego osadzania drobniejszych cząstek [180].

W ramach niniejszych badań dla proszku ALC100 przeanalizowano trzy warianty grubości warstwy. Zastosowano grubość warstwy wynoszącą 30  $\mu\text{m}$ , zbliżoną z wartością  $D_{90} \approx 30 \mu\text{m}$  uzyskaną z pomiarów wielkości cząstek proszku. Ponadto wielu autorów sugeruje również dobór grubości warstwy druku stanowiącej dwukrotność [154], [181] lub trzykrotność [157], [182] wielkości cząstek proszku. W związku z tym do badań zastosowano również grubość warstwy wnoszącą 60  $\mu\text{m}$  oraz 90  $\mu\text{m}$ .

Zestawienie wszystkich wytworzonych wariantów próbek z proszku ALC100 wykonanych w ramach pierwszego etapu badań zaprezentowano w Tabeli 7.

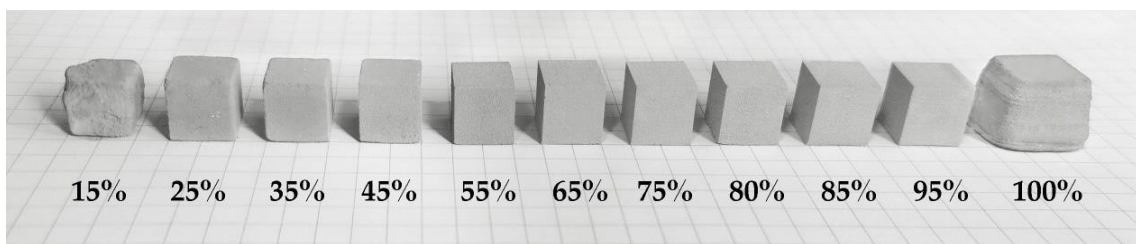
*Tabela 7. Wykaz parametrów druku z proszku ALC100, według których wytwarzano kolejne warianty próbek*

Zmienny parametr	Poziom nasycenia spoiwem (%)	Prędkość przesuwu rolki obrotowej (mm/s)	Grubość warstwy ( $\mu\text{m}$ )
Poziom nasycenia spoiwem	15	10	60
	25	10	60
	35	10	60
	45	10	60
	55	10	60
	65	10	60
	75	10	60
	80	10	60
	85	10	60
	95	10	60
100	10	60	
Prędkość przesuwu rolki obrotowej	55	10	60
	55	50	60
	55	110	60
Grubość warstwy	55	10	30
	55	10	60
	55	10	90

Geometrię próbek drukowanych przy zmiennym poziomie nasycenia, prędkości przesuwu rolki obrotowej i grubości warstwy przedstawiono odpowiednio na Rysunkach 16, 17 oraz 18. W kwestii prawidłowego procesu nakładania lepiszcza znaczną rolę odgrywa odpowiedni udział proszku w stosunku do ilości spoiwa aplikowanego w celu utworzenia części [13]. Ten parametr druku ma znaczący wpływ na stabilność drukowanych części. Niedostateczna ilość spoiwa, w tym przypadku wynosząca 15% (Rysunek 16), przyczyniła się do znacznej kruchości

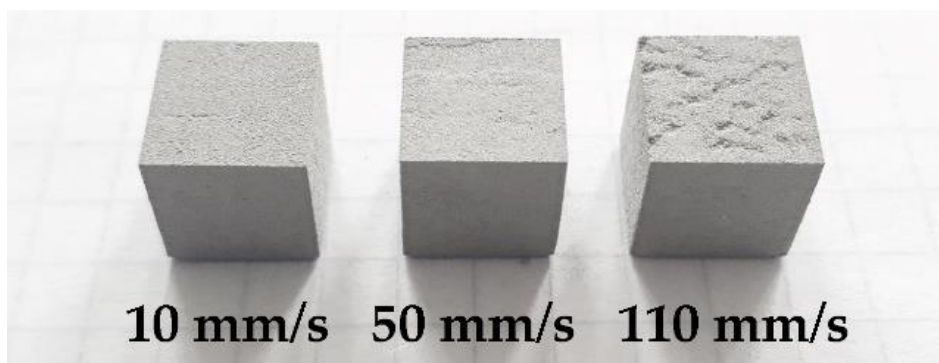


utworzonego wydruku i niewystarczającej wytrzymałości części. Zbyt niska saturacja może skutkować także większą skłonnością części do uszkodzeń podczas odseparowywania próbek od złoza proszkowego oraz podczas transportu do pieca wysokotemperaturowego. Natomiast zbyt wysoki poziom nasycenia lepiszczem może powodować nadmierne rozplýwanie się spoiwa [45]. Takie zjawisko zaobserwowano dla poziomu lepiszcza wynoszącego 100%. W tym przypadku drukowana próbka nie zachowała zaprojektowanego kształtu oraz wymiarów w osiach X oraz Y. Interakcja pomiędzy złożem proszkowym i spoiwem ma wpływ na jakość drukowanych części. To, w jaki sposób następuje to oddziaływanie w dużej mierze uzależnione jest od jakości lepiszcza, jego lepkości, kąta zwilżania, napięcia powierzchniowego oraz od kształtu i wielkości proszku. Gdy osiągnięta zostanie równowaga, to obszar zadruku równomiernie nasycany jest odpowiednią ilością spoiwa. Stopień zwilżenia ma decydujący wpływ na jakość drukowanych części. Nadmierna ilość środka wiążącego może skutkować przenikaniem nadprogramowej ilości lepiszcza do złoza proszkowego i tym samym pogorszeniem jakości wydruków [183]. Podobne zjawisko w swojej pracy opisali Miyajami i in. [184]. Efekt rozplýwania warstw w osi X i Y spowodowany saturacją równą 100% (Rysunek 16) wyeliminowano poprzez redukcję poziomu nasycenia. Jednakże zmniejszenie ilości spoiwa poniżej 45% skutkowało pojawieniem się odprysków na krawędziach części drukowanych oraz obniżeniem jakości powierzchni próbek.



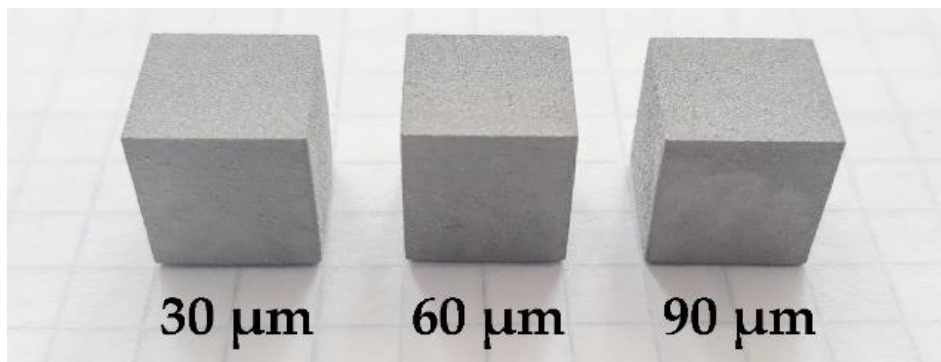
**Rysunek 16.** Reprezentatywny widok próbek wydrukowanych z proszku ALC100 przy zmiennym poziomie nasycenia spoiwem, od lewej: 15%, 25%, 35%, 45%, 55%, 65%, 75%, 80%, 85%, 95% i 100%; stałej prędkości przesuwu rolki równej 10 mm/s i grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$

Jak przedstawiono na Rysunku 17, wraz ze wzrostem prędkości przesuwu rolki obrotowej zaobserwowano zwiększenie liczby defektów występujących na powierzchni wydruków. Ze względu na ich charakterystyczny kształt (w przybliżeniu liniowy), takie cechy powierzchni w literaturze określane są jako „grzbiety powierzchniowe” [185]. Stwierdzono również, że wady te występują w kierunku wzdłużnym do kierunku przesuwu rolki (oś X).

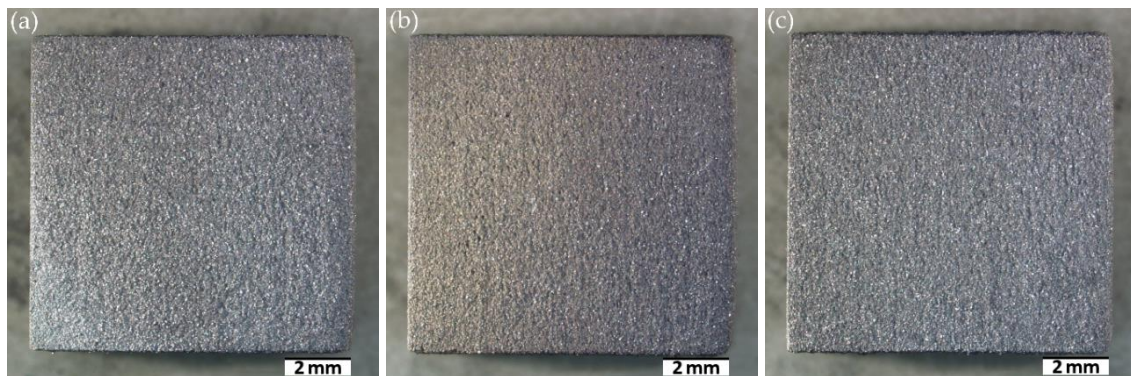


**Rysunek 17.** Reprezentatywny widok próbek wydrukowanych w proszku ALC100 przy zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej, od lewej: 10 mm/s, 50 mm/s i 110 mm/s, stałym nasyceniu spoiwem wynoszącym 55% i grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$

Zdjęcia próbek wydrukowanych przy zastosowaniu zmiennej grubości warstwy wynoszącej 30  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  lub 90  $\mu\text{m}$  zaprezentowano na Rysunkach 18 i 19, na których przedstawiono powierzchnie boczne (płaszczyzna YZ) obrazujące warstwową stronę próbki. Zastosowanie grubszych warstw pozwoliło na uzyskanie wizualnie lepszej jakości powierzchni wydruku. W przypadku grubości 60  $\mu\text{m}$  i 90  $\mu\text{m}$  zauważalna jest charakterystyczna warstwowość. Im grubsze warstwy, tym zmniejszony jest stosunek cieczy (pochodzącej ze stosowanego lepiszcza) do ciała stałego (proszku), co również może powodować wzrost porowatości [186]. Zastosowanie cieńszych warstw może prowadzić do wzrostu gęstości oraz obniżenia chropowatości powierzchni bocznych elementu [186], [187]. Jednakże należy mieć na uwadze fakt, że zmniejszenie grubości warstwy prowadzi do wydłużenia czasu produkcji, a co za tym idzie, powoduje zmniejszenie wydajności druku oraz wzrost kosztów [188].



**Rysunek 18.** Reprezentatywny widok próbek wydrukowanych z proszku ALC100 przy zmiennej grubości warstwy, od lewej: 30  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  i 90  $\mu\text{m}$ , stałym nasyceniu spoiwem wynoszącym 55% i prędkości przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s

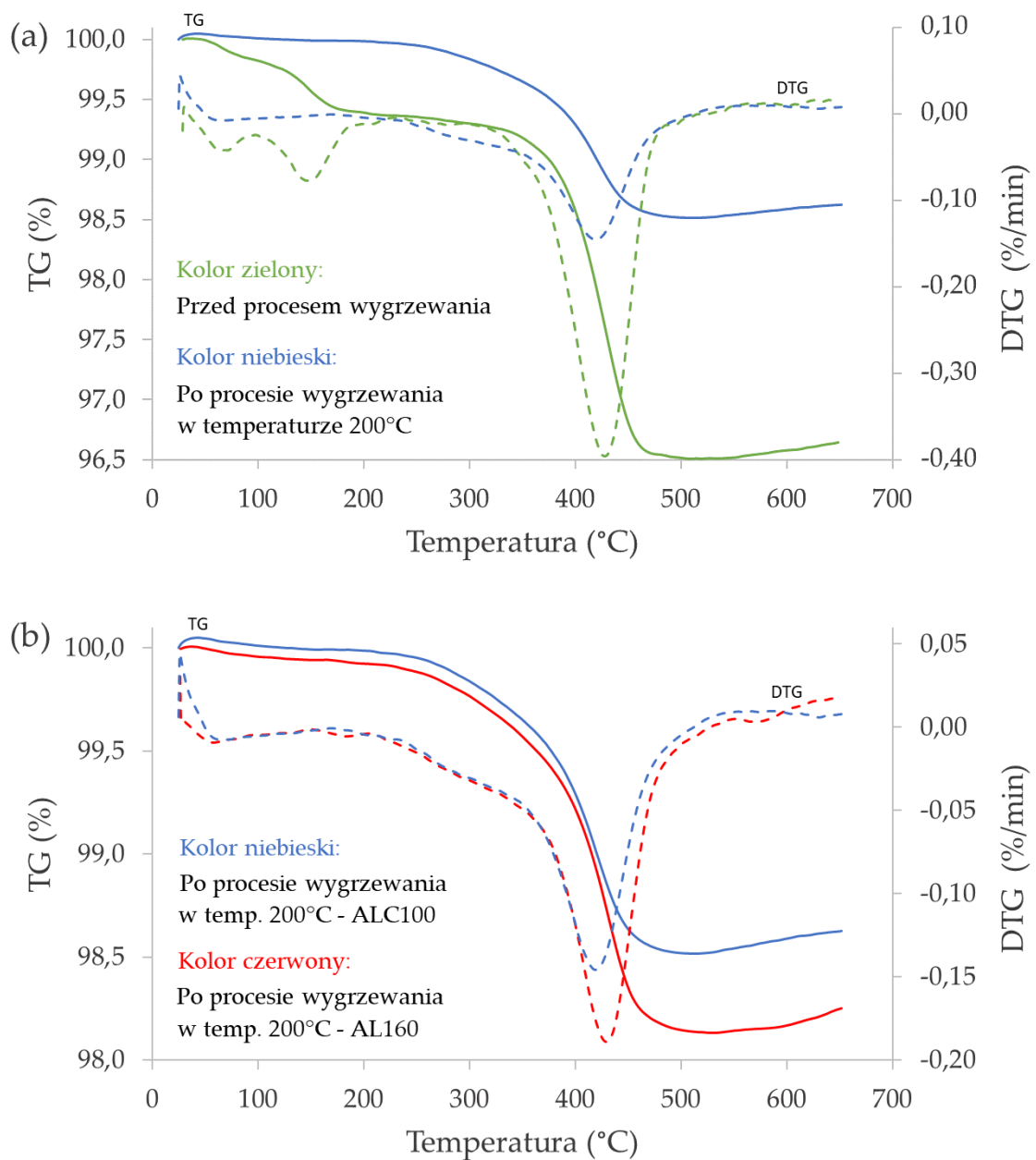


**Rysunek 19.** Reprezentatywny widok powierzchni bocznej (YZ) próbek wydrukowanych z proszku ALC100 przy grubości warstwy wynoszącej: (a) 30  $\mu\text{m}$ , (b) 60  $\mu\text{m}$  i (c) 90  $\mu\text{m}$

Następnie zoptymalizowano grubość warstwy dla proszku AL160, dla którego  $D_{90}$  wynosi  $\sim 90 \mu\text{m}$ . Próbkę wydrukowano stosując grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$ , 90  $\mu\text{m}$ , 120  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$  i 240  $\mu\text{m}$ . Na podstawie pomiarów i obserwacji przeprowadzonych dla uzyskanych wydruków dokonano wyboru najkorzystniejszych parametrów procesu.

### 7.1.3. Weryfikacja warunków wygrzewania i dobór profilu temperaturowego spiekania

W celu weryfikacji zastosowanych warunków wygrzewania oraz dobru profilu temperaturowego spiekania wykonanych wydruków przeprowadzono sprzężoną analizę TG-FT-IR próbek. Krzywe zarejestrowano w zakresie od 25°C do 650°C. Na Rysunku 20a przedstawiono rezultaty uzyskane dla próbek drukowanych z proszku ALC100 przed oraz po procesie wygrzewania w temperaturze 200°C. Natomiast na Rysunku 20b zaprezentowano krzywe dla próbek wykonanych z proszku ALC100 oraz AL160 analizowane po procesie ich wygrzewania. Charakterystyczne wartości odczytane z krzywych dotyczące temperatur początku oraz końca przemiany, ekstremum pików oraz zmiany masy zestawiono w Tabeli 8.



**Rysunek 20.** Krzywe TG i DTG próbek drukowanych z zastosowaniem spoiwa na bazie wody oraz proszku (a) ALC100 poddanych analizie przed i po wygrzewaniu w temperaturze 200°C, oraz (b) ALC100 i AL160 poddanych analizie po wygrzewaniu w temperaturze 200°C



Na podstawie zarejestrowanych i zaprezentowanych na Rysunku 20a krzywych TG i DTG stwierdzono, że proces degradacji termicznej fazy polimerowej dla próbki przed etapem wygrzewania można podzielić na trzy etapy. Dwa pierwsze ubytki masy wynoszące odpowiednio 0,2% oraz 0,6% nastąpiły w temperaturach około 70°C oraz 150°C. Efekty te spowodowane są utratą fizycznie zaadsorbowanej wilgoci obecnej w próbce oraz odparowaniem wody będącej dominującym składnikiem stosowanego lepiszcza. Rozkład termiczny składników organicznych zachodził w trzecim etapie, w zakresie temperatur od 390°C do 450°C. Najbardziej dynamiczny ubytek masy, wynoszący 2,7%, nastąpił w temperaturze około 430°C. Zjawisko to wskazuje na termiczny rozkład spoiwa powodujący powstanie związków zawierających węgiel z pochodnych aldehydów i polienowych związków wielkocząsteczkowych, co potwierdziły omówione dalej wyniki FT-IR. Wraz ze wzrostem temperatury niektóre składniki organiczne mogą być stopniowo spalane i karbonizowane [26], [189]. W temperaturze powyżej 500°C zaobserwowano wzrost masy próbki związany z jej utlenianiem. Z kolei dla próbki z proszku ALC100 analizowanej po procesie wygrzewania zarejestrowano dwuetapowy ubytek masy na krzywej TG. Pierwszy niewielki efekt wynoszący zaledwie 0,1% ubytku masy zachodzący w temperaturze 75°C i lepiej widoczny na krzywej DTG, wynikał z odparowania zaadsorbowanej wilgoci. Porównując rezultaty uzyskane dla próbek przed oraz po procesie wygrzewania stwierdzono, że próbka ALC100 po obróbce termicznej charakteryzowała się blisko o 60% mniejszym ubytkiem masy niż próbka przed wygrzewaniem. Różnica ta wynikała z faktu, że próbka po wygrzewaniu w temperaturze 200°C nie zawierała już w swoim składzie wody. Rozkład termiczny składników organicznych dla próbki po wygrzewaniu zaobserwowano w drugim etapie, w zakresie temperatur od 380°C do 450°C. Największy ubytek masy (1,4%) nastąpił w temperaturze około 420°C.

Podobny przebieg krzywych zaobserwowano dla próbki wykonanej z proszku AL160 (Rysunek 20b). Ubytek masy odpowiadający usunięciu wilgoci odnotowano w nieznacznie niższej temperaturze (blisko 65°C) i wyniósł on również 0,1%. Sama degradacja termiczna spoiwa nastąpiła w zakresie od 400°C do 460°C. Ekstremum wskazujące na gwałtowny rozkład materii organicznej odnotowano w temperaturze 430°C. Odpowiada to termicznemu rozkładowi spoiwa, w tym związków zawierających węgiel, tworzących pochodne aldehydów i polienowe związki wielkocząsteczkowe, co potwierdziły omówione poniżej wyniki FT-IR [26]. Całkowity ubytek masy dla wygrzanej próbki ALC100 wyniósł 1,5% i był niższy niż dla próbki AL160, dla której całkowity ubytek masy odnotowano na poziomie 1,9%. Zatem próbki wytworzone z proszku o mniejszej średniej wielkości cząstek wykazują mniejszy ubytek masy niż części z proszku AL160. Dla większych cząstek (AL160) ekstremum efektu związanego ze zjawiskiem spalania węgla odnotowano w zakresie większej o 10°C temperatury względem proszku ALC100. Proszki o mniejszych cząstkach posiadają większą powierzchnię właściwą niż proszki gruboziarniste. Oznacza to, że są one bardziej reaktywne i podatne na proces spalania w porównaniu z cząstkami o większych rozmiarach. Natomiast większe cząstki z powodu wolniejszej kinetyki spalania będą mieć tendencję do przesuwania ekstremum efektu zachodzącego procesu w kierunku wyższych wartości temperatury [190].



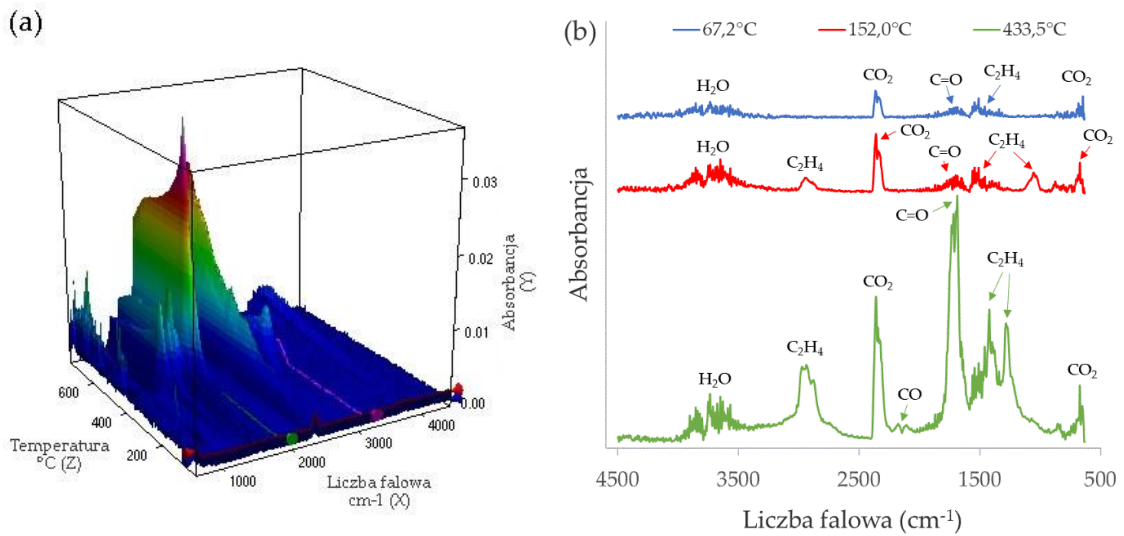
**Tabela 8.** Charakterystyczne wartości odczytane z krzywych TG i DTG zaprezentowanych na Rysunku 20

Rodzaj próbki	Efekt	Krzywa TG			Krzywa DTG
		Początek przemiany (°C)	Koniec przemiany (°C)	Zmiana masy (%)	Temperatura w ekstremum piku (°C)
<b>Próbka przed procesem wygrzewania – proszek ALC100</b>	1	43,9	79,8	-0,2	67,2
	2	132,3	162,4	-0,6	152,0
	3	391,6	455,7	-2,7	433,5
<b>Próbka po wygrzaniu w 200°C – proszek ALC100</b>	1	48,8	97,3	-0,1	75,4
	2	382,3	455,1	-1,4	421,6
<b>Próbka po wygrzaniu w 200°C – proszek AL160</b>	1	42,6	78,0	-0,1	62,6
	2	400,3	460,6	-1,8	431,1

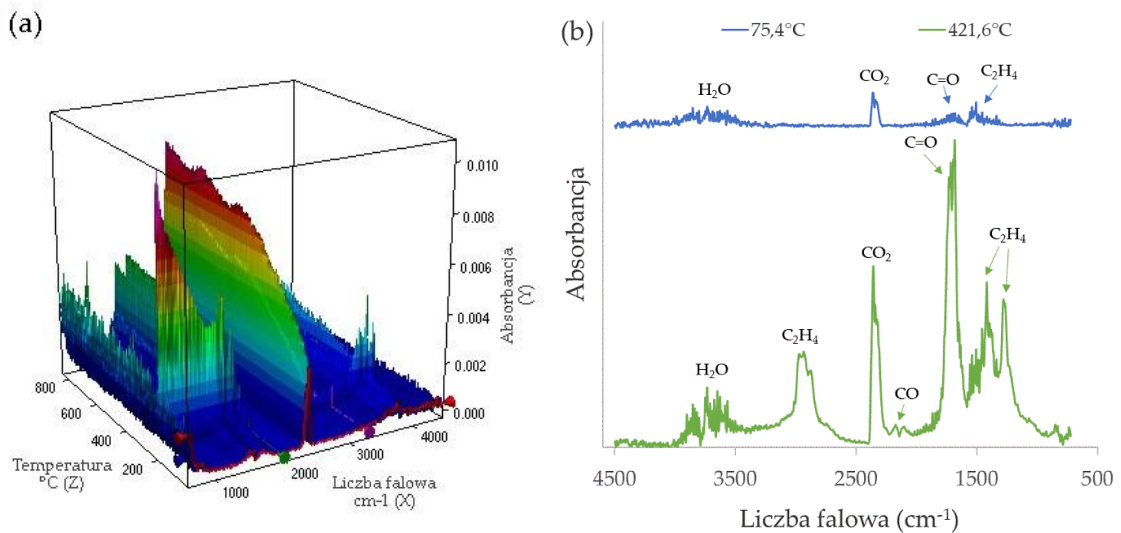
W celu identyfikacji produktów gazowych wydzielanych z próbek podczas ich nagrzewania do temperatury 650°C, zarówno dla wydruków przed jak i po procesie wygrzania w temperaturze 200°C, przeprowadzono analizy FT-IR. Zarejestrowane reprezentatywne trójwymiarowe widma FT-IR (absorbancja – liczba falowa – temperatura) przedstawiono na Rysunkach 21a, 22a i 23a. Natomiast reprezentatywne dwuwymiarowe widma w podczerwieni dla charakterystycznych temperatur wybranych z trójwymiarowych widm zaprezentowano na Rysunkach 21b, 22b i 23b.

Zakresy liczb falowych odpowiadające produktom gazowym przedstawiono w Tabeli 9. Silniejszy pik absorbancji odzwierciedla wyższe względne stężenie składników lotnych [191]. Położenie oraz intensywność poszczególnych pików odpowiadających produktom rozkładu zmieniały się wraz ze wzrostem temperatury. Dla wszystkich analizowanych dwuwymiarowych widm FT-IR w zakresie 4000–3500 cm<sup>-1</sup> wystąpiły piki od wody obecnej w wodnym spoiwie. Podobnie piki od CO<sub>2</sub> pojawiły się we wszystkich widmach przy liczbie falowej około 2360 cm<sup>-1</sup> oraz 650 cm<sup>-1</sup>. W przypadku próbki wykonanej z proszku AL160 w temperaturze 431,1°C nastąpiło przesunięcie efektu od CO<sub>2</sub> do wartości 2260 cm<sup>-1</sup>. Widma od węglowodorów (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) w temperaturach 67–75°C (dla próbek z proszku ALC100) zarejestrowano wyłącznie w zakresie 1600–1300 cm<sup>-1</sup>. Natomiast w temperaturach powyżej 150°C produkt C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> odnotowano także przy liczbie falowej około 3000 cm<sup>-1</sup>. Co więcej, dla próbki przed etapem wygrzewania, w temperaturze 152°C pik od C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> pojawił się również przy liczbie falowej około 1000 cm<sup>-1</sup>. Uwalnianie CO nastąpiło w wyniku tworzenia się reakcji organicznej określanej jako dekarbonylacja [192]. Widma od CO wystąpiły wyłącznie w temperaturach 420–430°C. Dla próbek z proszku ALC100 pojawiły się w zakresie 2220–2000 cm<sup>-1</sup>, zaś dla proszku AL160 w zakresie 2140–1950 cm<sup>-1</sup>. Tworzenie się CO związane jest z redukcją dwutlenku węgla [193]. Związki karbonylowe (C=O) zarejestrowano we wszystkich widmach w przedziale 1900–1600 cm<sup>-1</sup>. Dla próbki z proszku AL160 w widmie dla temperatury 430°C efekt ten wystąpił w zakresie 1800–1500 cm<sup>-1</sup>.

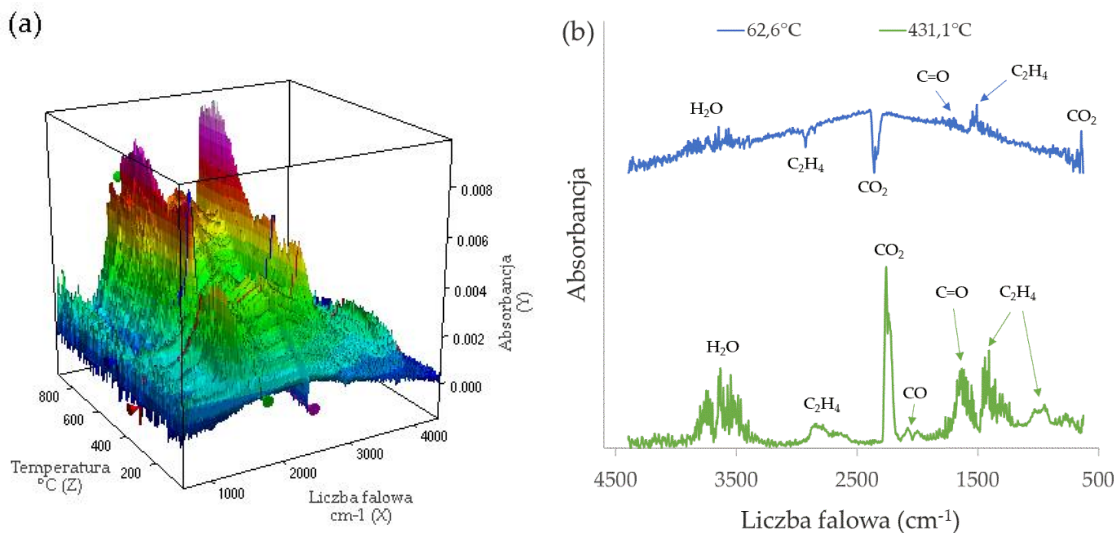
Dla próbek z proszku AL160 obserwowane są dodatkowe efekty pochodzące od C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> przy liczbie falowej 3000 cm<sup>-1</sup> w temperaturze 62°C oraz przy liczbie falowej 950 cm<sup>-1</sup> w temperaturze 430°C. Co więcej, w temperaturze 430°C dla proszku AL160 nastąpiły przesunięcia wartości, przy których występują piki od CO<sub>2</sub>, CO i C=O w kierunku niższych liczb falowych.



**Rysunek 21.** Widma FT-IR produktów gazowych wydzielonych z próbki drukowanej z zastosowaniem spoiwa na bazie wody i proszku ALC100 poddane analizie przed wygrzewaniem w temperaturze 200°C, gdzie: (a) trójwymiarowe widmo FT-IR w funkcji temperatury, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 67,2°C, 152,0°C oraz 433,5°C



**Rysunek 22.** Widma FT-IR produktów gazowych wydzielonych z próbki drukowanej z zastosowaniem spoiwa na bazie wody i proszku ALC100 poddane analizie po wygrzaniu w temperaturze 200°C, gdzie: (a) trójwymiarowe widmo FT-IR w funkcji temperatury, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 75,4°C oraz 421,6°C



**Rysunek 23.** Widma FT-IR produktów gazowych wydzielonych z próbki drukowanej z zastosowaniem spoiwa na bazie wody i proszku AL160 poddane analizie po wygrzaniu w temperaturze 200°C, gdzie: (a) trójwymiarowe widmo FT-IR w funkcji temperatury, (b) dwuwymiarowe widma TG-FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 62,6°C oraz 431,1°C

**Tabela 9.** Zakresy liczb falowych odpowiadające produktom gazowym [191]

Liczba falowa (cm <sup>-1</sup> )	Grupa funkcyjna	Związek
4000 – 3500	O-H	H <sub>2</sub> O
3000 – 2700	C-H	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>
1600 – 1300		
1050 – 950		
2400 – 2230	C = O	CO <sub>2</sub>
650 – 630		
2220 – 2000	C-O	CO
1900 – 1600	C = O	związki karbonylowe

Przeanalizowano widma występujące w obrębie charakterystycznych temperatur. Zaobserwowano, że w wyższych temperaturach absorbancja H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub> i C<sub>2</sub>H<sub>4</sub> była wyższa, co oznacza że tych produktów gazowych zostało wyemitowane więcej [194]. CO<sub>2</sub> może powstawać w wyniku reakcji dekarboksylacji, która prowadzi do eliminacji atomu węgla z łańcucha węglowego [192]. Intensywność absorbancji CO<sub>2</sub> była wyższa niż H<sub>2</sub>O lub CO oraz związków karbonylowych. Uwalnianie węglowodorów w postaci etylenu (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) wynika z obecności 2-butoksyetanolu i glikolu etylenowego w składzie mieszanki spoiwa.

Na gaz wydzielający się podczas pirolizy zasadniczy wpływ ma wielkość cząstek materiału. Dla proszku gruboziarnistego odnotowano większy ubytek masy w porównaniu z proszkiem drobnoziarnistym. Próbkę o większych cząstkach wytwarzały mniejszą ilość CO<sub>2</sub> podczas pirolizy niż próbki drukowane z drobnych cząstek proszku aluminium.



Na podstawie rezultatów otrzymanych z pomiarów przeprowadzonych metodą analizy termicznej potwierdzono poprawność stosowania temperatury 200°C podczas etapu wygrzewania wydrukowanych części, aby usunąć wodę obecną w materiale. Do dalszych badań wybrano izotermiczną temperaturę spiekania detali wynoszącą 620°C poprzedzoną dwoma przystankami temperaturowymi w 300°C oraz 450°C, w celu powolnego rozkładu i usunięcia termicznego substancji organicznych obecnych w wydruku pochodzących ze stosowanego lepiszcza.

Dobre parametry spiekania zweryfikowano również na podstawie analizy literatury. Bai i in. [195] podczas swoich badań w celu usunięcia lepiszcza stosowali temperaturę 450°C z wytrzymaniem próbek przez 30 min. Cho i in. [196] na podstawie przeprowadzonej analizy termogravimetrycznej proces termicznego usuwania spoiwa podzielili na dwa etapy, obejmujące wytrzymywanie w temperaturze 250°C oraz w 450°C, każdorazowo przez 2 godziny. Miyajama i in. [179] na podstawie analizy TGA przeprowadzili etap wypalania spoiwa w temperaturze 450°C przez 60 min w celu całkowitego usunięcia pozostałości lepiszcza z drukowanych części (tzw. debinding). Dudas i in [197] dla części wytwarzanych z aluminium metodą metalurgii proszków stosowali zakres temperatur od 350°C do 450°C w celu usunięcia środków poślizgowych, a następnie temperaturę 620°C, aby przeprowadzić proces spiekania.

Wydruki spiekano w piecu rurowym z zastosowaniem atmosfery argonu (Ar) lub wodoru (H<sub>2</sub>) oraz pod próżnią. Następnie porównano otrzymane wyniki, które zaprezentowano i omówiono w podrozdziałach 7.1.4.-7.1.12. Do badań prowadzonych w następnych fazach zastosowano atmosferę, która pozwoliła na uzyskanie najkorzystniejszych rezultatów.

Kolejnym etapem przeprowadzonych badań była również analiza wydruków poddanych procesowi spiekania w wysokiej próżni na poziomie 10<sup>-6</sup> mbar przy zastosowaniu różnej szybkości nagrzewania oraz temperatury izotermicznego spiekania:

(1) *Prędkość nagrzewania*

Próbki nagrzewano z szybkością **1°C/min** lub **10°C/min** zgodnie z profilem temperaturowym zaprezentowanym na Rysunku 13.

(2) *Temperatura izotermicznego spiekania*

Próbki nagrzewano z szybkością 1°C/min do temperatury 300°C, a następnie do 450°C. Zastosowano zmienną końcową temperaturę izotermicznego spiekania wynoszącą: **560°C**, **580°C**, **600°C** lub **620°C**. Próbki wytrzymywano w danych temperaturach każdorazowo przez 1 godzinę. Próbki schładzano wraz z piecem do temperatury otoczenia (około 20°C).

#### 7.1.4. Ocena wizualna i obserwacje morfologii powierzchni spieków

Morfologie górnych (XY) i bocznych (YZ) powierzchni dla wybranych próbek wytworzonych z proszku ALC100 w technologii Binder Jetting przedstawiono na fotografiach SEM i umieszczono w Tabelach 10-13. Zdjęcia prezentują wpływ na jakość powierzchni odpowiednio takich parametrów jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej, grubość warstwy oraz zmienna atmosfera ochronna spiekania.



**Tabela 10.** Morfologia reprezentatywnych powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) spiekanych próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy zmiennym poziomie nasycenia spoiwem (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7)

		Powierzchnia górna (XY)	Powierzchnia boczna (YZ)
		Poziom nasycenia spoiwem	25%
55%			
80%			
100%			

Analizując wpływ poziomu nasycenia spoiwem na jakość wykończenia drukowanych detali (Tabela 10) zauważono, że zastosowanie niedostatecznej ilości lepiszcza (na poziomie 25%) spowodowało uzyskanie części o bardzo porowatej powierzchni górnej oraz bocznej. Niski poziom spoiwa utrudnił stabilne wiązanie cząstek proszku oraz łączenie kolejnych drukowanych

warstw. Zastosowanie zbyt wysokiej saturacji wynoszącej 100% skutkowało utratą stabilności wymiarowej w osiach X i Y sukcesywnie wraz z nakładaniem kolejnych warstw proszku. W efekcie przesylenia lepiszczem na powierzchniach bocznych pojawiły się głębokie bruzdy. Saturacja na poziomie 55% oraz 80% zapewniła dobrą jakość wykończenia powierzchni części.

W Tabeli 11 przedstawiono reprezentatywne zdjęcia mikroskopowe próbek wytwarzanych z zastosowaniem zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej. Wzrost prędkości przesuwu rolki obrotowej, szczególnie do 110 mm/s, skutkowało powstaniem licznych nierówności oraz pustych przestrzeni na powierzchni drukowanej. Wartość wynosząca prędkości równa 10 mm/s pozwoliła zredukować ilość powstających defektów.

**Tabela 11.** Morfologia reprezentatywnych powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) spiekanych próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7)

		Powierzchnia górna (XY)	Powierzchnia boczna (YZ)
		Prędkość przesuwu rolki obrotowej	10 mm/s
50 mm/s			
110 mm/s			

W Tabeli 12 przedstawiono reprezentatywne fotografie SEM próbek wydrukowanych z zastosowaniem zmiennej grubości warstwy. Zaobserwowano, że wraz ze wzrostem grubości warstwy nastąpiło zwiększenie udziału porów. Odpowiednią jakość wykończenia obydwu powierzchni uzyskano przy grubości warstwy wynoszącej 60  $\mu\text{m}$ .

*Tabela 12. Morfologia reprezentatywnych powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) spiekanych próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy zmiennej grubości warstwy (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7)*

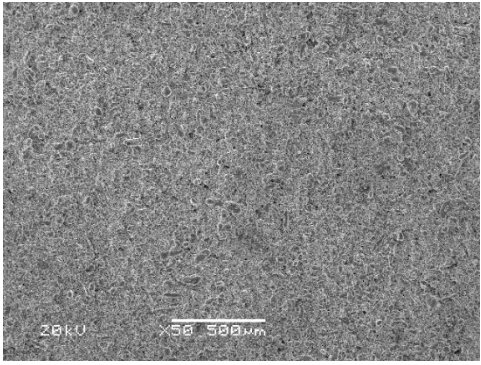
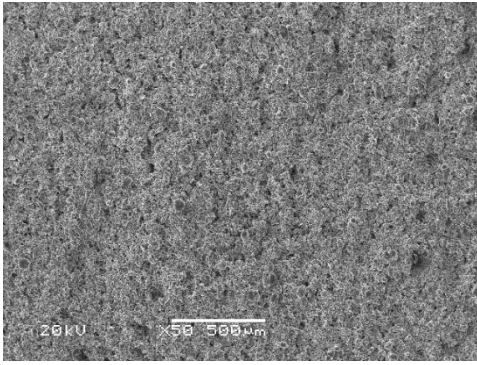
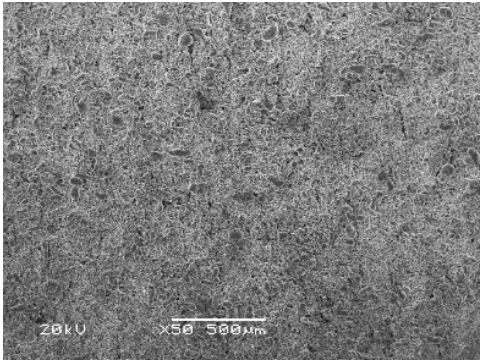
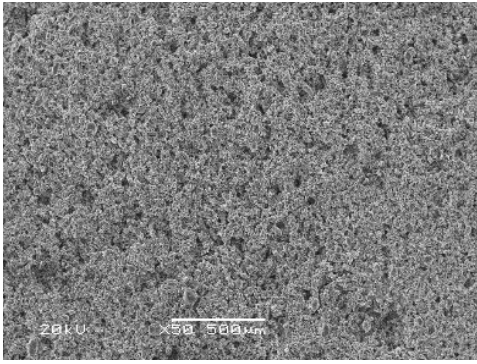
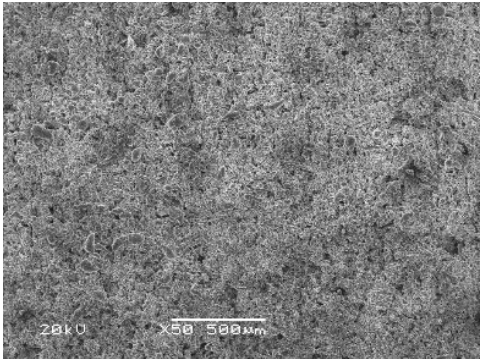
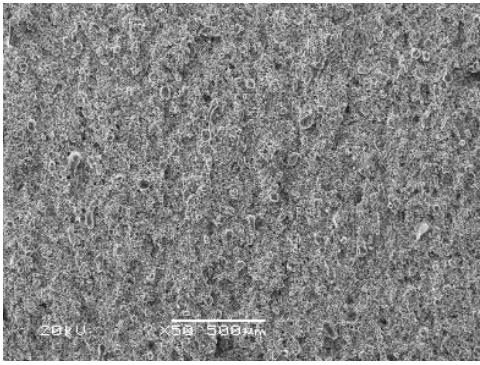
		Powierzchnia górna (XY)	Powierzchnia boczna (YZ)
		Grubość warstwy	30 $\mu\text{m}$
60 $\mu\text{m}$			
90 $\mu\text{m}$			

Na podstawie przeprowadzonych obserwacji mikroskopowych wydrukowanych próbek stwierdzono, że parametry technologiczne druku, takie jak niska lub bardzo wysoka saturacja oraz duże prędkości przesuwu rolki obrotowej miały znaczny wpływ na jakość wykończenia powierzchni, która charakteryzowała się obecnością defektów oraz nadmierną porowatością. Duży udział porowatości może być związany z wypalaniem spoiwa, co skutkowało obecnością licznych pustek, które podczas spiekania nie zostały zniwelowane [198].

Obserwacje morfologii powierzchni próbek wykazały, że najwyższą jakość powierzchni uzyskano podczas drukowania części przy parametrach technologicznych o wartości 80% nasycenia próbki spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej równej 10 mm/s i grubości warstwy wynoszącej 60  $\mu\text{m}$ . Następnie przeprowadzono ocenę wpływu zastosowanej atmosfery na jakość powierzchni spieków.

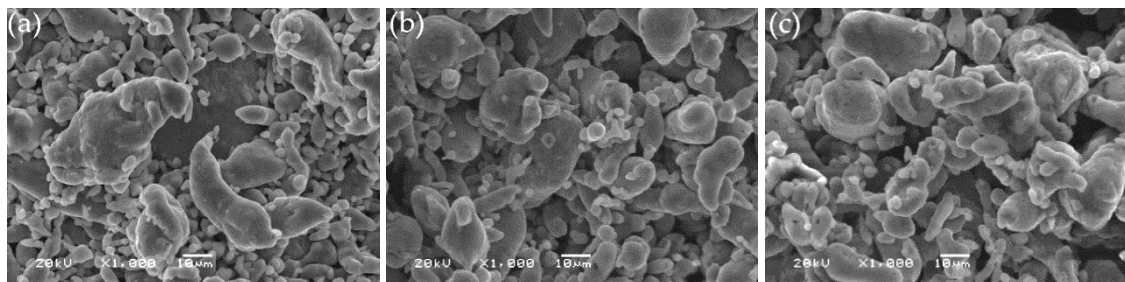
W Tabeli 13 zaprezentowano reprezentatywne zdjęcia mikroskopowe próbek drukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia równy 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej wynoszącą 10 mm/s i grubość warstwy 60  $\mu\text{m}$ , spiekanych w atmosferze argonu, wodorze lub próżni.

*Tabela 13. Morfologia powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60  $\mu\text{m}$ , spiekanych w atmosferze argonu, wodorze lub próżni*

		Powierzchnia górna (XY)	Powierzchnia boczna (YZ)
Atmosfera spiekania	próżnia		
	argon		
	wodór		

Niezależnie od analizowanych parametrów większe nierówności zaobserwowano na powierzchniach bocznych części.

Na Rysunku 24 przedstawiono reprezentatywne obrazy SEM powierzchni YZ próbek spiekanych w atmosferze argonu, wodoru lub próżni wykonane przy większym powiększeniu w porównaniu do zaprezentowanego zestawienia w Tabeli 13.

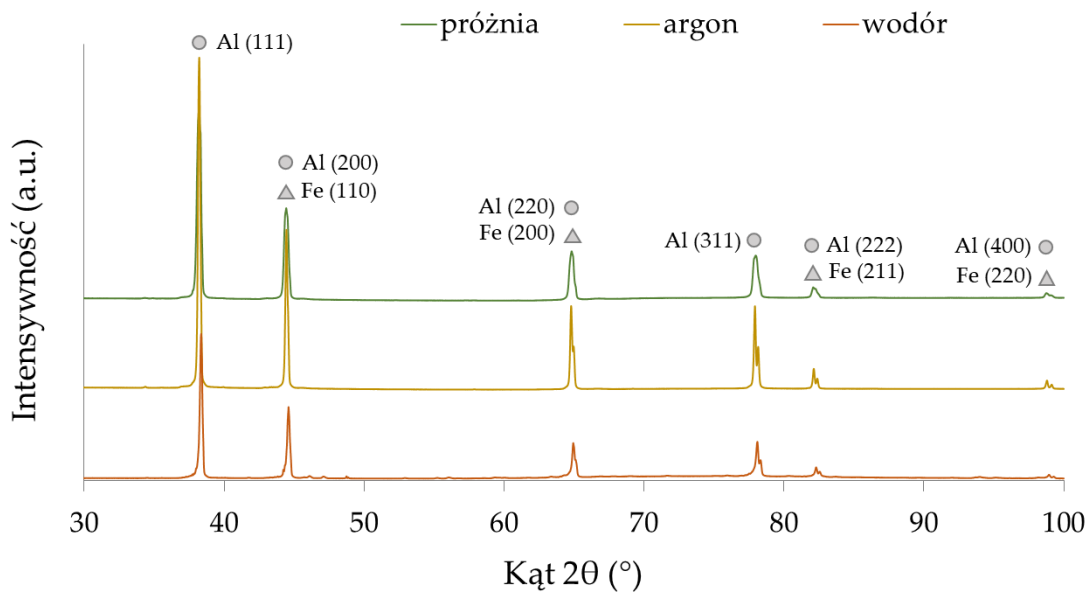


**Rysunek 24.** Reprezentatywne mikrografie próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60  $\mu\text{m}$ , spiekanych w: (a) próżni, (b) argonie i (c) wodorze

Na podstawie przeprowadzonych obserwacji potwierdzono niejednorodny rozkład wielkości cząstek spieku. Większe cząstki otoczone są mniejszymi. Spiekane próbki charakteryzują się luźną strukturą, która może wynikać zarówno ze słabego ich zagęszczenia podczas druku, jak i usuwania spoiwa podczas obróbki termicznej. Pomiedzy cząstkami nie zauważono obecności szyjek i połączeń. Analizując obszary przedstawiające połączenie cząstek w wyniku spiekania w różnych atmosferach zaobserwowano, że efektywniejsze spiekanie zaszło w próżni. Cząstki są lepiej połączone w porównaniu w zastosowaniu atmosfery argonu lub wodoru, a w strukturze występuje mniej pustek.

#### 7.1.5. Rentgenowska analiza strukturalna

Dyfraktogramy próbek wykonanych z proszku ALC100 spiekanych z zastosowaniem zmiennych atmosfer przedstawiono na Rysunku 25. Przeprowadzono rentgenowską analizę fazową jakościową oraz ilościową. Efekty dyfrakcyjne zaobserwowano przy następujących położeniach kątowych:  $38^\circ(2\theta)$ ,  $45^\circ(2\theta)$ ,  $65^\circ(2\theta)$ ,  $78^\circ(2\theta)$ ,  $82^\circ(2\theta)$  oraz  $99^\circ(2\theta)$ . Odbicia dyfrakcyjne dla płaszczyzn (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2) i (4 0 0) wykryto dla aluminium (karta katalogowa nr 04-012-7848). Odczytane wskaźniki Millera sugerują występowanie struktury krystalicznej regularnej o sieci ściennie centrowanej, której parametr sieciowy wynosi 4,051 Å, a gęstość materiału wyznaczona z analizy to 2,696 g/cm<sup>3</sup>. Przy położeniach kątowych  $45^\circ(2\theta)$ ,  $65^\circ(2\theta)$ ,  $82^\circ(2\theta)$  oraz  $99^\circ(2\theta)$  wykryto płaszczyzny o wskaźnikach (1 1 0), (2 0 0), (2 1 1) oraz (2 2 0), które odpowiadają fazie Fe (karta katalogowa nr 04-002-8852) i wskazują sieć regularną przestrzennie centrowaną.



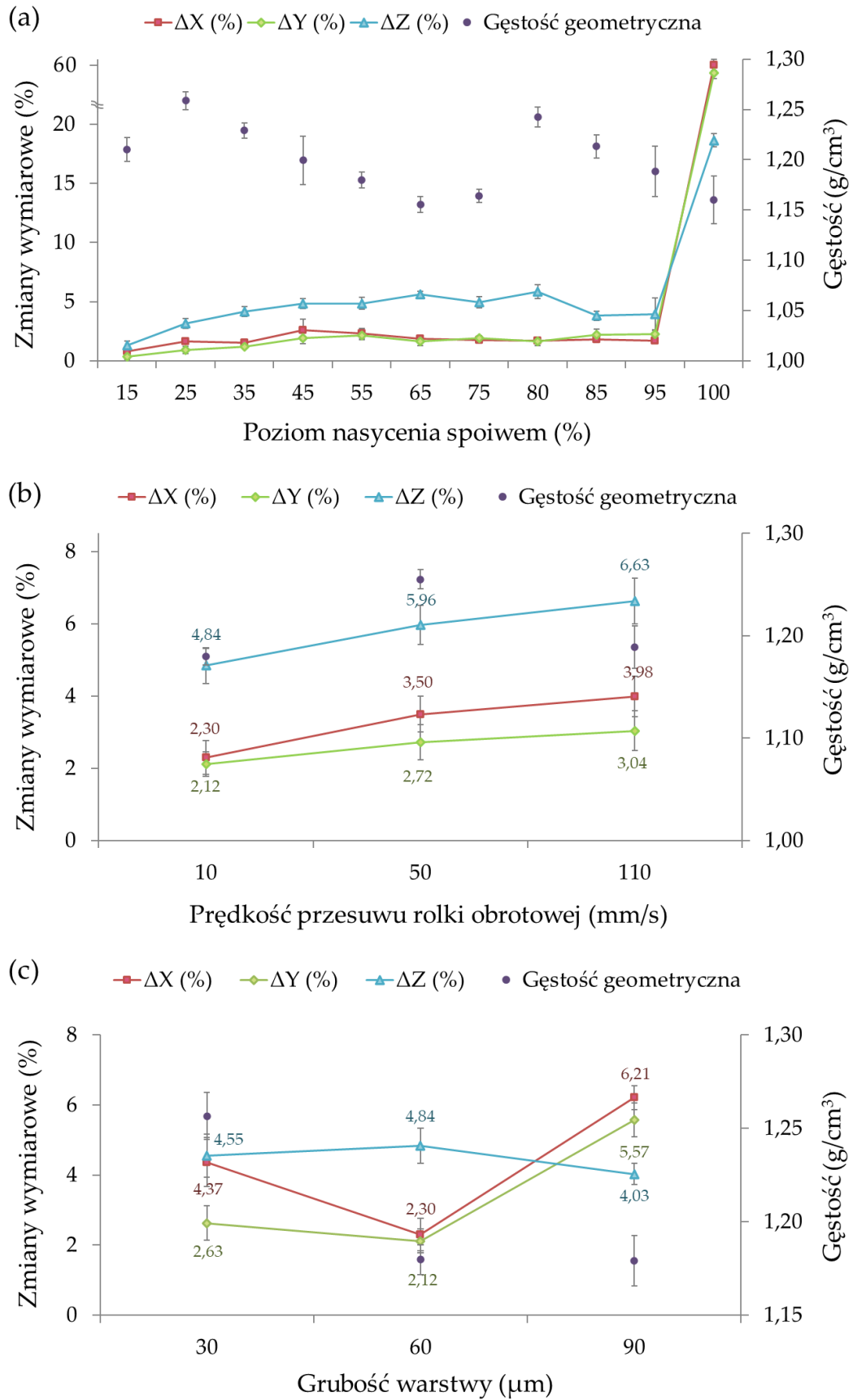
**Rysunek 25.** Dyfraktogramy próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60  $\mu\text{m}$ , spiekanych w próżni, argonie i wodrze

Analiza ilościowa przeprowadzona w oparciu o metodę Rietvelda stanowi potwierdzenie składu materiału proszkowego. Wykryto obecność aluminium w zakresie od 99,5% do 99,7% oraz żelazo w udziale od 0,3% do 0,5%.

#### 7.1.6. Wyznaczanie zmian wymiarowych

Na Rysunku 26 przedstawiono wpływ parametrów technologicznych wytwarzania takich jak poziom saturacji, szybkość przesuwu rolki obrotowej i grubość warstwy na zmiany wymiarowe próbek po procesie drukowania w technologii Binder Jetting i wygrzewania w temperaturze 200°C, w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD. Wartości te zestawiono z wynikami gęstości wyznaczonej metodą geometryczną.

Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że zmiany wymiarowe po procesie drukowania i wygrzewania w odniesieniu do wymiarów nominalnych nie przekraczały 7%. Wyjątek stanowiła próbka wykonana przy nasyceniu spoiwem na poziomie 100% (Rysunek 26a). W osi Z wymiar próbki wzrósł o ponad 18%, natomiast wzdłuż osi X i Y zmiany te wzrosły o blisko 60% w stosunku do zaprojektowanych wymiarów. Efekt ten spowodowany był zjawiskiem interakcji lepizcza z przygotowanym do druku podłożem. Na wstępnie uformowanym złożu suchego proszku nakładano pierwsze drukowane warstwy. Spoiwo aplikowane na te warstwy mogło wnikać w obszar złoża zlokalizowany pod drukowanymi elementami. W rezultacie proszek pochodzący z warstw podkładowych został dołączony do wymiaru Z, co spowodowało zwiększenie wysokości próbki. Efekt taki w literaturze określany jest jako „wzrost Z” i obserwowany był m.in. przez takich badaczy jak np. Wang i in. [199], Solis i in. [200], Farzadi i in. [201].



**Rysunek 26.** Wpływ (a) poziomu nasycenia, (b) prędkości przesuwu rolki i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie drukowania oraz wygrzewania

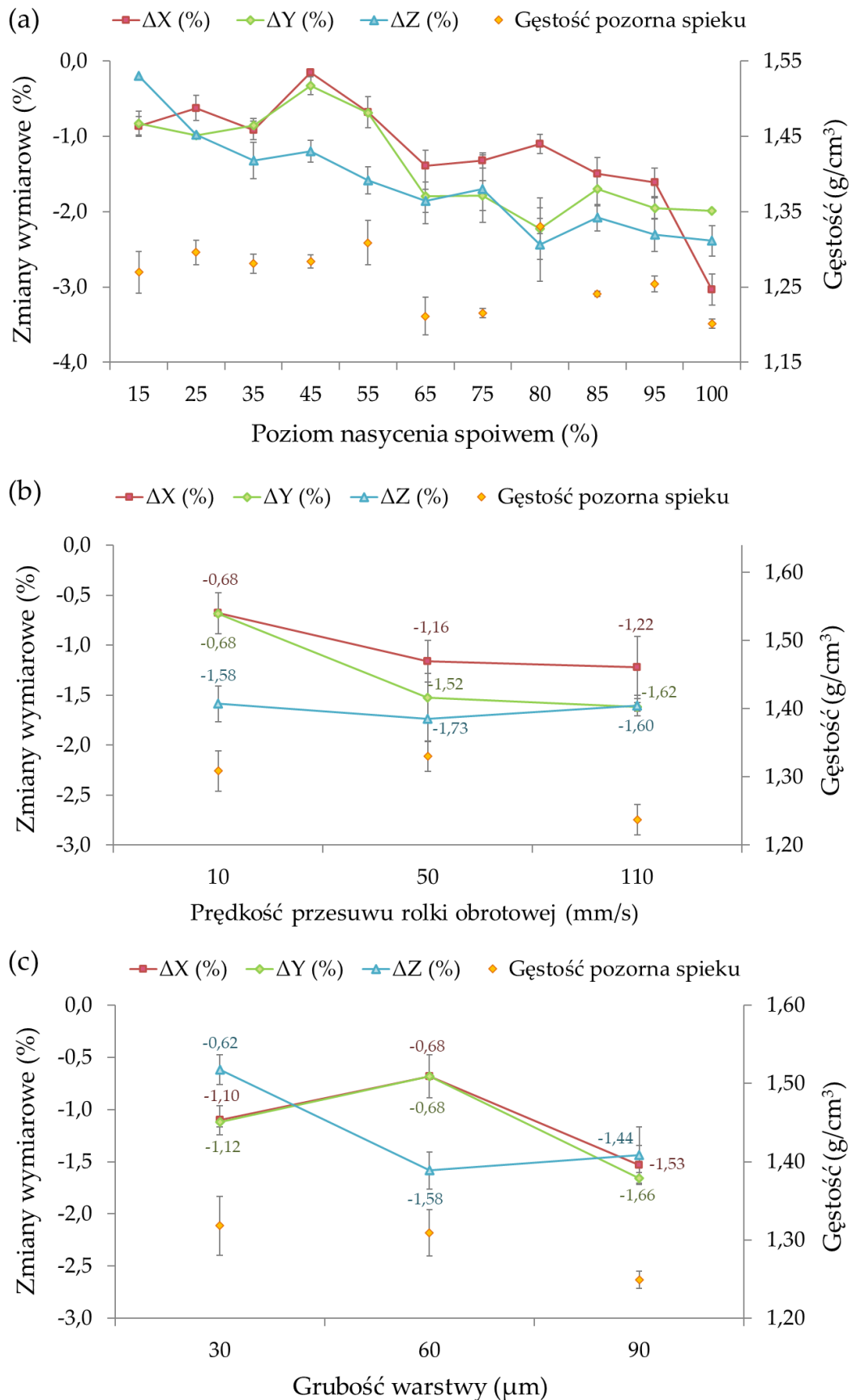


Wzrost poziomu nasycenia spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej i grubości warstwy powodował wzrost zmian wymiarowych wydruków w osiach X, Y oraz Z. Najmniejsze zmiany wymiarowe, nieprzekraczające wartości 1,30%, odnotowano dla próbek drukowanych przy saturacji wynoszącej 15%. Wzrost zmian wymiarowych związany był ze spadkiem gęstości części. Wyjątek od tej reguły zaobserwowano dla wariantu z 15% nasyceniem, dla którego gęstość wyznaczona metodą geometryczną wyniosła 1,21 g/cm<sup>3</sup>. Może to wynikać z faktu, że tak niski poziom saturacji skutkowało powstaniem licznych odprysków, co spowodowało znaczne obniżenie masy próbki. Zastosowanie nasycenia na poziomie 80% przyczyniło się do wzrostu gęstości części. Największe zmiany wymiarowe (wyłączając próbki o saturacji 100%) odnotowano dla części drukowanych przy grubości warstwy równej 90 μm (Rysunek 26c). Mieściły się w zakresie od 4,03% do 6,21%. Spośród zmiennych wysokości warstwy najmniejsze zmiany wymiarowe w osi X i Y zaobserwowano dla grubości warstwy wynoszącej 60 μm i mieściły się one w zakresie od 2,12% do 2,30%. Spośród stosowanych prędkości przesuwu rolki obrotowej, dla wartości wynoszącej 50 mm/s (Rysunek 26b) odnotowano najwyższą gęstość (1,26 g/cm<sup>3</sup>). Jak sugerują Miyajama i in. [179], w przypadku proszków o drobnych cząstkach zwiększenie prędkości przesuwu rolki może powodować zagęszczenie drukowanych części. Tendencja ta jest powiązana również ze zjawiskiem zagęszczania powodowanym przez siły kohezji pomiędzy drobnymi cząstkami oraz naprężeniami ścinającymi wynikającymi z dużej prędkości nakładania.

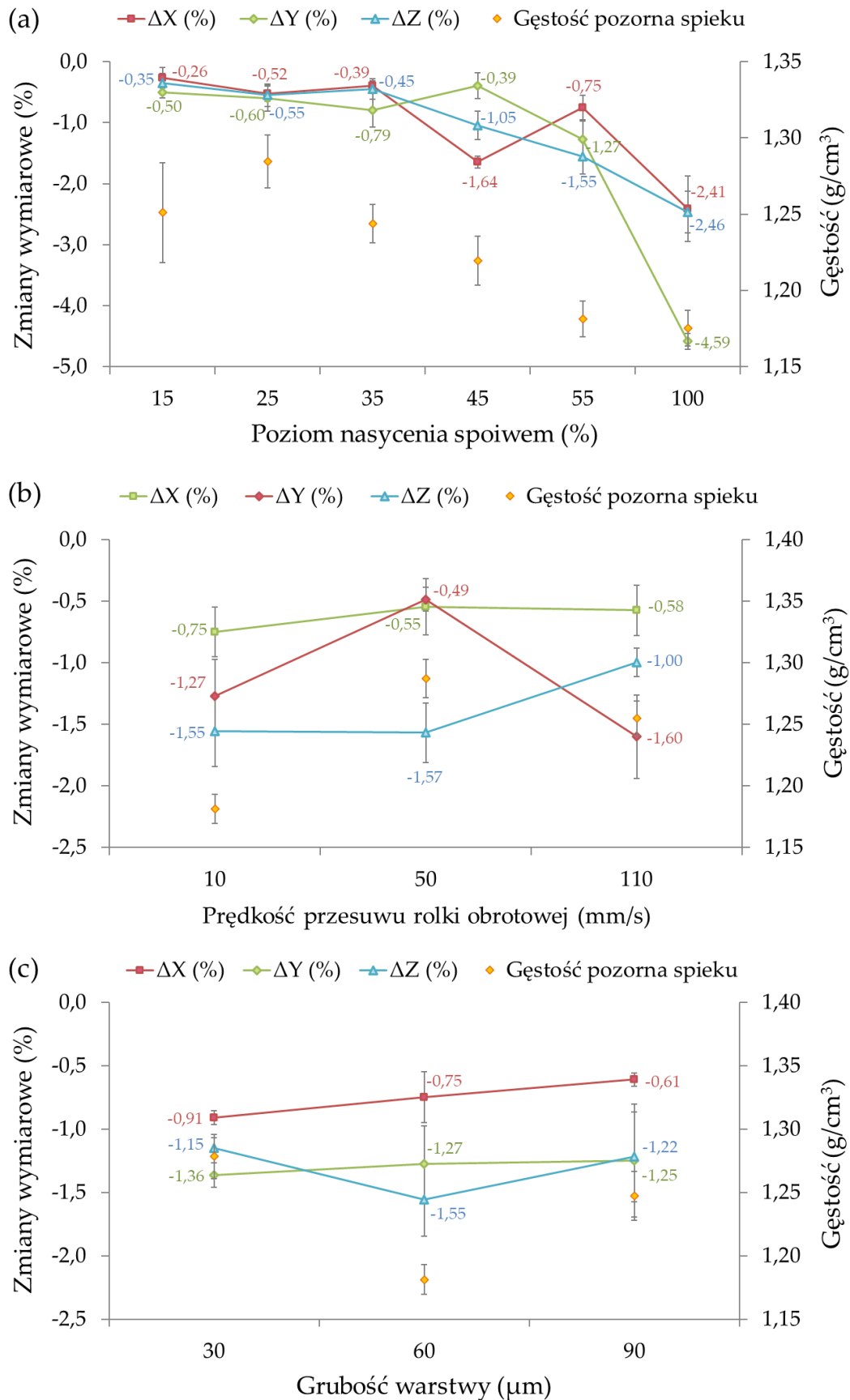
Podsumowując można stwierdzić, że dla większości badanych próbek wymiary wyznaczone wzdłuż osi X oraz Y pozostawały nieznacznie większe niż wymiar zdefiniowany na etapie projektowym. Najmniejsze zmiany zaobserwowano względem osi Y, która odpowiada kierunkowi równoległemu do ruchu głowicy drukującej. Zaaplikowane spoiwo ma tendencję do przenikania w kierunku prostopadłym do jego nakładania (oś X). Nadmiar lepiszcza przywiera do proszku, jednocześnie zwiększając również wymiar w osi Z.

Wpływ zmiennych parametrów druku takich jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej oraz grubości warstwy na skurcz po procesie spiekania w zależności od zastosowanej atmosfery zaprezentowano na Rysunkach 27-29. Na Rysunku 27 przedstawiono zmiany wymiarowe próbek spiekanych próżniowo w odniesieniu do wymiarów części po etapie drukowania i suszenia w temperaturze 200°C. Natomiast Rysunki 28 i 29 prezentują odpowiednio wyniki uzyskane dla próbek spiekanych w atmosferze ochronnej argonu i wodoru.

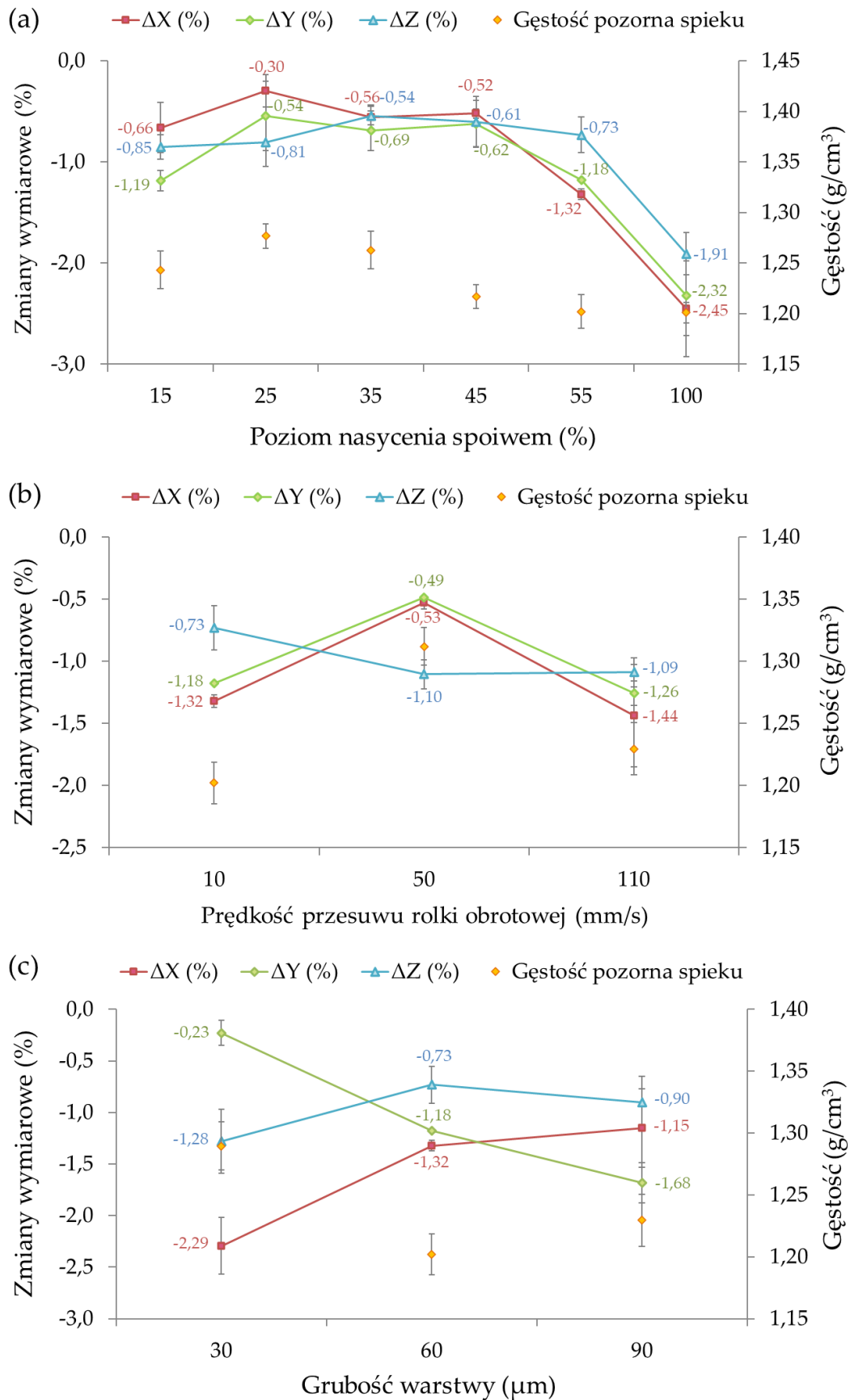




**Rysunek 27.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w próżni (obliczone w odniesieniu do wymiarów uzyskanych po procesie drukowania)



**Rysunek 28.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w atmosferze argonu (obliczone w odniesieniu do wymiarów po procesie drukowania)



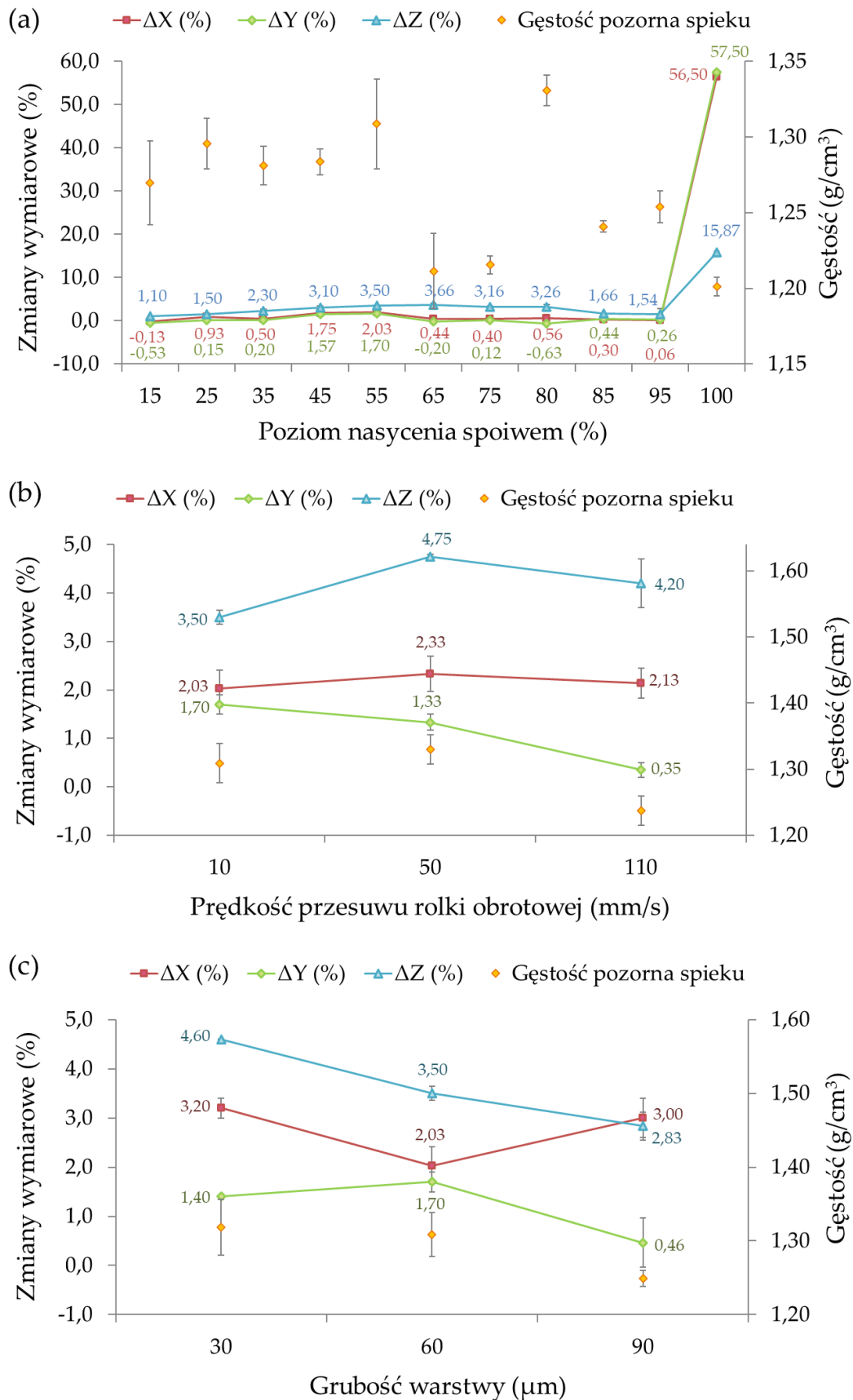
**Rysunek 29.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w wodorze (obliczone w odniesieniu do wymiarów po procesie drukowania)



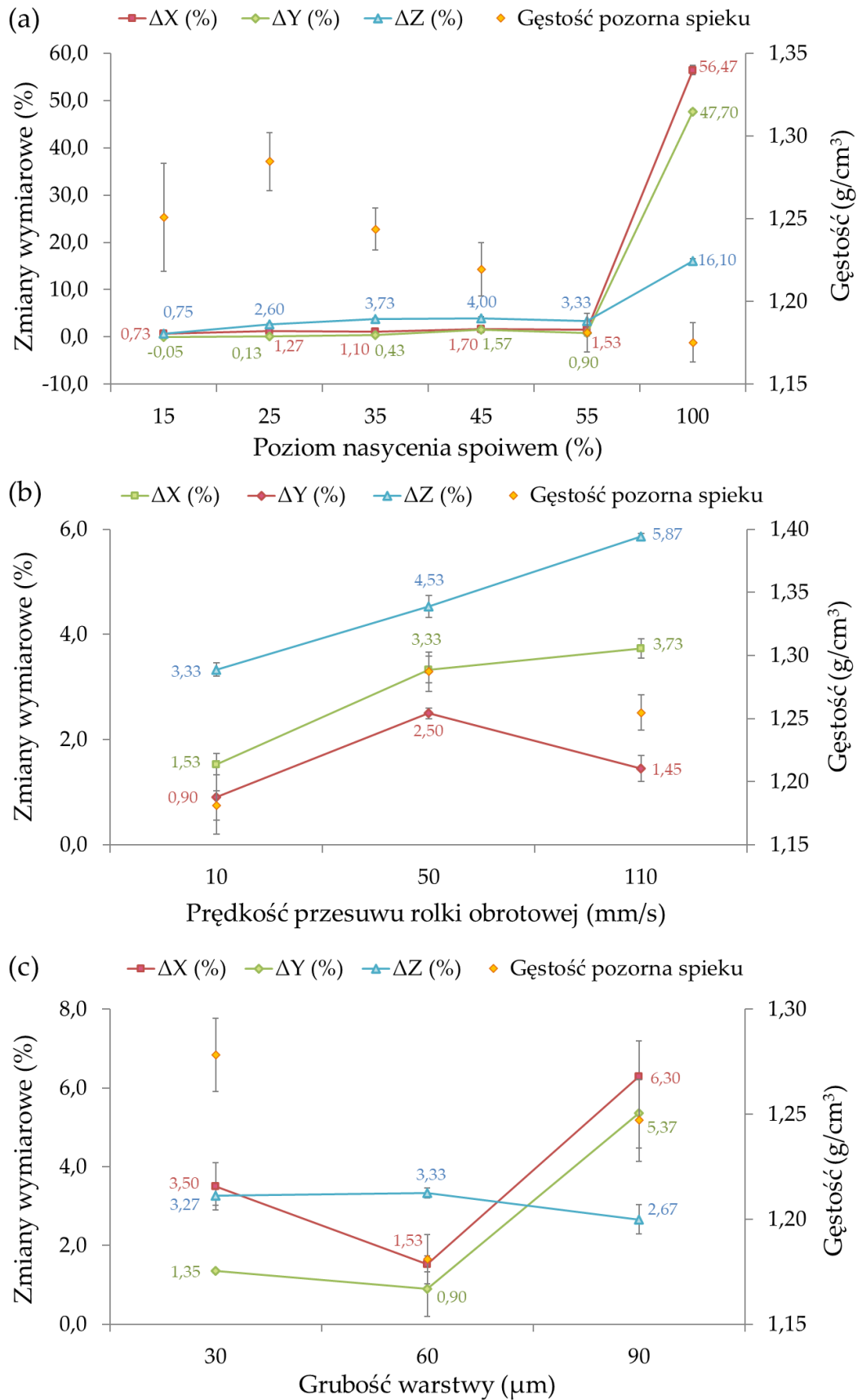
Wyniki zaprezentowane na Rysunku 27 wykazały, że zwiększenie poziomu nasycenia spoiwem skutkowało uzyskaniem wyższego skurczu przy spadku gęstości próbek spiekanych w próżni. Części drukowane przy saturacji wynoszącej 55% osiągnęły w porównaniu do pozostałych wartości stosunkowo wysoką gęstość ( $1,31 \text{ g/cm}^3$ ) przy niewielkich zmianach wymiarowych. Zastosowanie zmiennej prędkości przesuwu rolki ma istotny wpływ na skurcz liniowy spiekanych części. Wyższa prędkość skutkuje nawet 2-krotnie większą wartością skurczu w osi X i Y dla próbek po spiekaniu i powoduje zmniejszenie dokładności wymiarowej części w porównaniu z zaprojektowanym modelem CAD. Wynika to ze zmniejszenia równomierności rozkładu, a także gęstości upakowania proszku, co potwierdzili w swoich badaniach również inni badacze [183]. Zastosowanie większej grubości warstwy spowodowało wzrost skurczu i spadek gęstości próbek. Zbliżone zależności zaobserwowano dla części spiekanych w atmosferze argonu (Rysunek 28) oraz wodoru (Rysunek 29).

Analizując otrzymane wartości, można zauważyć zależność pomiędzy skurczem i gęstością. Po procesie spiekania w osi X, Y oraz Z wystąpił skurcz liniowy. Porowatość zredukowana jest w efekcie zachodzących pomiędzy cząstkami procesów dyfuzji. Skutkuje to zmniejszeniem ogólnej geometrii obiektu [154]. Rezultaty wyraźnie wskazują na występowanie większego skurczu wzdłuż kierunku Z niż osi X oraz Y. Taka anizotropia skurczu liniowego występująca w spiekanych częściach wytwarzanych metodą Binder Jetting została opisana w literaturze. Przypisywana jest różnym stopniom konsolidacji cząstek lub rozkładu porowatości w warstwach i pomiędzy warstwami [178], [202]. Niektórzy autorzy [203], [204] sugerują wpływ grawitacji na większy skurcz w osi Z, gdyż w podwyższonych temperaturach zmiękczone struktury mogą częściowo zapaść się pod własnym ciężarem [183].

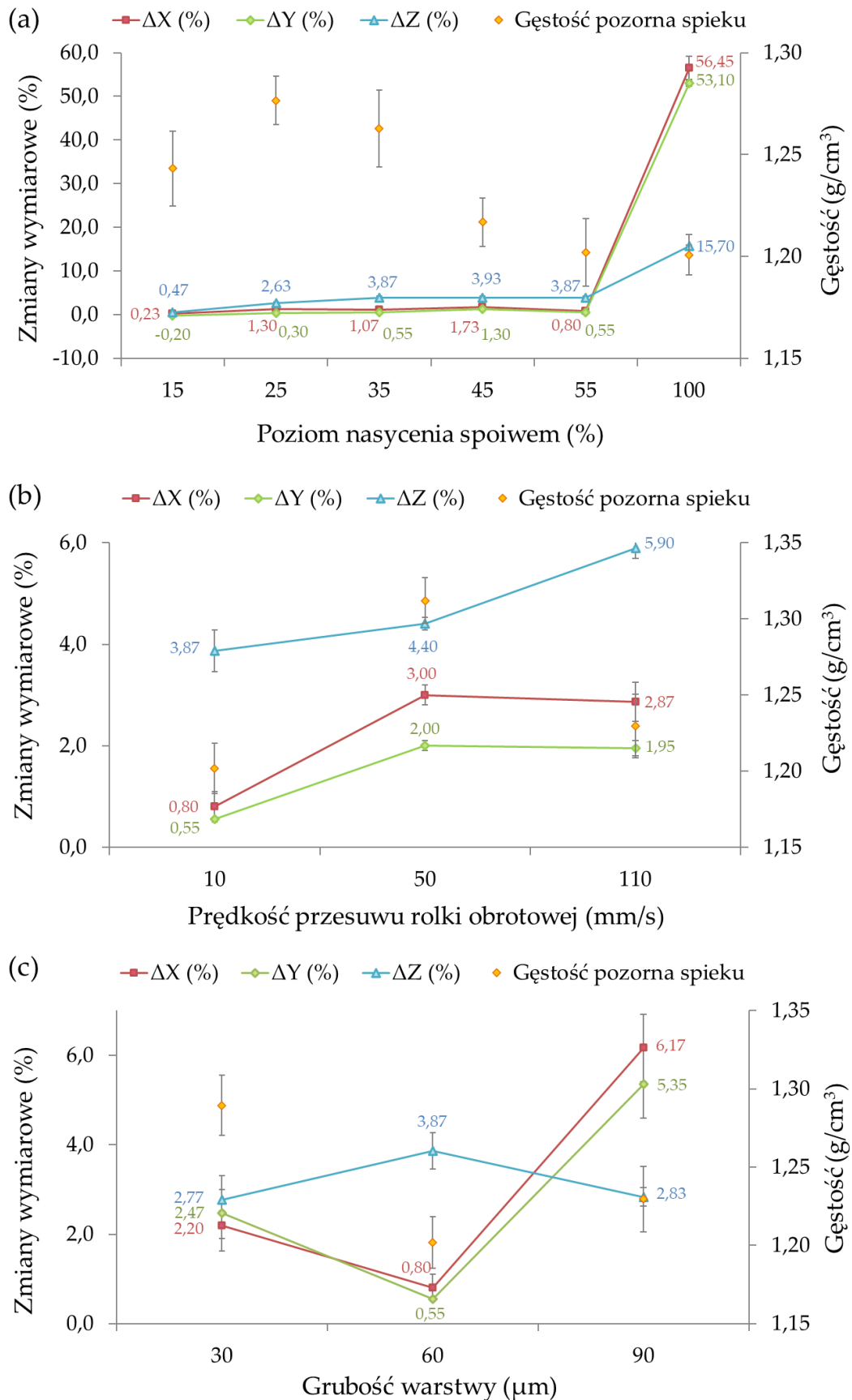
Na Rysunkach 30, 31 i 32 zaprezentowano zmiany wymiarowe, jakie wystąpiły dla próbek spiekanych odpowiednio w próżni, argonie i wodorze. Zmiany wymiarowe obliczono w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD. Zaobserwowano, że po spiekaniu następuje wzrost długości poszczególnych boków w osiach X, Y oraz Z. Jest to pozostałość efektu powstałego podczas etapu drukowania próbek, podczas którego nastąpił wzrost zmian wymiarowych. Zasadniczo, odnosząc wyniki otrzymane po procesie spiekania do wymiarów po etapie drukowania, odnotowano skurcz liniowy wzdłuż wszystkich osi, co potwierdzają dane zaprezentowane na Rysunkach 27-29. Jednakże nadal po procesie spiekania, w odniesieniu do wartości projektowych, obserwowany jest wzrost wymiarów. Na podstawie tych obserwacji na etapie projektowania należy uwzględnić fakt, że skurcz po spiekaniu jest niższy niż wzrost wymiarów podczas procesu drukowania.



**Rysunek 30.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w próżni (obliczone w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD)



**Rysunek 31.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po spiekaniu w atmosferze argonu (obliczone w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD)



**Rysunek 32.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie siekawania w wodrze (obliczone w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD)



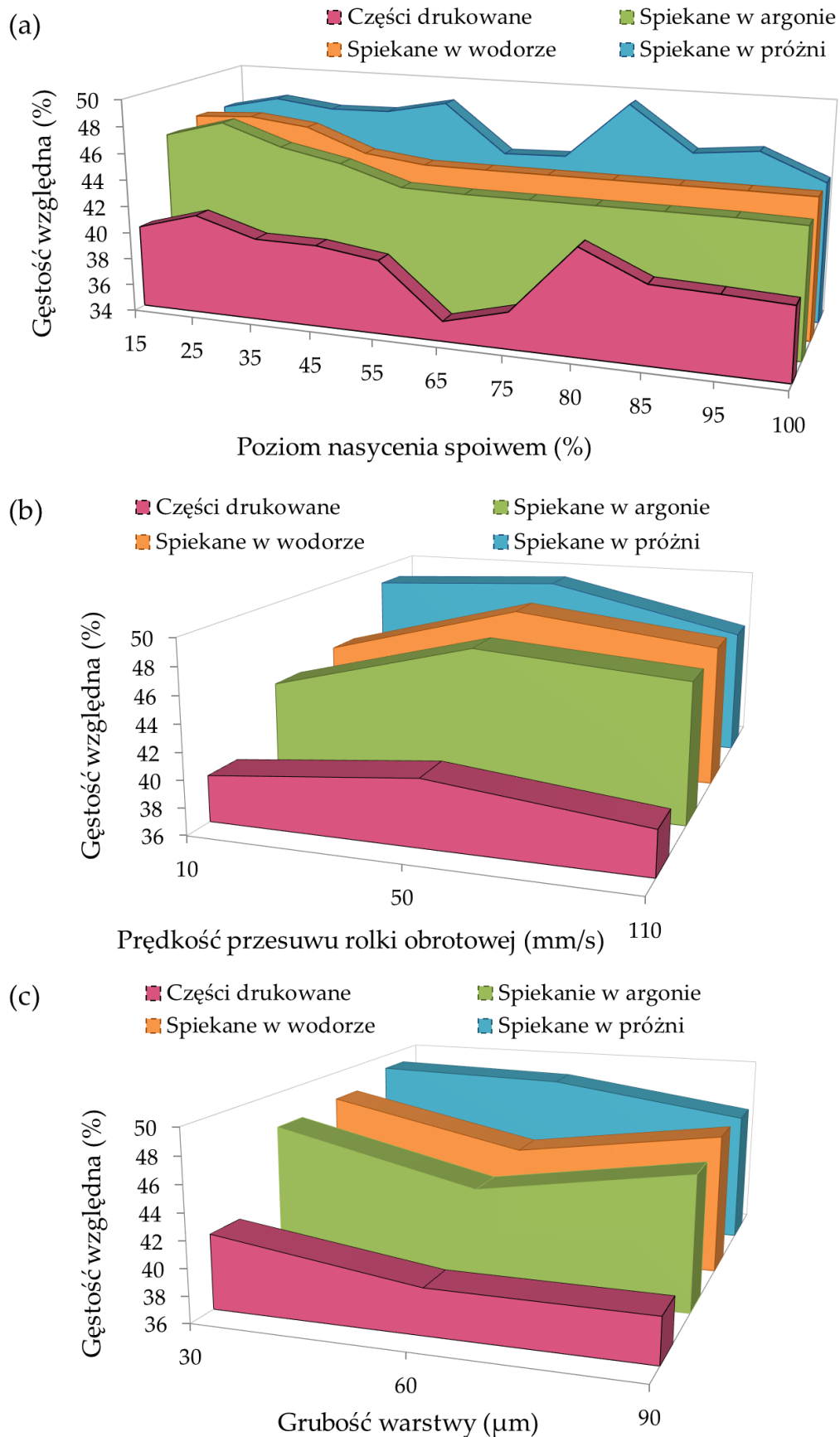
Aby osiągnąć pożądaną dokładność wymiarową, zarówno proces drukowania, jak i spiekania muszą być odpowiednio kontrolowane. Zorientowanie próbek w złożu proszkowym podczas procesu drukowania ma mniejszy wpływ na stopień skurczu. W osiach X i Y należy zastosować mniejsze współczynniki skurczu niż w osi Z, która wykazuje skłonność do wzrostu zmian wymiarowych podczas procesu drukowania [199].

#### 7.1.7. Gęstość względna

Na Rysunku 33 przedstawiono wyniki gęstości względnej wyznaczone w zależności od parametrów druku i atmosfery spiekania. Wartości określone zostały na podstawie gęstości pozornej (wyznaczonej w oparciu o prawo Archimedesesa). Gęstość względna próbek mieściła się w zakresie od około 36% do 50% gęstości teoretycznej. Rezultat taki jest typowy dla technologii Binder Jetting, szczególnie ze względu na fakt, że do procesu wytwarzania zastosowano cząstki proszku o nieregularnym kształcie. Niektórzy autorzy w swoich pracach dla próbek drukowanych tą metodą uzyskali gęstość względną na poziomie od 44% do 56% [42], [205]–[207]. Na uwagę należy mieć fakt, że na gęstość upakowania proszku już na etapie aplikowania materiału na stół roboczy istotny wpływ będą mieć takie cechy geometryczne materiału jak kształt i rozkład wielkości cząstek. Proszki o morfologii kulistej zapewniają wzrost gęstości złoża proszkowego, w przeciwieństwie do proszków o kształcie nieregularnym. Zwykle gęstość jest wyższa, gdy wielkość cząstek mieści się w przedziale od 15  $\mu\text{m}$  do 45  $\mu\text{m}$  [13], [156].

Zależności pomiędzy stosowanymi parametrami druku, a zmianami gęstości obserwowanymi dla próbek po spiekaniu są analogiczne do wyników otrzymanych dla części wydrukowanych. Po procesie spiekania gęstość części wzrosła w stosunku do gęstości próbek po drukowaniu. Z reguły, wraz ze wzrostem stopnia nasycenia spoiwem (Rysunek 33a) gęstość spieków maleje. Podobną tendencję zaobserwowali Gaytan i in. [208]. Zaś w wyniku prowadzonych w ramach tej pracy badań, największą gęstość odnotowano dla próbek drukowanych przy saturacji wynoszącej 80%, które spiekano w atmosferze próżni. Przy zastosowaniu zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej (Rysunek 33b) największą gęstość zarejestrowano dla próbek wykonanych przy prędkości wynoszącej 50 mm/s. Wraz ze wzrostem grubości nałożonej warstwy (Rysunek 33c) następuje spadek gęstości części drukowanych oraz spiekanych w atmosferze próżni. Schaffer i in. [209] potwierdzają, że spiekanie aluminium w próżni jest skuteczniejsze niż w atmosferze argonu. Na podstawie uzyskanych rezultatów stwierdzono, że spośród trzech zastosowanych atmosfer, spiekanie w próżni pozwoliło na uzyskanie najwyższej gęstości próbek. W związku z powyższym badania i analizy wpływu zmiennych parametrów druku na końcowe właściwości spieków, obejmujące chropowatość powierzchni i badania wytrzymałościowe, wykonano dla próbek spiekanych w atmosferze próżni.



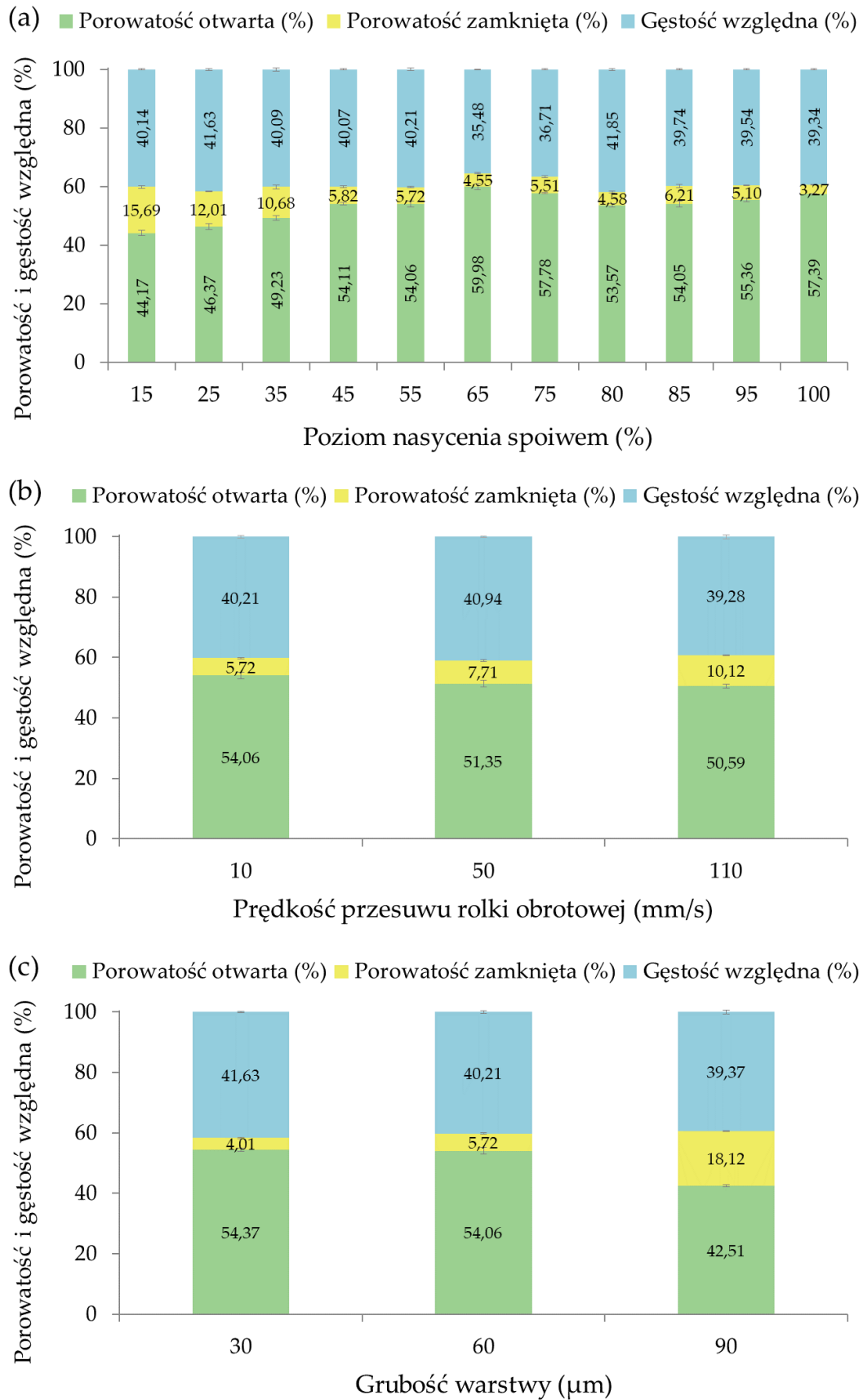


**Rysunek 33.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na gęstość względną próbek z proszku ALC100 po procesie drukowania oraz spiekania



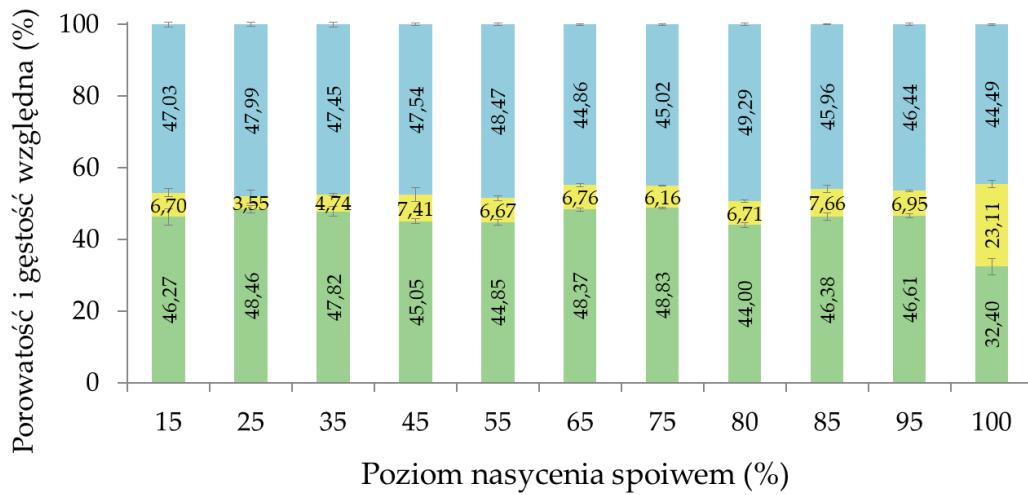
### 7.1.8. Porowatość

Na Rysunku 34 przedstawiono wyniki porowatości dla próbek po procesie drukowania i wygrzewania oraz przed procesem spiekania. Na Rysunkach 35, 36 oraz 37 zaprezentowano wyniki dla części spiekanych kolejno w próżni, argonie i wodorze. Wykresy prezentują porowatość zamkniętą oraz otwartą, uzupełnioną również o gęstość względną, w zależności od zastosowanych parametrów druku. Wydrukowane części wykazywały wysoką porowatość całkowitą, mieszczącą się w zakresie od 58% do 65%. Odnotowano zmniejszenie porowatości próbek po procesie spiekania do wartości pomiędzy 50% a 56%. Porowatość na tym poziomie jest nieodłączną cechą części wytwarzanych metodą Binder Jetting, ponieważ podczas druku nie stosuje się dodatkowej siły nacisku. Przekłada się to bezpośrednio na niskie upakowanie cząstek proszku podczas procesu drukowania [26], [200]. Z tego względu w wyniku spiekania nie można uzyskać w pełni zwartych części. Uzyskana porowatość końcowa zależy nie tylko od warunków obróbki cieplnej, ale także od właściwości materiału proszkowego. Porowatością materiału można sterować poprzez regulację wielkości oraz morfologii cząstek proszku [195], [202]. Proszki niesferyczne prowadzą do niższego upakowania złoża proszkowego, co w efekcie prowadzi do niższej gęstości końcowej w porównaniu z proszkami sferycznymi [13], [45]. Niewystarczająco wysoka gęstość złoża proszkowego może prowadzić do dużej porowatości, co skutkuje większym skurczem podczas spiekania i obniżeniem gęstości [45], [210]. Zastosowanie proszków drobnoziarnistych pozwala na uzyskanie niższej porowatości wytwarzanych części w przeciwieństwie do proszków o większym rozmiarze cząstek [211]. Stopień porowatości utworzonych części nie wykazywał określonego trendu wraz ze zmianą nasycenia spoiwem. Najwyższą porowatością całkowitą charakteryzowały się spiekane próbki wykonane przy saturacji wynoszącej 100% (Rysunki 35a, 36a i 37a). W tym przypadku na złożu proszkowym rozprowadzona została większa ilość spoiwa niż w pozostałych wariantach. Usunięcie lepiszcza na etapie spiekania spowodowało powstanie wyższego udziału porowatości. Inną przyczyną powstania porowatości może być nadmiar spoiwa, który rozprowadzony na powierzchni zadrukowanego stołu roboczego może być przyczyną powstawania pustek. Źródłem porów może być również wypalanie spoiwa, zbrylanie się proszku oraz wady upakowania, które będą tworzyć defekty. Sposobem na wyeliminowanie nadmiernej porowatości materiału, wynikającej z zastosowania nieodpowiedniego udziału lepiszcza, jest optymalizacja jego ilości w zależności od stosowanego materiału, kształtu i rozmiaru cząstek proszku, szybkości rozprowadzania warstwy, jej grubości, a także czasu i temperatury utwardzania spoiwa podczas procedury druku 3D [198]. Najniższym poziomem porowatości całkowitej charakteryzują się próbki wykonane z udziałem spoiwa na poziomie 80% (Rysunek 35a). Wraz ze wzrostem grubości zastosowanej warstwy nastąpił wzrost porowatości oraz spadek gęstości próbek. Spośród trzech zastosowanych atmosfer (Rysunki 35-37) najniższą całkowitą porowatość zarejestrowano dla próbek spiekanych próżniowo. Części spiekane w wodorze posiadają najniższą porowatość zamkniętą, kosztem wyższej porowatości otwartej. Z kolei próbki spiekane w próżni mają najwyższą porowatość zamkniętą.

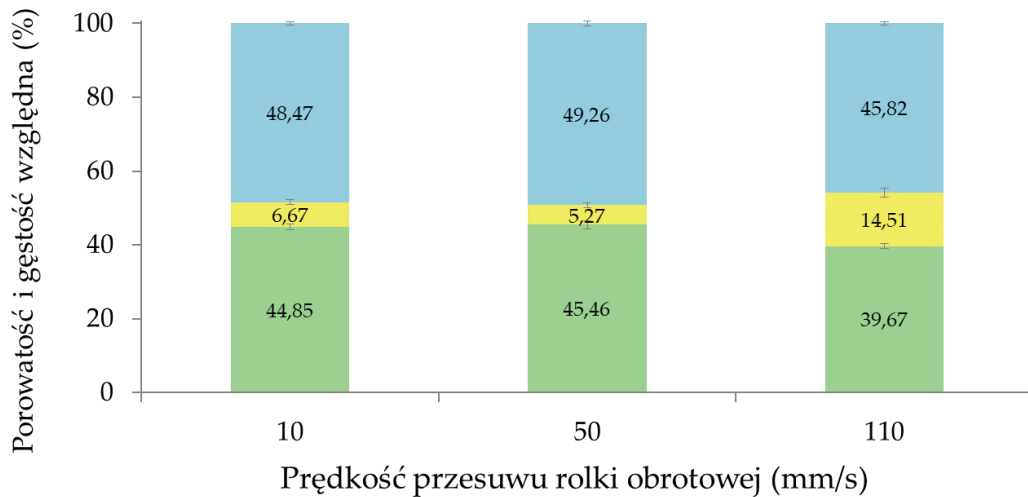


**Rysunek 34.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po wygrzewaniu, przed procesem spiekania

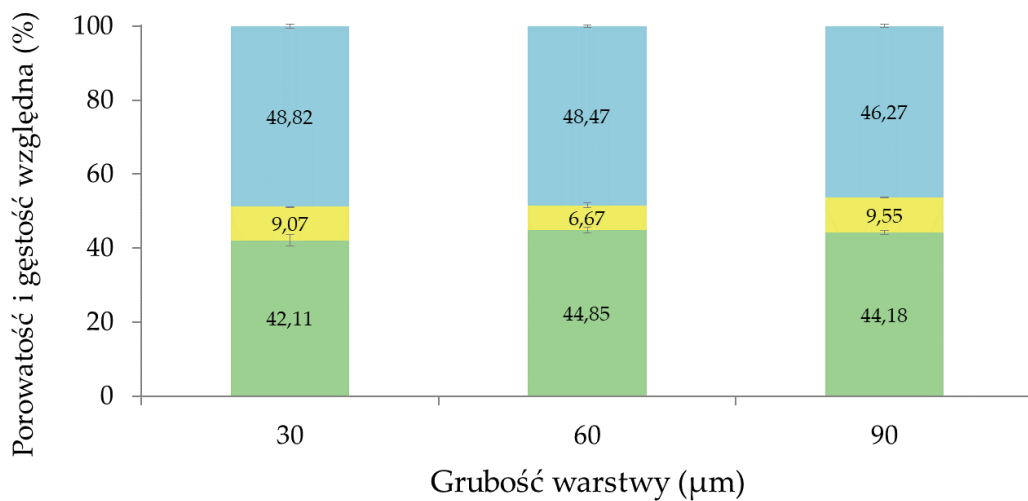
(a) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)



(b) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)

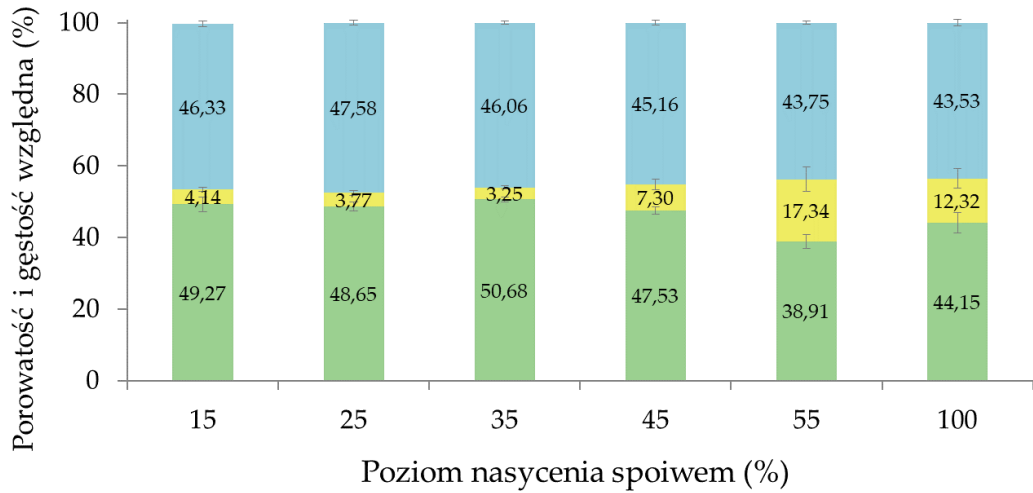


(c) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)

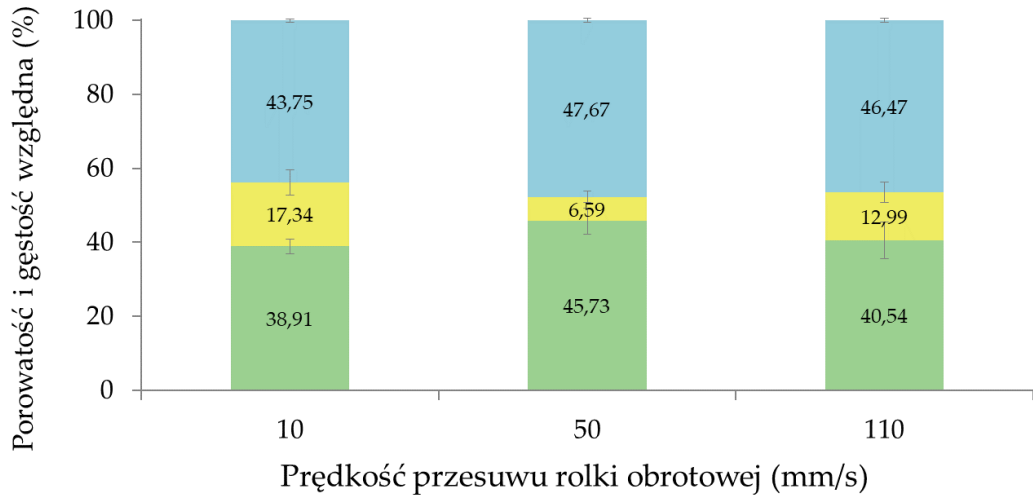


**Rysunek 35.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po spiekaniu w próżni

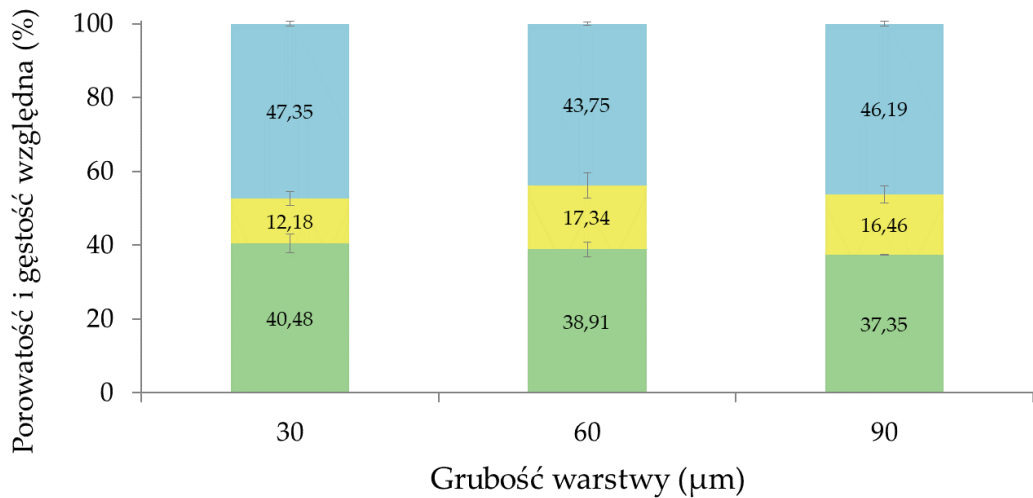
(a) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)



(b) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)

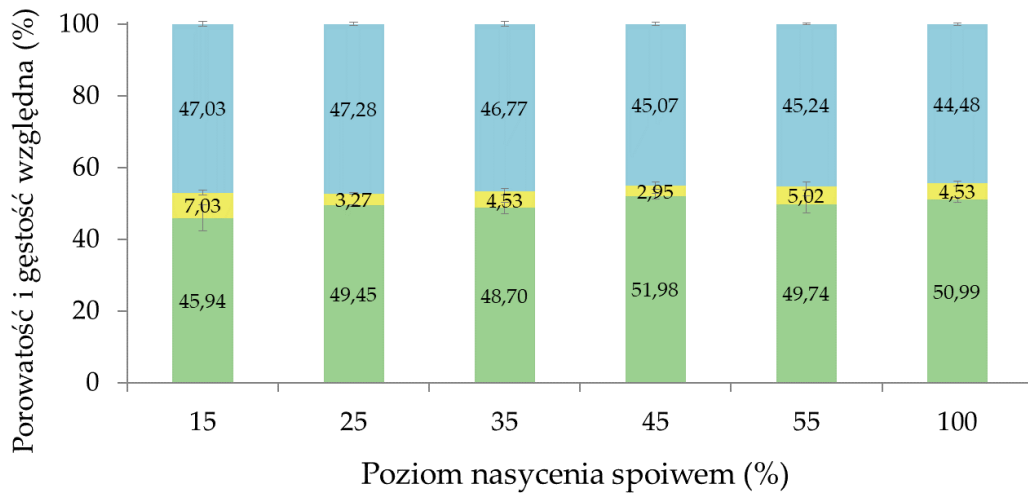


(c) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)

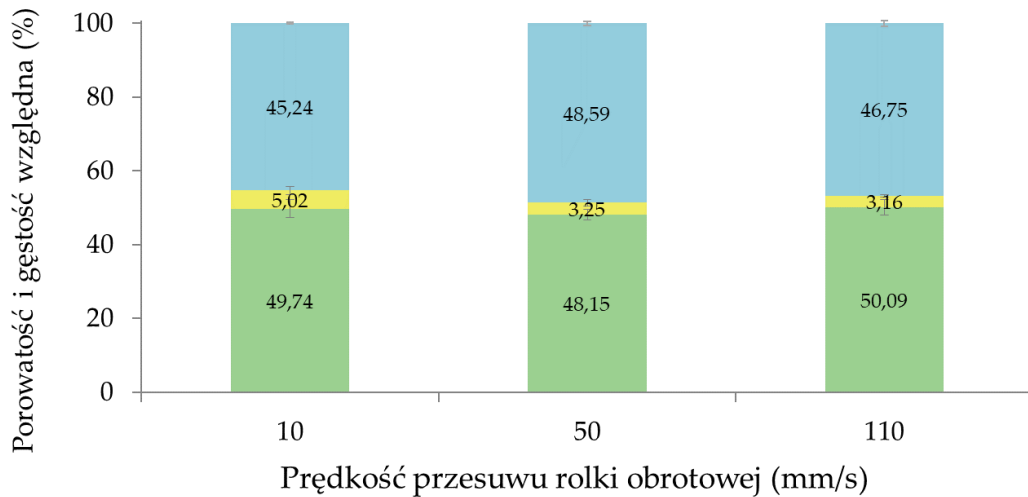


**Rysunek 36.** Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w atmosferze argonu

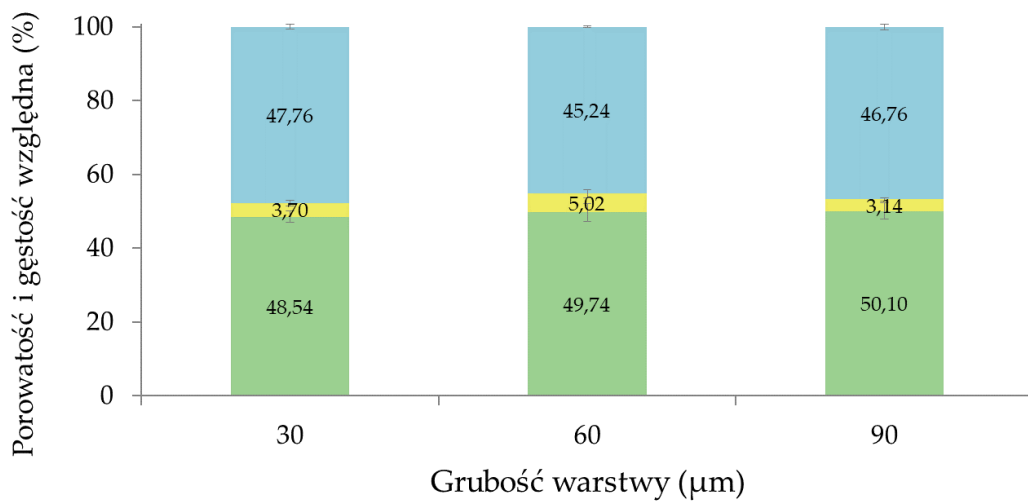
(a) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)



(b) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)



(c) ■ Porowatość otwarta (%) ■ Porowatość zamknięta (%) ■ Gęstość względna (%)



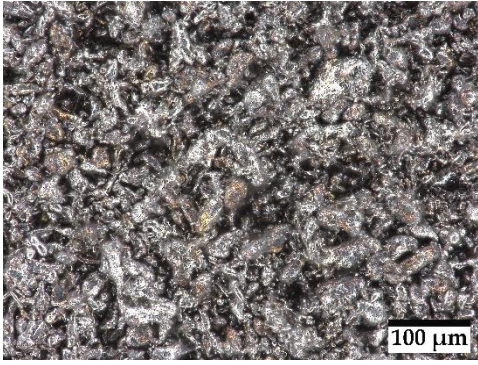
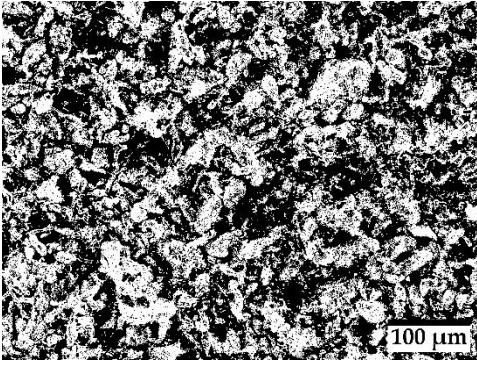

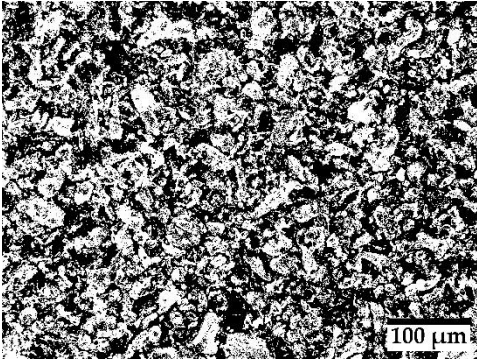
*Rysunek 37. Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w atmosferze wodoru*

Reprezentatywne zdjęcia cyfrowych obrazów wyjściowych oraz obrazów binarnych, wykonanych w celu wyznaczenia porowatości poszczególnych części, zaprezentowano w Tabelach 14-17.

**Tabela 14.** Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennego poziomu nasycenia spoiwem

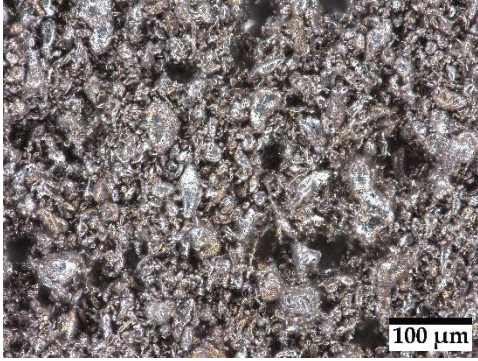
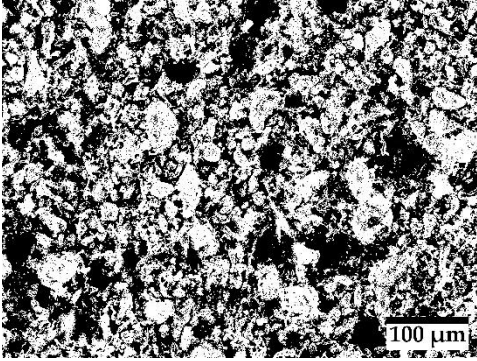

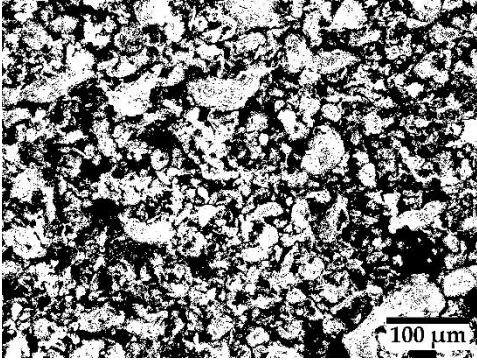
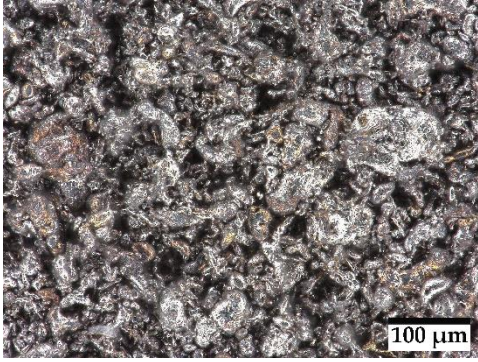
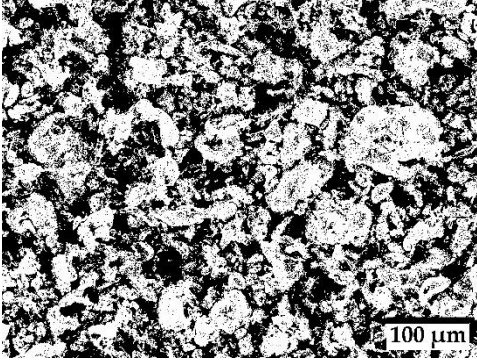
		Obraz cyfrowy	Obraz binarny
Poziom nasycenia spoiwem	25%		
	55%		
	80%		
	100%		

**Tabela 15.** Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej

		Obraz cyfrowy	Obraz binarny
		Prędkość przesuwu rolki obrotowej	10 mm/s
	50 mm/s		
	110 mm/s		



**Tabela 16.** Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennej grubości warstwy

		Obraz cyfrowy	Obraz binarny
Grubość warstwy	30 $\mu\text{m}$		
	60 $\mu\text{m}$		
	90 $\mu\text{m}$		

**Tabela 17.** Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennej atmosfery spiekania

		Obraz cyfrowy	Obraz binarny
Atmosfera spiekania	próżnia		
	argon		
	wodór		

W Tabeli 18 przedstawiono wyniki pomiarów porowatości oraz geometrycznych cech jej kształtu przeprowadzonych za pomocą mikroskopu optycznego. Wyznaczono także obwód, średnicę Fereta, która określana jest jako metoda szacowania wielkości obiektu oraz współczynnik kształtu stanowiący często miarę dla stopnia wydłużenia obiektu w stosunku do kuli [160]. Zdjęcia wykonano przy powiększeniu 500×. Badaniom poddano wybrane warianty próbek. Obrazy cyfrowe przekształcono w obrazy binarne i obliczono procentowy udział pustek.



**Tabela 18.** Wyniki pomiaru porowatości oraz geometrycznych cech jej kształtu uzyskane dla spieków wykonanych z proszku ALC100, określone za pomocą metod analizy obrazu

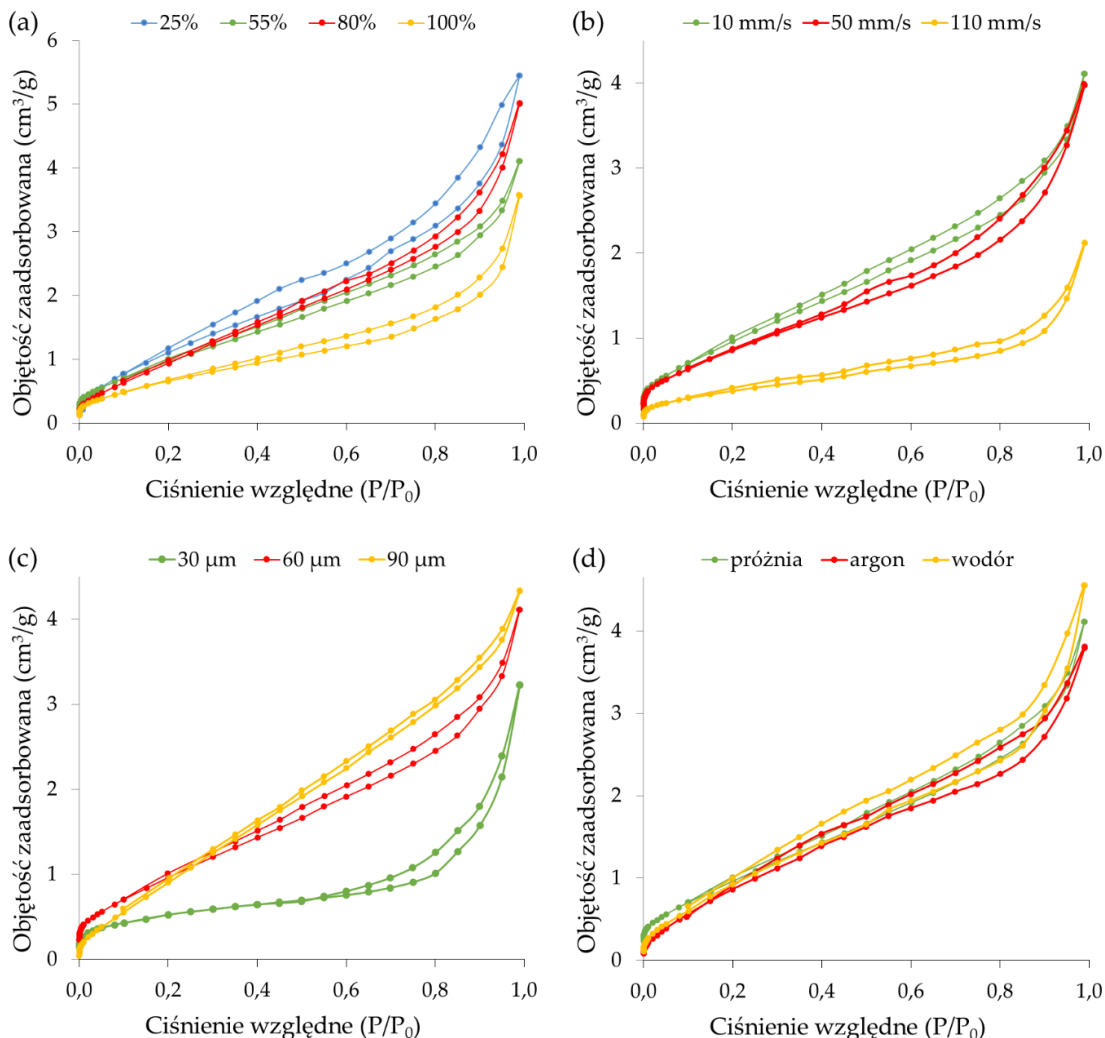
Oznaczenie	Obwód (μm)	Średnica Fereta - poziom (μm)	Średnica Fereta - pion (μm)	Współczynnik kształtu	Porowatość (%)
Poziom nasycenia spoiwem					
<b>25%</b>	10,35 ± 0,63	1,82 ± 0,15	1,72 ± 0,15	1,05 ± 0,01	48,03 ± 0,75
<b>55%</b>	9,83 ± 0,24	1,83 ± 0,04	1,77 ± 0,02	1,03 ± 0,01	44,14 ± 0,09
<b>80%</b>	5,22 ± 0,59	1,07 ± 0,10	1,04 ± 0,09	1,03 ± 0,01	44,12 ± 0,14
<b>100%</b>	8,26 ± 0,14	1,86 ± 0,04	1,79 ± 0,02	1,04 ± 0,01	33,52 ± 0,47
Prędkość przesuwu rolki obrotowej					
<b>10 mm/s</b>	9,83 ± 0,24	1,83 ± 0,04	1,77 ± 0,02	1,03 ± 0,01	44,14 ± 0,09
<b>50 mm/s</b>	9,98 ± 0,28	1,80 ± 0,03	1,74 ± 0,04	1,03 ± 0,01	45,17 ± 0,71
<b>110 mm/s</b>	9,36 ± 0,37	1,87 ± 0,08	1,78 ± 0,07	1,05 ± 0,01	40,15 ± 0,49
Grubość warstwy					
<b>30 μm</b>	11,05 ± 0,26	2,01 ± 0,02	1,91 ± 0,02	1,05 ± 0,01	42,16 ± 0,20
<b>60 μm</b>	9,83 ± 0,24	1,83 ± 0,04	1,77 ± 0,02	1,03 ± 0,01	44,14 ± 0,09
<b>90 μm</b>	9,65 ± 0,06	1,84 ± 0,05	1,78 ± 0,04	1,03 ± 0,01	44,40 ± 0,50
Atmosfera spiekania					
<b>próżnia</b>	9,83 ± 0,24	1,83 ± 0,04	1,77 ± 0,02	1,03 ± 0,01	44,14 ± 0,09
<b>argon</b>	9,51 ± 0,32	1,83 ± 0,03	1,83 ± 0,05	1,03 ± 0,01	38,46 ± 1,03
<b>wodór</b>	10,43 ± 0,19	1,64 ± 0,01	1,66 ± 0,03	1,04 ± 0,01	48,89 ± 0,19

Wyniki porowatości uzyskane za pomocą analizy obrazu pozostają w pełnej zgodności z rezultatami otrzymanymi metodą ważenia próbek na powietrzu i w wodzie. Wartości uzyskane z analizy obrazu korespondują z wynikami porowatości otwartej wyznaczonej w oparciu o prawo Archimedesesa. Stopień wydłużenia w stosunku do kuli określany jest za pomocą współczynnika kształtu. Dla koła bądź kwadratu współczynnik ten wynosi 1, natomiast dla kształtów wydłużonych osiąga wyższe wartości. Wszystkie badane materiały charakteryzował wydłużony kształt porowatości. Większy stopień wydłużenia porów zaobserwowano dla próbek, które wykonano przy skrajnych poziomach nasycenia spoiwem, tak jak 25% lub 100%, a także przy bardzo wysokiej prędkości przesuwu rolki obrotowej (110 mm/s) i najmniejszej grubości warstwy, odpowiadającej wielkości cząstek proszku (30 μm).

#### 7.1.9. Wyznaczenie powierzchni właściwej spieków oraz objętości i wielkości porów

Izotermy adsorpcji i desorpcji azotu wyznaczone metodą sorpcji fizycznej zarejestrowane dla spieków wykonanych z proszku ALC100 przedstawiono na Rysunku 38. Zarówno izotermy, jak i pętle histerezy adsorpcji gazu stanowią odzwierciedlenie struktury porów materiału porowatego [212]. Zgodnie z ogólnie przyjętą klasyfikacją wg IUPAC (Międzynarodowa Unia Chemii Czystej i Stosowanej) otrzymane izotermy można nazwać izotermami typu IV, które opisują mezoporowate adsorbenty o silnym powinowactwie [213]. Powstałe izotermy charakteryzują się obecnością pętli histerezy typu H3, która związana jest z wypełnianiem (adsorpcją)/opróżnianiem

(desorpcją) mezoporów gazem na drodze kondensacji kapilarnej [214]. Ten typ pętli histerezy charakterystyczny jest dla materiałów o porach szczelinowych [213].



**Rysunek 38.** Izotermy adsorpcji i desorpcji azotu dla spieków z proszku ALC100 wytworzonych przy zmiennym: (a) nasyceniu spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej, (c) grubości warstwy oraz (d) atmosferze spiekania

W Tabeli 19 zaprezentowano wyniki pomiarów parametrów teksturalnych dla poszczególnych analizowanych wariantów próbek.

Powierzchnia właściwa wyznaczona metodą BET określa całkowitą powierzchnię właściwą materiału włączając w to również pole powierzchni wewnętrznej cząstek. Wewnętrzne obszary powierzchni obejmują mikropęknięcia i mikroporowatości, które dostępne są dla cząsteczek gazu N<sub>2</sub> [57].



**Tabela 19.** Wartości parametrów teksturalnych spieków z proszku ALC100 wytworzonych w zależności od zastosowanego nasycenia spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej, grubości warstwy oraz atmosfery spiekania

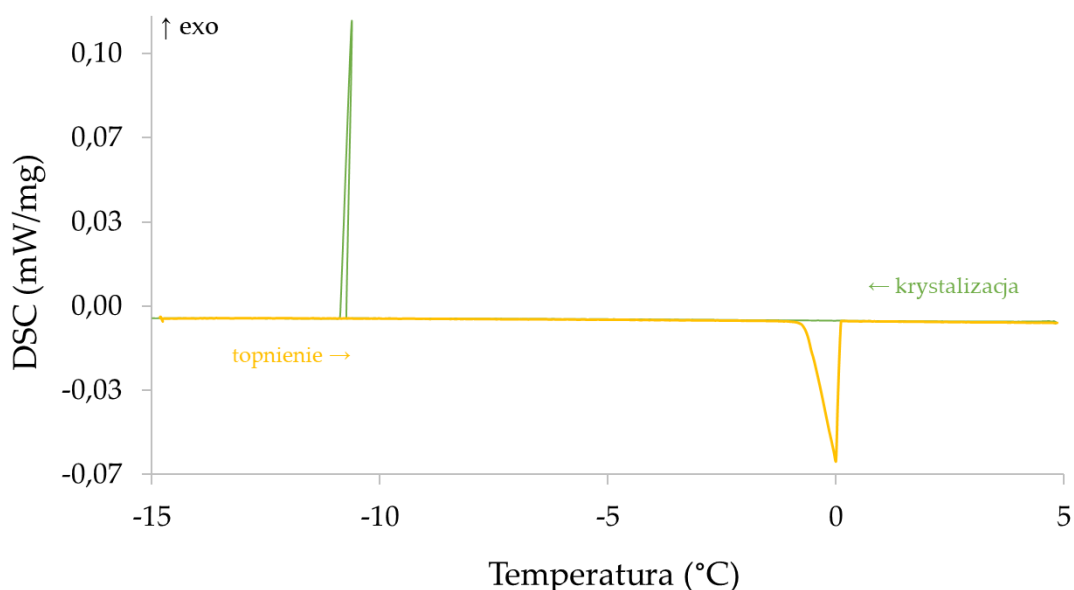
Oznaczenie	Powierzchnia właściwa BET (m <sup>2</sup> /g)	Objętość właściwa porów (cm <sup>3</sup> /g)			Rozmiar porów (nm)	
		Całkowita objętość porów przy P/P <sub>0</sub> = 0,99	Objętość porów BJH	Objętość porów DR	Średnia średnica porów	Średnia średnica porów BJH
Poziom nasycenia spoiwem						
<b>25%</b>	4,953	0,00922	0,00755	0,00106	6,742	1,937
<b>55%</b>	4,156	0,00693	0,00566	0,00112	6,133	1,943
<b>80%</b>	4,822	0,00879	0,00713	0,00135	6,449	2,194
<b>100%</b>	2,733	0,00587	0,00402	0,00108	8,101	1,693
Prędkość przesuwu rolki obrotowej						
<b>10 mm/s</b>	4,156	0,00693	0,00566	0,00112	6,133	1,943
<b>50 mm/s</b>	3,568	0,00658	0,00542	0,00116	6,915	1,690
<b>110 mm/s</b>	1,494	0,00337	0,00231	0,00096	8,805	3,416
Grubość warstwy						
<b>30 μm</b>	1,742	0,00501	0,00489	0,00078	11,496	1,940
<b>60 μm</b>	4,156	0,00693	0,00566	0,00112	6,133	1,943
<b>90 μm</b>	5,335	0,00814	0,00673	0,00112	5,044	2,193
Atmosfera spiekania						
<b>próżnia</b>	4,156	0,00693	0,00566	0,00112	6,133	1,943
<b>argon</b>	4,247	0,00685	0,00584	0,00103	5,542	3,054
<b>wodór</b>	4,458	0,00779	0,00639	0,00113	6,119	1,691

Analizując uzyskane wyniki zaobserwowano, że zastosowanie saturacji na poziomie od 25% do 80% zapewnia uzyskanie zbliżonych wartości powierzchni właściwej BET w zakresie od 4,156 m<sup>2</sup>/g do 4,953 m<sup>2</sup>/g. Podniesienie poziomu nasycenia spoiwem do 100% powoduje spadek powierzchni BET w stosunku do pozostałych próbek o około 35-45%. Wraz ze wzrostem prędkości przesuwu rolki obrotowej z 10 mm/s do 50 mm/s następuje spadek powierzchni właściwej o około 15%. Kolejne podniesienie prędkości z 50 mm/s do 110 mm/s powoduje obniżenie wyniku o 58%. Podczas zwiększenia grubości warstwy z 30 μm do 60 μm następuje prawie 2,5-krotny wzrost powierzchni właściwej próbki. Następnie przy grubości warstwy 90 μm powierzchnia właściwa BET wzrasta 1,3-krotnie. Porównując wpływ zastosowanej atmosfery spiekania zaobserwowano, że powierzchnia właściwa mieści się w zakresie od 4,156 m<sup>2</sup>/g do 4,458 m<sup>2</sup>/g. Na tej podstawie można zauważyć, że parametry druku mają wpływ na wartość powierzchni właściwej BET. Zaś atmosfera spiekania stosowana dla próbek drukowanych w stałych warunkach nie miała znaczącego wpływu na uzyskane wartości powierzchni właściwej. Odnotowane różnice pomiędzy uzyskanymi wynikami wyniosły około 7%. Zasadniczo, wraz ze wzrostem zmierzonej wartości powierzchni właściwej obserwuje się wzrost objętości i spadek średnicy porów. Przeważający udział stanowi mezoporowatość opisana parametrem BJH. Co więcej, wysoka powierzchnia właściwa materiału przy mezoporowatej strukturze i mniejszym rozmiarze porów może prowadzić do powstania kanałów kontaktu z powierzchnią międzyfazową struktur mezoporowatych i ułatwiać dyfuzję jonów w porach podpowierzchniowych [215].

### 7.1.10. Termoporometria DSC

Termoporometria to metoda badawcza pozwalająca na określenie rozkładu wielkości porów materiału na podstawie zależności temperatury topnienia lodu od średnicy porów. Dla spieku wykonanego z proszku ALC100, przy ustalonym 80-procentowym poziomie nasycenia spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej wynoszącej 10 mm/s i grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$ , przeprowadzono pomiar z zastosowaniem różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC) jako metody termoporometrycznej. Uzyskane wyniki porównano z rezultatami otrzymanymi metodą adsorpcji/desorpcji  $\text{N}_2$ .

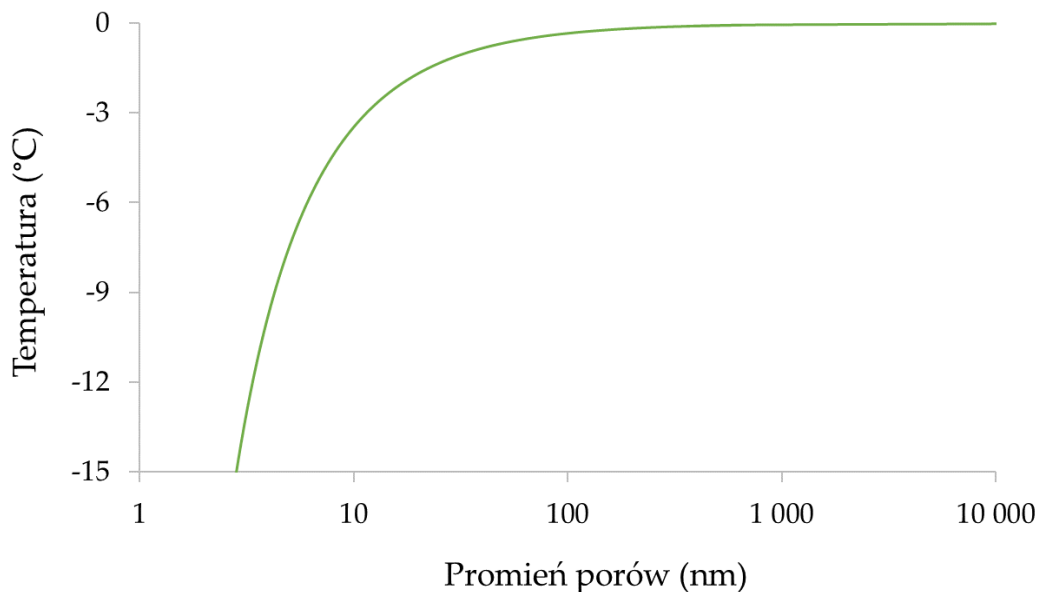
Na Rysunku 39 zaprezentowano zarejestrowaną podczas pomiarów krzywą DSC. Zaobserwowany podczas chłodzenia efekt egzotermiczny, w temperaturze  $-10,6^\circ\text{C}$ , był spowodowany krystalizacją wody wewnątrz mezoporów. Na krzywej nagrzewania w temperaturze około  $0^\circ\text{C}$  wykryto efekt endotermiczny związany z procesem topnienia wody wewnątrz mezoporów [216]. Lód w największych porach topił się w temperaturze rozpoczęcia przemiany ( $T_{\text{onset}}$ ) wynoszącej  $-0,649^\circ\text{C}$ , zaś temperatura w ekstremum efektu ( $T_{\text{max}}$ ), wynosząca dla badanej próbki  $-0,002^\circ\text{C}$ , odpowiadała procesowi topnienia wody w porach o średniej wielkości [217]. Temperatura ekstrapolowanego końca przemiany  $T_{\text{endset}}$  wynosiła  $0,107^\circ\text{C}$ . Entalpia topnienia ( $\Delta H$ ), wyznaczona jako pole powierzchni efektu endotermicznego, wynosiła  $332 \text{ J/g}$  i była nieznacznie niższa od standardowej entalpii topnienia lodu, która wynosi  $334 \text{ J/g}$ . Efekt ten może być związany z oddziaływaniem powierzchni porów z zawartą w nich wodą [158].



**Rysunek 39.** Zmiany strumienia ciepła zarejestrowane podczas procesu krystalizacji oraz topnienia wody zawartej wewnątrz porowatości spieku wykonanego z proszku ALC100

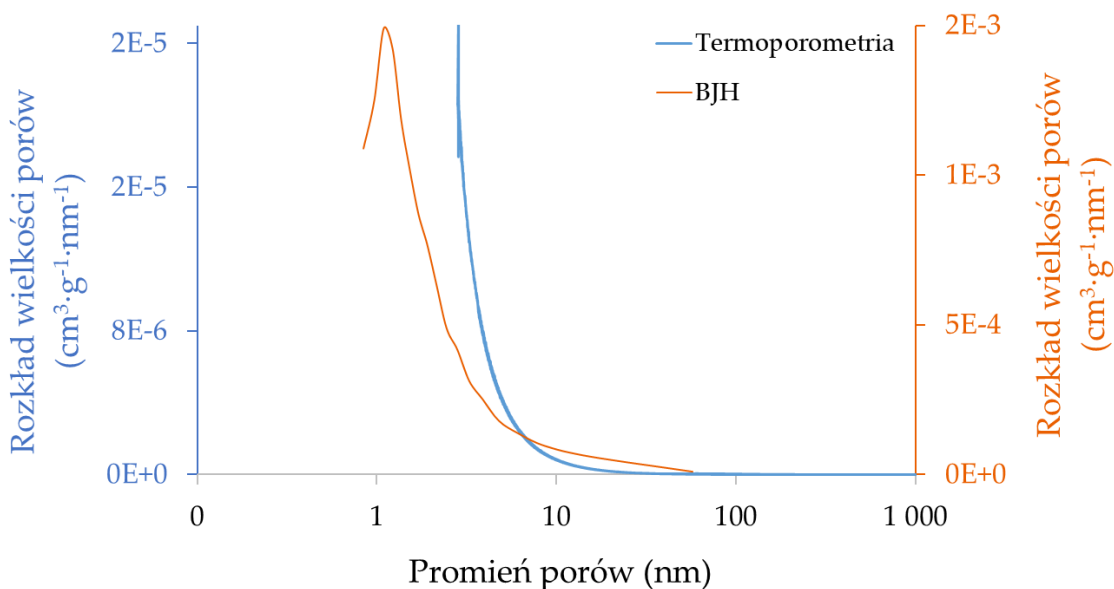
Na Rysunku 40 przedstawiono krzywą temperatury topnienia lodu w zależności od zmienności promienia porów. Wraz ze wzrostem wielkości porów nastąpił wzrost temperatury topnienia lodu. Zaobserwowano, że dla porów o promieniu nieprzekraczającym 10 nm nastąpił gwałtowny wzrost temperatury od wartości  $-15^\circ\text{C}$  do wartości około  $-3,5^\circ\text{C}$ . Następnie dynamika zmian zwolniła dla porów o wartości promienia w zakresie od 10 nm do 100 nm. Temperatura topnienia lodu w tym przedziale wzrosła do wartości  $-0,3^\circ\text{C}$ . Dla porów o promieniu powyżej

100 nm nastąpił nieznaczny wzrost temperatury topnienia lodu. Zaś dla porów o promieniu 1000 nm i więcej temperatura topnienia była praktycznie niezmienna i wynosiła  $-0,002^{\circ}\text{C}$ .



**Rysunek 40.** Zależność pomiędzy temperaturą a zmianami promienia porów przy zastosowaniu wody jako środka wypełniającego porowatość spieku

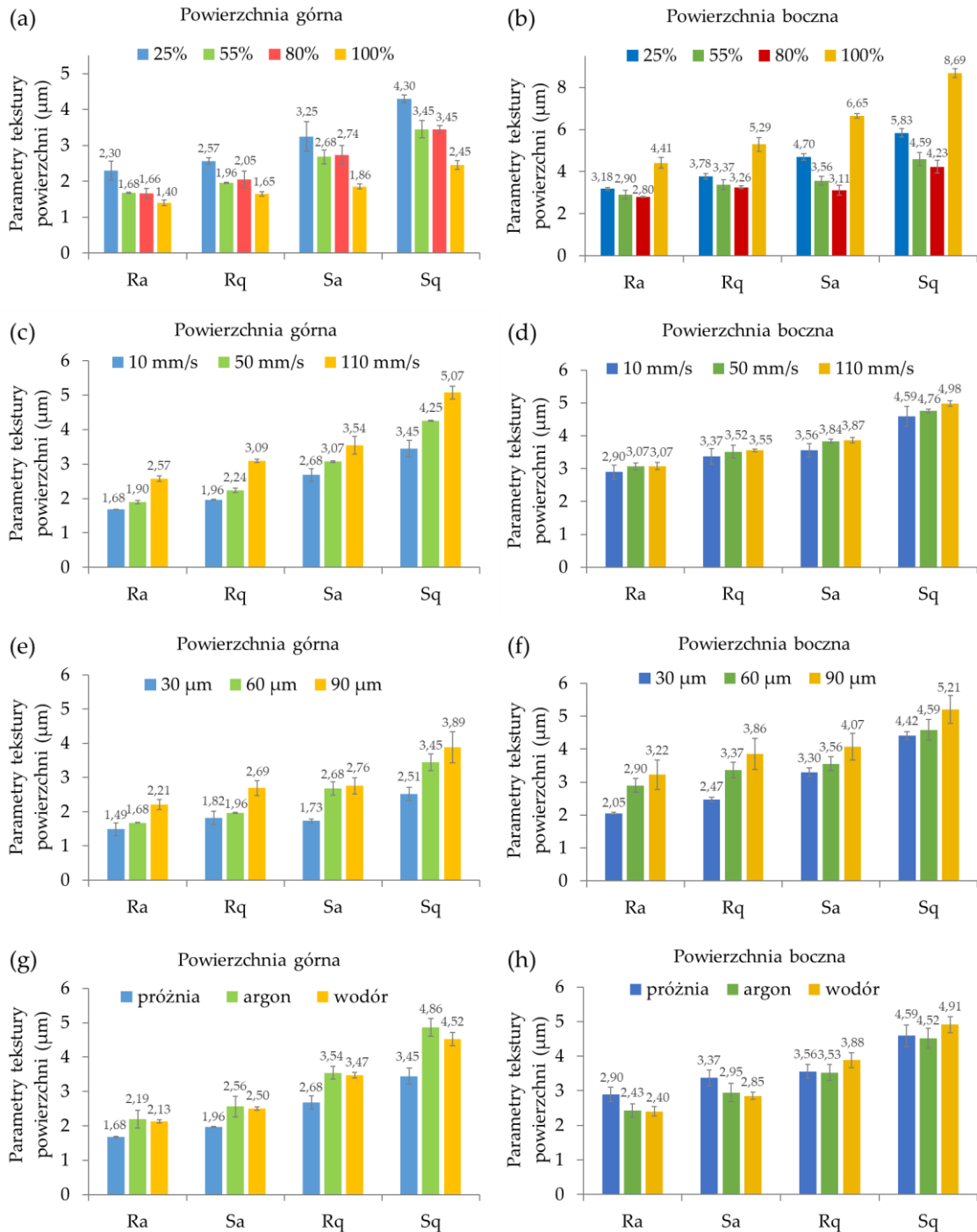
Na Rysunku 41 przedstawiono porównanie wyników rozkładu wielkości porów uzyskanych z pomiaru metodą termoporometryczną oraz w wyniku analizy metodą BJH adsorpcji/desorpcji azotu. Otrzymane krzywe mają podobny charakter i przebieg. Krzywa uzyskana z analizy termoporometrycznej przesunięta jest do zakresu wyższych wartości względem krzywej otrzymanej z pomiaru metodą BJH. Podobne zależności zaobserwowali także inni autorzy [216]. Niewielkie rozbieżności wyników rozkładu wielkości porów można przypisać różnym warunkom analizy oraz różnym założeniom teoretycznym obydwu technik. Ponadto należy zwrócić uwagę na fakt, że metoda BJH może powodować niedoszacowanie wielkości porów [216].



**Rysunek 41.** Krzywe rozkładu wielkości porów uzyskane z metody termoporometrii i BJH

### 7.1.11. Badania chropowatości powierzchni

Charakteryzując topografię powierzchni chropowatość najlepiej wyrazić w sposób ilościowy za pomocą parametrów tekstury takich jak np.  $S_a$  (ISO 25178 [168]). Opisywanie powierzchni wytworzonych metodami addytywnymi wyłącznie za pomocą jednoliniowego parametru  $R_a$  może być niewystarczające [218]. Na Rysunku 42 przedstawiono wyniki parametrów tekstury powierzchni próbek z proszku ALC100. Porównano wartości parametrów  $R_a$ ,  $R_q$  oraz  $S_a$  i  $S_q$ .



**Rysunek 42.** Wpływ (a-b) poziomu nasycenia spoiwem, (c-d) prędkości przesuwu rolki obrotowej, (e-f) grubości warstwy i (g-h) atmosfery spiekania na chropowatość powierzchni; gdzie: powierzchnia górna oznacza płaszczyznę XY, a powierzchnia boczna płaszczyznę YZ





W tradycyjnych procesach produkcyjnych niższe wartości parametrów tekstury powierzchni postrzegane są jako wskaźnik gładziej powierzchni. Jednakże w wyniku procesów wytwarzania przyrostowego w najwyższych punktach powierzchni obecne mogą być dodatkowe cząstki proszku, co może skutkować asymetrią wyników [218]. Uzyskane zależności dla poszczególnych zmiennych parametrów druku obserwowane pomiędzy parametrami  $R_a$  i  $S_a$  były jednak zbliżone. Podobną tendencję obserwowano przy porównaniu wyników uzyskanych dla parametrów  $R_q$  i  $S_q$ .

Niezależnie od stosowanych parametrów druku powierzchnie górne próbek (płaszczyzna XY) charakteryzowały się niższą chropowatością niż powierzchnie boczne (płaszczyzna YZ). Zakres otrzymanych wartości parametru  $S_a$  dla powierzchni górnej wynosił 1,65–3,09  $\mu\text{m}$ , a dla powierzchni bocznej 2,47–5,29  $\mu\text{m}$ . Górna powierzchnia próbki jest powierzchnią kontaktu z rolką obrotową, która rozprawdza proszek na stole roboczym, jednocześnie wygładzając obszar pokryty materiałem. Uzasadnia to niższą chropowatość powierzchni górnej. Z kolei wyższą chropowatość powierzchni bocznej przypisuje się warstwowej strukturze próbki powstałej w procesie drukowania [186].

Wartości otrzymane dla analizowanych parametrów  $R_a$ ,  $R_q$ ,  $S_a$  i  $S_q$  są ściśle powiązane z wynikami gęstości i porowatości próbek. Analizując wyniki uzyskane na powierzchniach górnych dla zmiennego poziomu nasycenia spoiwem (Rysunek 42a) można zaobserwować, że najniższą chropowatością charakteryzował się wariant przygotowany przy saturacji wynoszącej 100%. Najwyższą chropowatość uzyskała próbka wykonana przy udziale lepiszcza na poziomie 25%. Wynika to ze znacznych ubytków cząstek proszku na powierzchni próbki, spowodowanych niewystarczającą ilością dozowanego spoiwa. Natomiast dla powierzchni bocznej próbki ze 100-procentowym poziomem saturacji (Rysunek 42b) parametr  $S_a$  i  $S_q$  wzrósł 3,5-krotnie w porównaniu z powierzchnią górną. Wynika to z przesylenia próbki lepiszczem, które spowodowało efekt rozplywania się proszku w kierunkach X i Y i przyczyniło się do uzyskania nierównomiernej struktury powierzchni bocznej. Analizując wpływ prędkości przesuwu rolki obrotowej można zauważyć wzrostową zależność tej wartości wraz ze wzrostem prędkości (Rysunki 42c-d). Wyższa chropowatość wynika z licznych ubytków w warstwie wierzchniej próbek, co potwierdzają zdjęcia zaprezentowane w podrozdziale 7.1.4. Przy analizie wpływu grubości warstwy na chropowatość powierzchni górnej oraz bocznej (Rysunki 42e-f) zaobserwowano, że parametry  $S_a$  i  $S_q$  miały tendencję raczej wzrostową odpowiadającą zwiększaniu grubości warstwy. Taką zależność parametru  $S_a$  od grubości warstwy w swojej pracy zaobserwowali także Zhang i in. [186]. Analizując wpływ atmosfery spiekania na chropowatość powierzchni górnych badanych próbek można zauważyć, że spiekanie w próżni pozwoliło na uzyskanie niższej chropowatości powierzchni. Na powierzchni XY (Rysunek 42g) próbki spiekane w atmosferze argonu miały najwyższą chropowatość, podczas gdy na powierzchni bocznej (Rysunek 42h) wyższą chropowatością cechowały się próbki spiekane w wodrze.

Parametry skośności ( $S_{sk}$ ) i kurtozy ( $S_{ku}$ ) zaprezentowano w Tabeli 20. Zasadniczo spiekane próbki charakteryzowały się chropowatą powierzchnią z obecnością głębokich szczelin. Skośność i kurtoza to parametry, które wykorzystywane są do opisu rozkładu wysokości szczytów i głębokości dolin. Opis parametrów  $S_{sk}$  i  $S_{ku}$  dla powierzchni bocznej ze względu na obecność cech wklęsłych nie jest w pełni miarodajny [163]. W związku z tym podczas omawiania wyników skoncentrowano się na rezultatach otrzymanych w wyniku pomiarów prowadzonych przede wszystkim na powierzchni górnej.



**Tabela 20.** Parametry tekstury powierzchni próbek z proszku ALC100 wytworzonych przy zmiennej: saturacji, prędkości przesuwu rolki, grubości warstwy oraz atmosferze spiekania

Oznaczenie	Powierzchnia górna (XY)		Powierzchnia boczna (YZ)	
	Skośność ( $S_{sk}$ )	Kurtoza ( $S_{ku}$ )	Skośność ( $S_{sk}$ )	Kurtoza ( $S_{ku}$ )
Poziom nasycenia spoiwem				
<b>25%</b>	$-0,36 \pm 0,19$	$3,87 \pm 0,39$	$-0,03 \pm 0,01$	$2,83 \pm 0,08$
<b>55%</b>	$-0,67 \pm 0,28$	$3,95 \pm 0,48$	$-0,37 \pm 0,17$	$4,15 \pm 0,58$
<b>80%</b>	$1,16 \pm 0,05$	$5,50 \pm 0,22$	$-0,62 \pm 0,24$	$4,95 \pm 0,26$
<b>100%</b>	$-0,21 \pm 0,03$	$4,82 \pm 0,83$	$-0,29 \pm 0,08$	$3,89 \pm 0,37$
Prędkość przesuwu rolki obrotowej				
<b>10 mm/s</b>	$-0,67 \pm 0,28$	$3,95 \pm 0,48$	$-0,37 \pm 0,17$	$4,15 \pm 0,58$
<b>50 mm/s</b>	$-0,73 \pm 0,02$	$5,16 \pm 0,04$	$-0,08 \pm 0,06$	$3,54 \pm 0,31$
<b>110 mm/s</b>	$-0,03 \pm 0,01$	$5,27 \pm 0,96$	$-0,59 \pm 0,10$	$3,81 \pm 0,01$
Grubość warstwy				
<b>30 <math>\mu\text{m}</math></b>	$-0,47 \pm 0,21$	$5,94 \pm 0,87$	$-0,79 \pm 0,15$	$4,84 \pm 0,47$
<b>60 <math>\mu\text{m}</math></b>	$-0,67 \pm 0,28$	$3,95 \pm 0,48$	$-0,37 \pm 0,17$	$4,15 \pm 0,58$
<b>90 <math>\mu\text{m}</math></b>	$-1,10 \pm 0,21$	$5,41 \pm 0,87$	$-0,59 \pm 0,00$	$3,48 \pm 0,00$
Atmosfera spiekania				
<b>próżnia</b>	$-0,67 \pm 0,28$	$3,95 \pm 0,48$	$-0,37 \pm 0,17$	$4,15 \pm 0,58$
<b>argon</b>	$-0,82 \pm 0,03$	$5,14 \pm 0,27$	$-0,51 \pm 0,02$	$3,98 \pm 0,15$
<b>wodór</b>	$-0,56 \pm 0,03$	$4,23 \pm 0,54$	$-0,42 \pm 0,20$	$3,67 \pm 0,25$

Analiza miar opisujących kształt i symetrię rozkładu dowodzi, że skośność ( $S_{sk}$ ) dla większości wariantów wykazała wartości poniżej zera, zaś kurtoza ( $S_{ku}$ ) przekroczyła wartość 3.

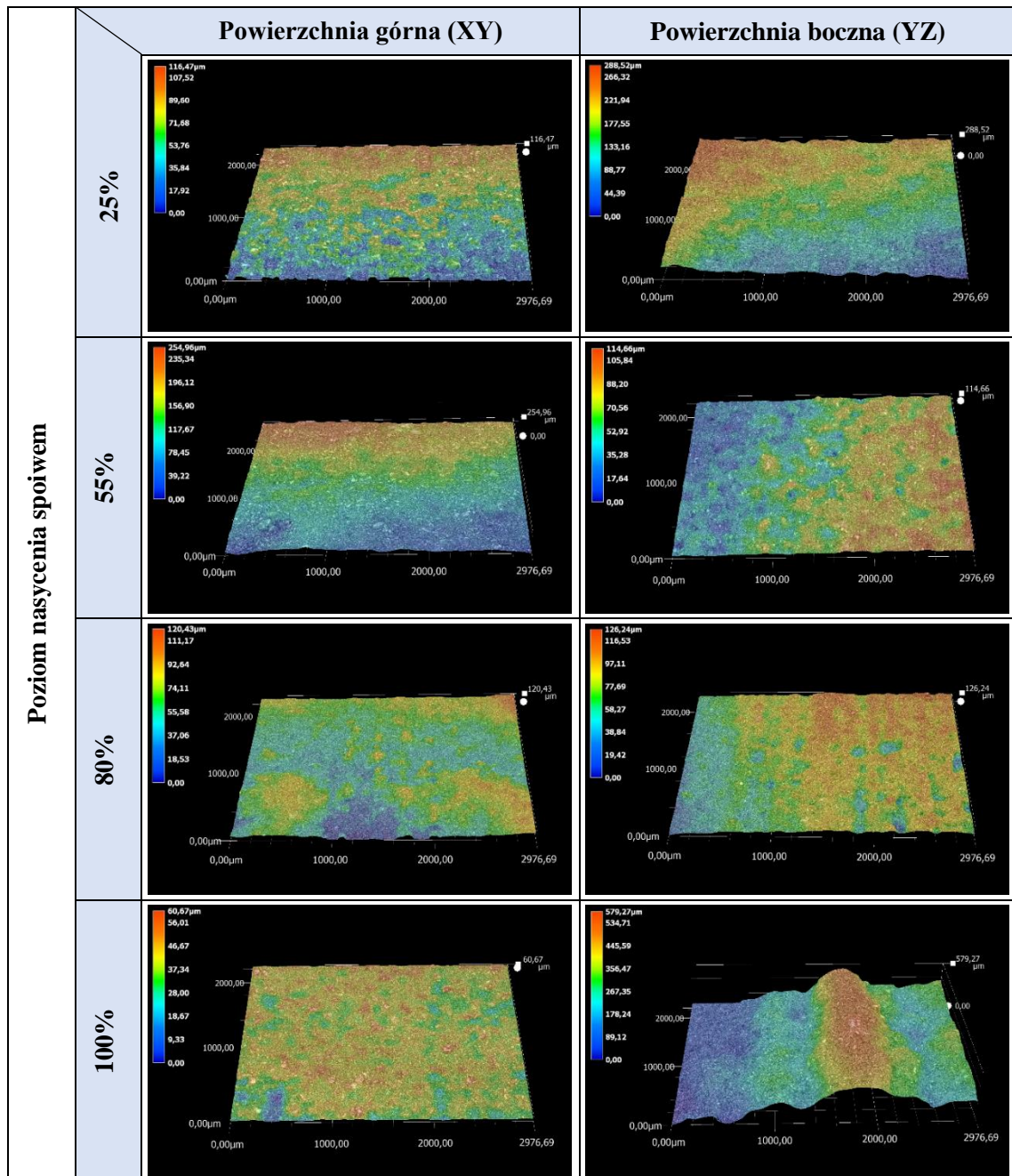
Parametr skośności ( $S_{sk}$ ) to wskaźnik symetrii bądź asymetrii rozkładu. Służy do opisu symetrii dolin oraz szczytów wokół płaszczyzny średniej. Gdy rozkład jest symetryczny, to wartość odczytanej skośności wynosi zero. Oznacza to, że doliny oraz szczyty równomiernie rozmieszczone są wokół płaszczyzny średniej. Gdy skośność przyjmuje wartości ujemne, oznacza to, że powierzchnia zdominowana jest przez doliny. Gdy wartość skośności jest dodatnia, na powierzchni dominują szczyty [163]. Przeważająca ilość próbek charakteryzowała się ujemną wartością  $S_{sk}$  (z wyłączeniem próbki drukowanej przy saturacji 80%, prędkości przesuwu rolki 10 mm/s, grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$ , spiekanej w próżni), co oznacza, że na badanej powierzchni dominowały doliny, a nie szczyty. Parametr  $S_{sk}$  niższy niż zero może być spowodowany występującą porowatością podpowierzchniową, a także obecnością porów otwartych [163].

Kurtoza ( $S_{ku}$ ) jest miarą ekspansji oraz rozkładu wysokości/ostrości powierzchni [219]. Jest nominalną wartością odcięcia, kiedy przyjmuje wartość równoważną 3. Wskazuje na kształt zbliżony do normalnego i opisuje powierzchnię, która charakteryzuje się równomiernym rozłożeniem ostrych oraz spłaszczonych szczytów i dolin. Gdy parametr  $S_{ku}$  przyjmuje wartość  $< 3$ , powierzchnia złożona jest z zagłębień o dużym promieniu krawędzi oraz o spłaszczonych wierzchołkach. Dla powierzchni wytwarzanych metodami przyrostowymi może świadczyć to o mniejszym prawdopodobieństwie inicjacji pęknięć pod obciążeniem w porównaniu do szczytów spiczastych. Jeśli parametr  $S_{ku}$  przyjmuje wartość większą niż 3, oznacza to że powierzchnia posiada ostre szczyty oraz doliny o stosunkowo małym promieniu krawędzi [163].

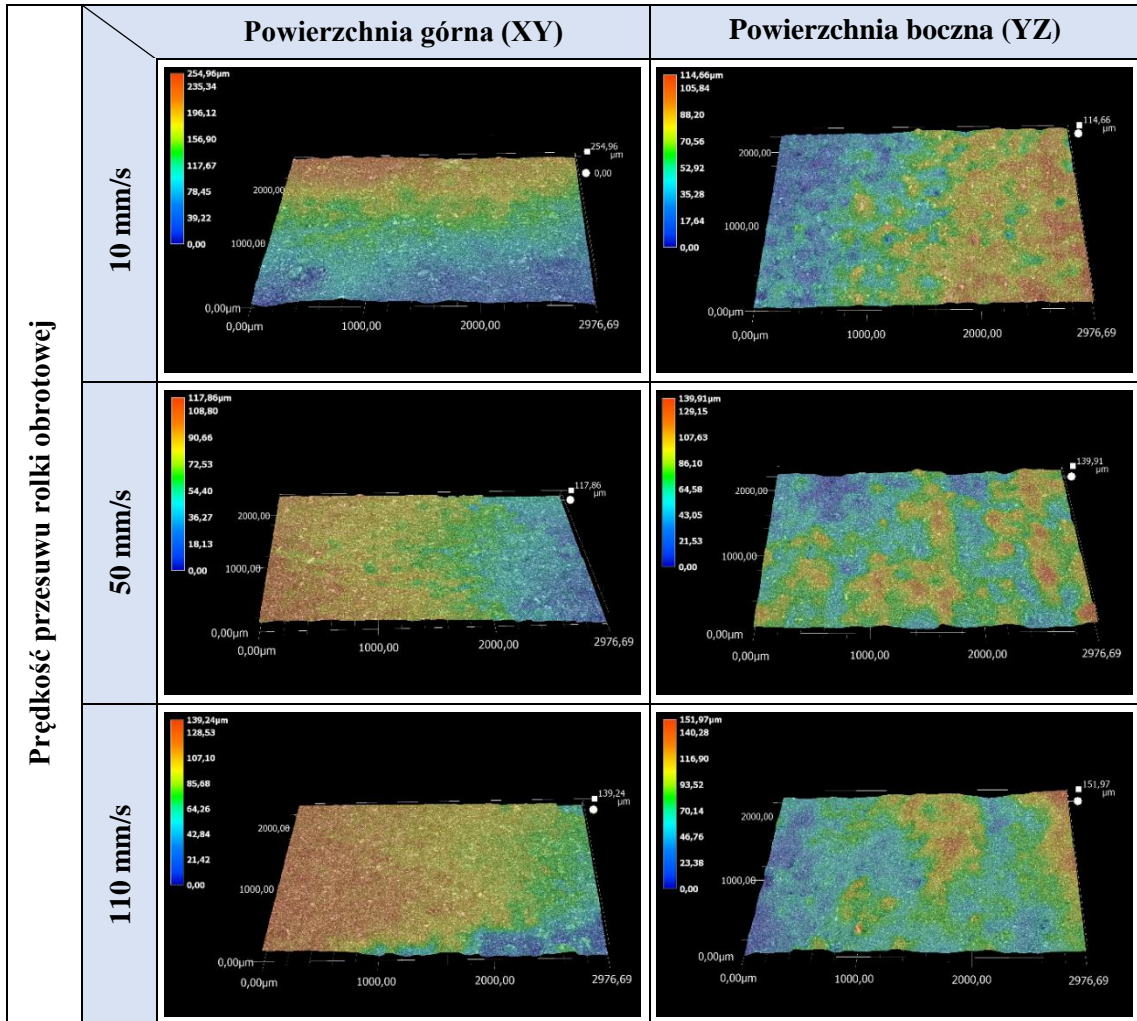
Dla wszystkich powierzchni górnych wartość  $S_{ku}$  przekroczyła 3, co oznacza, że większość szczytów oraz dolin jest ostra. Na uzyskany rezultat wpływa geometria zastosowanego proszku. Im wyższa wartość kurtozy, tym więcej występuje wartości skrajnych. Najwyższą wartość zarejestrowano dla próbki drukowanej przy grubości warstwy równej  $30\ \mu\text{m}$ . Rozkład wysokości na powierzchni charakteryzujący się większym promieniem krawędzi odczytano na powierzchni bocznej próbki drukowanej przy saturacji 25%, ponieważ wartość kurtozy w tym przypadku wyniosła poniżej 3 [220]. Trend wzrostowy wartości  $S_{ku}$  w stosunku do prędkości przesuwu rolki oznacza, że wraz ze wzrostem prędkości na powierzchni próbki dominowały doliny.

Reprezentatywne topografie powierzchni detali drukowanych przy zmiennej: saturacji, prędkości przesuwu rolki, grubości warstwy i atmosferze spiekania przedstawiono w Tabelach 21-24.

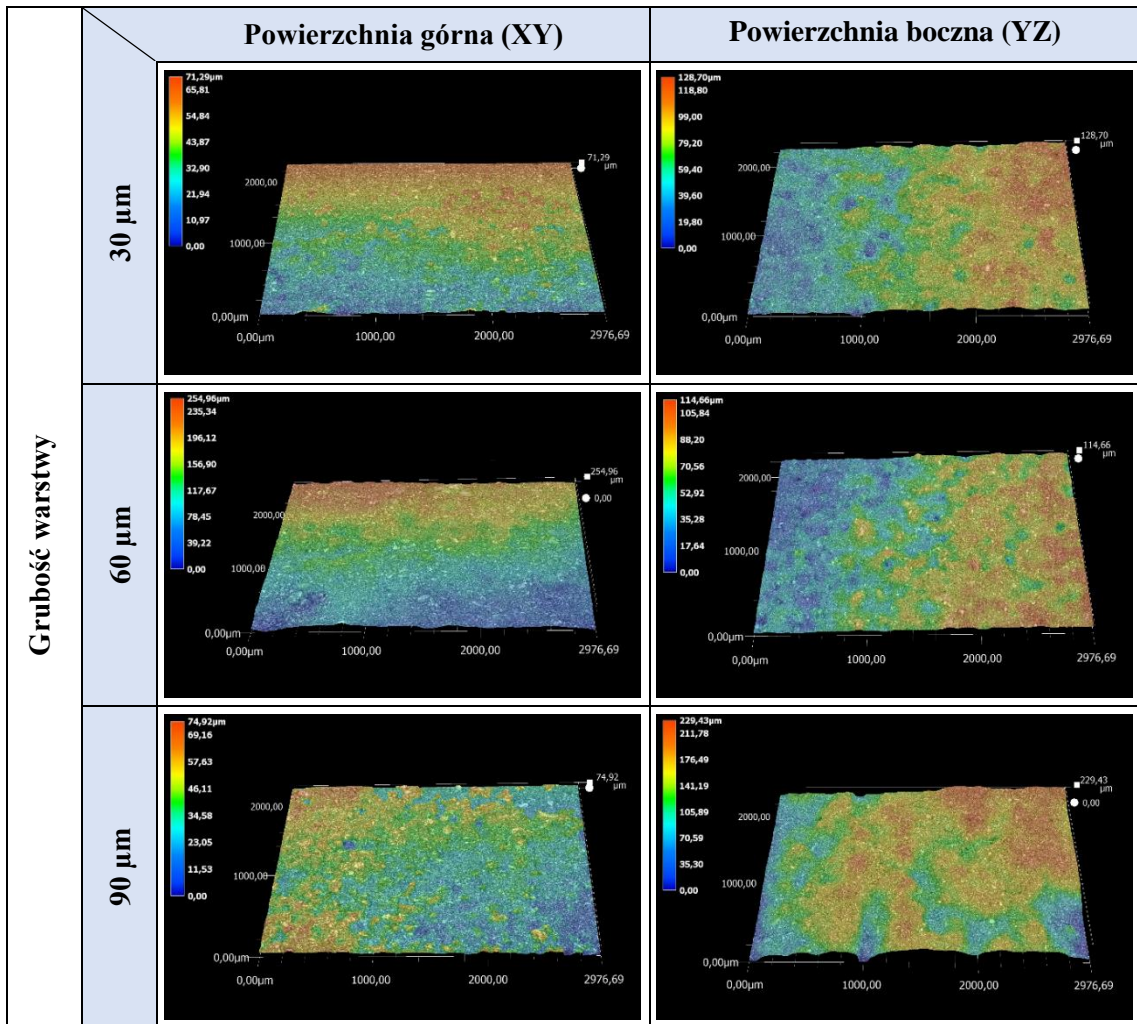
*Tabela 21. Topografie powierzchni próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennej saturacji*



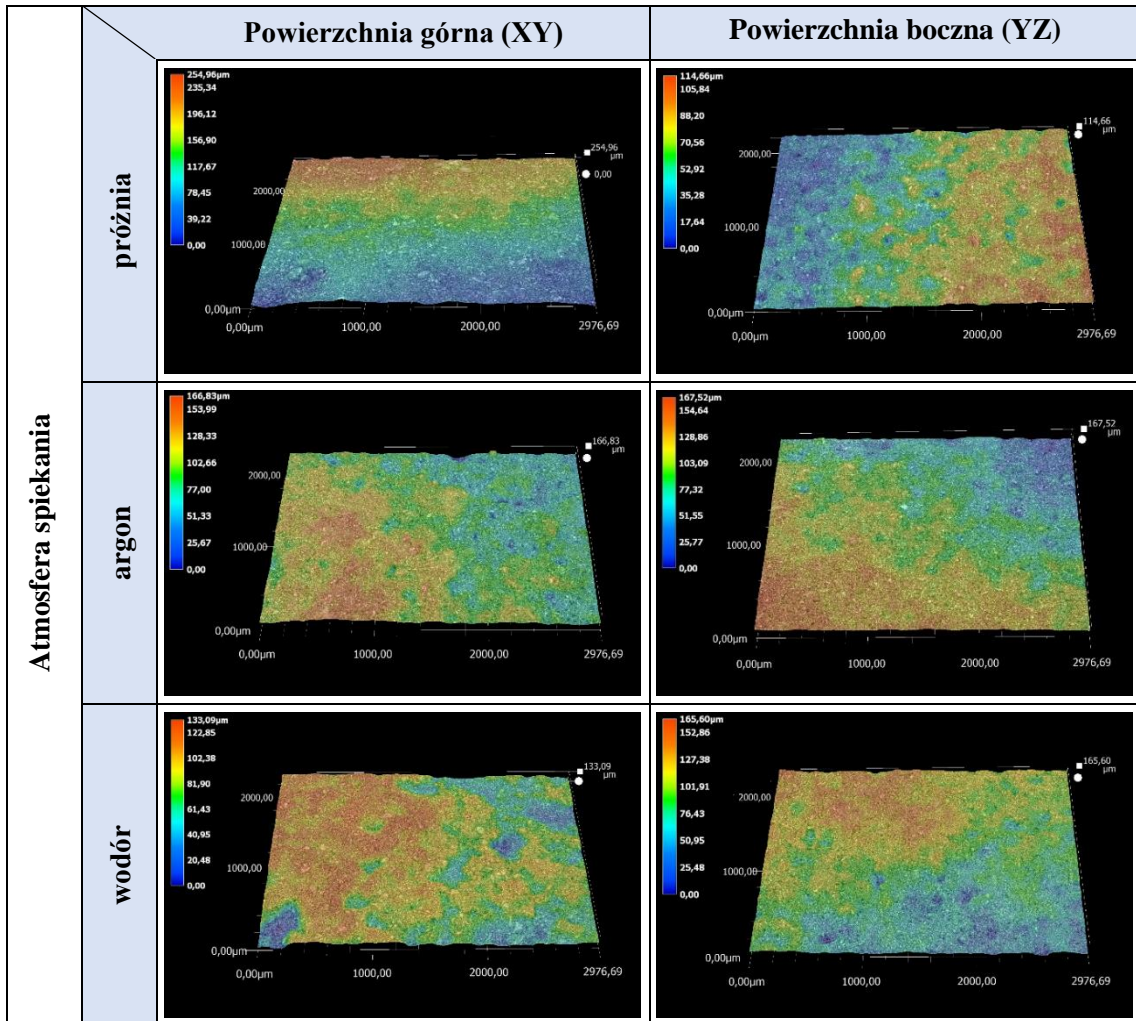
*Tabela 22. Topografie powierzchni próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7)*



*Tabela 23. Topografie powierzchni próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennej grubości warstwy (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7)*

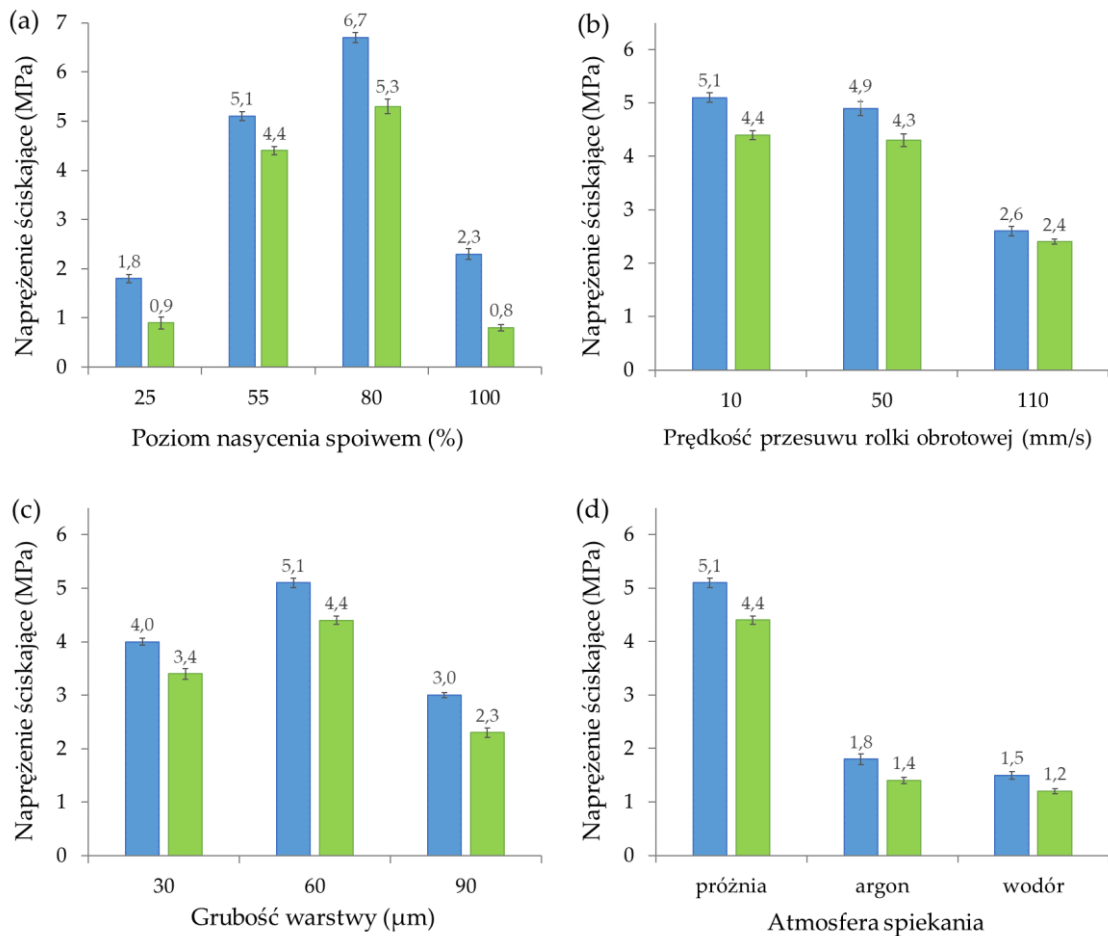


**Tabela 24.** Topografie powierzchni próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziomie nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60 μm, spiekanych w przy zmiennej atmosferze ochronnej



### 7.1.12. Badania wytrzymałości na ściskanie

Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie spiekanych próbek wytworzonych przy zmiennym: poziomie nasycenia spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej, grubości warstwy oraz atmosferze spiekania przedstawiono na Rysunku 43. Próbkę ściskano w dwóch kierunkach w odniesieniu do kierunku drukowania obiektu. Siłę ściskającą przykładano w kierunku równoległym (płaszczyzna XY) oraz prostopadłym (płaszczyzna YZ) względem osi Z (kierunek drukowania).

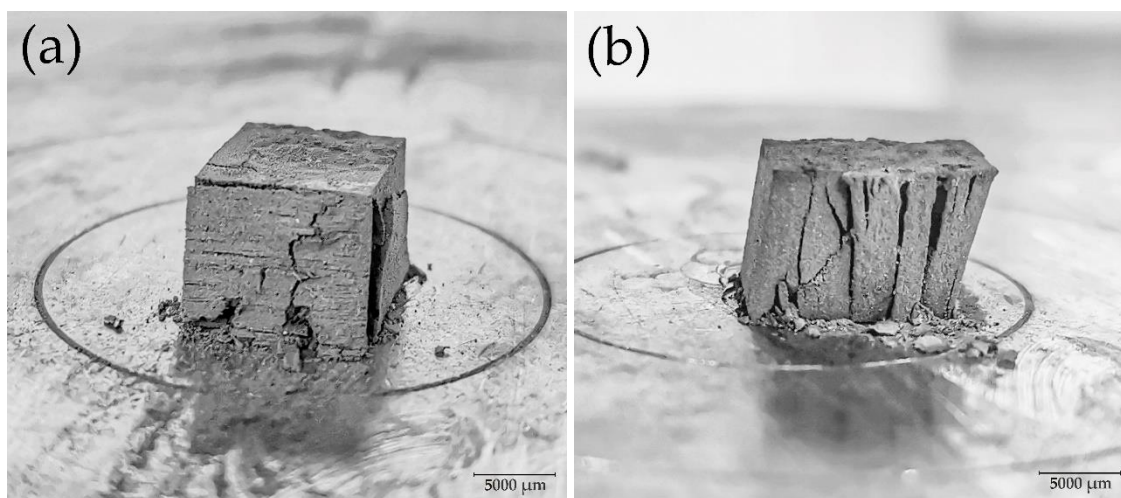


**Rysunek 43.** Wytrzymałość na ściskanie spiekanych próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennym: (a) poziomie nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej, (c) grubości warstwy, oraz (d) atmosferze spekania. Siłę ścisającą przykładano w kierunku równoległym (niebieskie słupki na wykresach) oraz prostopadłym (zielone słupki na wykresach) względem kierunku drukowania części

Wszystkie wytworzone warianty próbek ściskane w kierunku równoległym do kierunku drukowania charakteryzowały się wyższą wytrzymałością niż próbki ściskane w kierunku prostopadłym. W zależności od zastosowanych parametrów druku wytrzymałość części w kierunku równoległym do osi Z mieściła się w zakresie od 1,5 MPa do 6,7 MPa. W wyniku badania przeprowadzonego w kierunku prostopadłym odnotowano spadek wytrzymałości w stosunku do tych wartości od około 10%, a nawet do 65% w przypadku próbek o skrajnych parametrach (takich jak saturacja na poziomie 25% lub 100%). Zasadniczo zależności pomiędzy poszczególnymi parametrami procesu Binder Jetting mają istotny wpływ na wytrzymałość produkowanych części. Zastosowanie nasycenia spoiwem na poziomie 80% przyczyniło się do uzyskania najwyższej wytrzymałości na ściskanie spośród wszystkich testowanych wariantów. Najniższą wytrzymałością charakteryzowała się próbka wydrukowana z zastosowaniem zbyt niskiego (25%) poziomu nasycenia spoiwem. Miyajama i in. [184] również zaobserwowali zależność pomiędzy zwiększaniem poziomu nasycenia spoiwem i wzrostem wytrzymałości części. Większa ilość spoiwa skutecznie zwilża cząstki proszku, zapewniając w ten sposób lepsze połączenie pomiędzy nimi oraz nakładanymi warstwami [184]. Natomiast wraz ze wzrostem

prędkości przesuwu rolki obrotowej odnotowano spadek wytrzymałości na ściskanie części, szczególnie przy zastosowaniu prędkości wynoszącej 110 mm/s. Sugeruje się, że zwiększenie prędkości rozpraszania proszku może zmniejszać jego jednorodność oraz gęstość upakowania, co znacząco wpływa na wytrzymałość części [184]. Spośród trzech wariantów grubości warstwy najwyższą wytrzymałością na ściskanie charakteryzowały się próbki drukowane z grubością warstwy wynoszącą 60  $\mu\text{m}$ . Najniższą zaś próbki drukowane przy grubości warstwy wynoszącej 90  $\mu\text{m}$ . Spiekanie przeprowadzone w atmosferze próżni znacznie podniosło wytrzymałość części w porównaniu z pozostałymi atmosferami ochronnymi. Wyniki wytrzymałości na ściskanie próbek spiekanych w argonie lub wodorze są do 70% niższe niż wyniki otrzymane dla próbek spiekanych w próżni. Należy mieć jednak na uwadze fakt, że wytrzymałość części wytwarzanych w technologii Binder Jetting jest w pełni uzależniona od geometrii stosowanego do druku materiału proszkowego, rodzaju spoiwa oraz konfiguracji parametrów technologicznych [184].

Przykładowe fotografie próbek ściskanych w kierunku równoległym bądź prostopadłym do kierunku drukowania zaprezentowano na Rysunku 44. Ściskanie prowadzone wzdłuż osi prostopadłej do kierunku drukowania (wzdłuż warstw) powoduje, że podczas etapu zniszczenia, pęknięcia pojawiają się w najsłabszych punktach, jakimi są granice nakładanych warstw (Rysunek 44b). Następnie propagacja pęknięcia przebiega wzdłuż granicy faz pomiędzy sąsiednimi warstwami. Elsayed i in. [116] zwrócili uwagę, że taki sposób pęknięcia wskazuje na występowanie słabszych granic międzyfazowych.



**Rysunek 44.** Widok spiekanych próbek wykonanych z proszku ALC100 po przeprowadzonej próbie ściskania, podczas której siła ściskająca skierowana była: (a) równoległe, oraz (b) prostopadle do kierunku drukowania obiektu

### 7.1.13. Podsumowanie

W ramach pierwszej części badań omówionych w podrozdziale 7.1. dokonano oceny wpływu parametrów technologicznych druku obejmujących poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej i grubość warstwy na właściwości części wytwarzanych w technologii Binder Jetting z nieregularnego proszku aluminium o oznaczeniu ALC100. Ponadto przeprowadzono analizę warunków wygrzewania oraz dobór parametrów profilu spiekania z uwzględnieniem wpływu zastosowanej atmosfery ochronnej (argon, wodór lub próżnia) na właściwości wytworzonych spieków.





Na podstawie otrzymanych wyników wykazano, że saturacja jest parametrem, który kluczową rolę odgrywa nie tylko podczas samego procesu druku, ale również nieodłącznie wpływa na finalne właściwości spieków. Odpowiedni poziom nasycenia spoiwem ma decydujące znaczenie w kwestii wytrzymałości mechanicznej detali oraz jakości ich powierzchni. Wykazano, że zarówno niewystarczający poziom lepiszcza, jak i przesylenie spoiwem oddziałuje na zniekształcenie geometrii projektowanej części. Parametr ten wpływa również na dokładność wymiarową, szczególnie w kierunkach X i Y, w których nastąpiło przenikanie nadmiernej ilości lepiszcza. Niewystarczająca saturacja powoduje, że cząstki proszku nie są dostatecznie dobrze połączone, na skutek czego wykruszają się w okolicach krawędzi detalu, co finalnie podnosi chropowatość powierzchni. Nieodpowiednio dobrany poziom saturacji prowadzi także do niższej wytrzymałości produkowanych części. Wynioskowano, że zastosowanie podczas procesu druku 3D nasycenia spoiwem na poziomie 80% pozwala na uzyskanie części o najlepszej gęstości i wytrzymałości na ściskanie, jednocześnie obniżając ich porowatość i zapewniając stosunkowo niską chropowatość powierzchni w porównaniu z pozostałymi wariantami poddanymi analizie.

Wykazano również, że dobór prędkości przesuwu rolki ma duży wpływ na stabilność wymiarową i jakość powierzchni drukowanych oraz gęstość i wytrzymałość na ściskanie spieków. W dużej mierze parametr ten uzależniony jest od właściwości stosowanego materiału proszkowego. Zastosowanie wyższej prędkości przesuwu rolki prowadziło do obniżenia gęstości i wzrostu porowatości części. Powodowało spadek powierzchni właściwej, wytrzymałości na ściskanie oraz przyczyniało się do wzrostu chropowatości. Uzyskanie połączenia dobrej wytrzymałości części wraz z wystarczająco dobrą jakością powierzchni możliwe było przy zastosowaniu prędkości przesuwu rolki obrotowej wynoszącej 10 mm/s.

Grubość warstwy określona jako wysokość warstwy proszku nanoszonego równomiernie na powierzchnię stołu roboczego w trakcie jednego cyklu drukowania wzdłuż osi Z jest jednym z parametrów, który ma bezpośredni wpływ na jakość powierzchni drukowanych części. Zastosowanie grubszych warstw podczas druku jest korzystne z ekonomicznego punktu widzenia, jednakże może skutkować problemami z niejednorodnością osadzania proszku. W ramach prowadzonych badań zaobserwowano, że zwiększenie grubości drukowanej warstwy powoduje spadek gęstości części oraz wzrost ich porowatości i chropowatości powierzchni. Zbyt mała grubość warstwy, która odpowiada wielkości cząstek drukowanego proszku, może prowadzić do preferencyjnego osadzania drobnych frakcji materiału. Często skutkuje to obniżeniem jakości powierzchni części. Podczas przeprowadzonych badań odpowiednią relację pomiędzy wytrzymałością, gęstością i jakością powierzchni otrzymano przy grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$ .

Proces spiekania służy zagęszczaniu próbek głównie poprzez zachodzące mechanizmy dyfuzji. Odgrywa więc kluczową rolę w sterowaniu gęstością, porowatością i właściwościami wytrzymałościowymi materiału. Spiekanie w obecności próżni pozwoliło na uzyskanie wyższej gęstości i niższej porowatości w odniesieniu do atmosfery argonu lub wodoru. Co istotne, przyczyniło się do uzyskania znacznie wyższej wytrzymałości na ściskanie niż w przypadku pozostałych dwóch atmosfer ochronnych.

W kolejnym etapie badań, którego celem jest określenie wpływu rozkładu wielkości cząstek proszku na właściwości części zastosowane zostaną zoptymalizowane w ramach pierwszej części pracy parametry druku.



## 7.2. Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na właściwości części wytwarzanych w technologii Binder Jetting

W technologiach addytywnych najczęściej stosowane są proszki o morfologii sferoidalnej. Wytwarzanie przyrostowe z proszków o kształcie nieregularnym jest procesem wykonalnym, aczkolwiek może powodować ograniczenia w kwestii jakości powierzchni bądź gęstości części. W celu oceny potencjału sterowania gęstością i porowatością wydruku, w drugim etapie badań, przeanalizowano możliwość wytwarzania części z nieregularnego proszku aluminium o różnym rozkładzie wielkości cząstek. Testy wykonano na proszkach bazowych oznaczonych jako ALC100 i AL160 oraz na utworzonych mieszankach proszkowych ALC100:AL160, 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , 70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$  i AL160:ALC100 w udziale masowym 73:27. Podczas procesu drukowania stosowano stałe parametry, dobrane na podstawie wyników badań przeprowadzonych w pierwszym etapie pracy, opisanych w rozdziale 7.1. Zastosowano poziom nasycenia spoiwem wynoszący 80% oraz prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s. Grubość warstwy dobrano eksperymentalnie na podstawie testów opisanych w podrozdziale 7.2.3. Próbkę spiekano w atmosferze próżni, zgodnie z profilem temperaturowym zaprezentowanym na Rysunku 13.

### 7.2.1. Homogenizacja mieszanek proszkowych

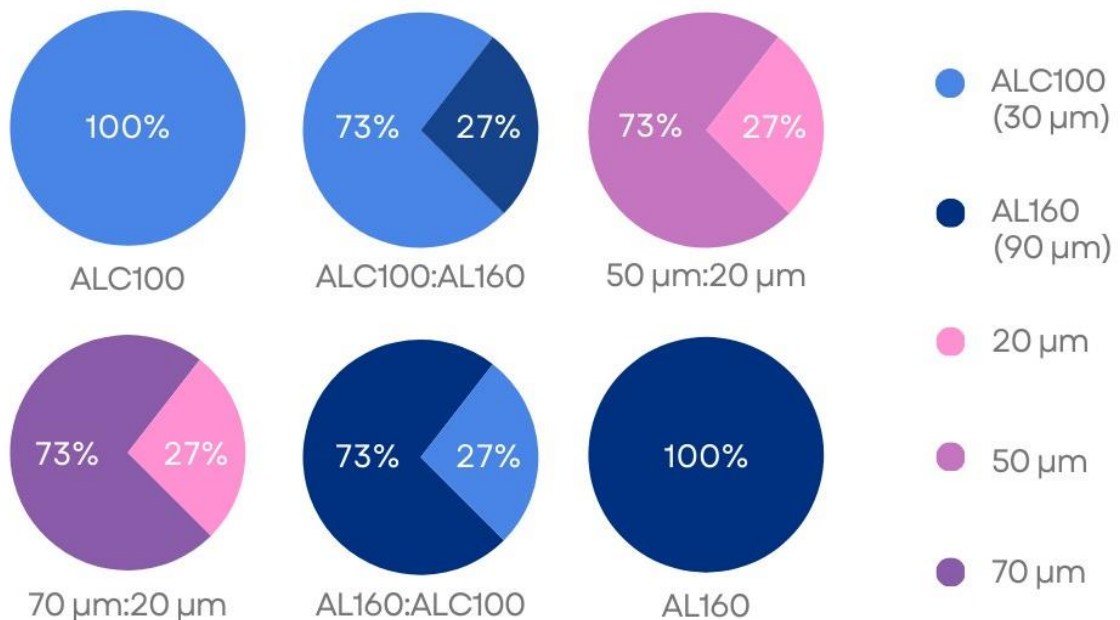
Po procesie optymalizacji parametrów druku w technologii Binder Jetting przygotowano mieszanki z wykorzystaniem proszków bazowych (ALC100 i AL160). Proszek aluminium przesiano na wstrząsarce laboratoryjnej typu LPzE-2e do sit o średnicy  $\varnothing 200$  mm (MULTISERW-Morek, Marcyporęba, Polska). Poszczególne frakcje proszku oddzielono za pomocą sit laboratoryjnych o następujących klasach ziarnowych: +80  $\mu\text{m}$ , +75  $\mu\text{m}$ , +63  $\mu\text{m}$ , +50  $\mu\text{m}$ , +45  $\mu\text{m}$ , +40  $\mu\text{m}$  i frakcja podsitowa (<40  $\mu\text{m}$ ). W celu przygotowania mieszanek proszkowych wytypowano klasy ziarnowe +75  $\mu\text{m}$ , +50  $\mu\text{m}$  i <40  $\mu\text{m}$ , które w pracy odpowiednio oznaczono jako 70  $\mu\text{m}$ , 50  $\mu\text{m}$  i 20  $\mu\text{m}$ . Oznaczenia dobrane na podstawie wartości  $D_{90}$  uzyskanych z laserowej analizy wielkości cząstek wytypowanych klas ziarnowych. Parametry charakteryzujące rozkład wielkości cząstek proszków zastosowanych do wytworzenia mieszanek przedstawiono w Tabeli 25.

*Tabela 25. Parametry charakteryzujące rozkład wielkości cząstek proszków aluminium zastosowanych do utworzenia mieszanek proszkowych*

Oznaczenie	$D_{10}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{90}$ ( $\mu\text{m}$ )	Średnia wielkość ( $\mu\text{m}$ )	Rozpiętość
Proszki wyjściowe					
<b>ALC100</b>	8,10 $\pm$ 0,04	20,54 $\pm$ 0,33	30,75 $\pm$ 0,18	21,59 $\pm$ 0,10	1,34 $\pm$ 0,01
<b>AL160</b>	23,21 $\pm$ 0,70	52,13 $\pm$ 1,46	90,11 $\pm$ 3,81	59,67 $\pm$ 1,23	1,23 $\pm$ 0,01
Frakcje proszków aluminium uzyskane po przesianiu na sitach					
<b>20 <math>\mu\text{m}</math></b>	7,94 $\pm$ 0,01	14,49 $\pm$ 0,02	21,04 $\pm$ 0,05	15,21 $\pm$ 0,01	0,88 $\pm$ 0,01
<b>50 <math>\mu\text{m}</math></b>	20,94 $\pm$ 0,28	33,22 $\pm$ 0,78	49,81 $\pm$ 0,87	35,09 $\pm$ 0,70	0,82 $\pm$ 0,01
<b>70 <math>\mu\text{m}</math></b>	31,61 $\pm$ 0,72	49,68 $\pm$ 0,95	69,85 $\pm$ 0,62	50,40 $\pm$ 0,61	0,76 $\pm$ 0,01

Proszki bazowe (ALC100 i AL160) oraz frakcje otrzymane w wyniku przesiania na sitach laboratoryjnych mieszano w mieszalniku obrotowym do substancji sypkich typu TURBULA® model T2F (Artisan Technology Group®, Champaign, IL, USA) przez 16 godzin. Homogenizację proszku przeprowadzono przy zachowaniu stosunku masowego mielników do proszku wynoszącego 1:5. Masa mielników mniejsza lub równa masie proszku nie powoduje rozdrobnienia cząstek materiału [221]. Wytworzono trzy mieszanki zawierające wyższy udział proszku gruboziarnistego (AL160) w stosunku do proszku drobnoziarnistego (ALC100) oraz jedną mieszankę o wyższym udziale proszku drobnoziarnistego do gruboziarnistego. Frakcje połączono w stosunku masowym 73:27. Udział masowy poszczególnych frakcji proszku dobrano na podstawie analizy literaturowej. Bai i in. [195], [222] w swojej pracy przygotowali pięć bimodalnych mieszanin złożonych z proszków miedzi. Proszek drobnoziarnisty z proszkiem gruboziarnistym mieszano w stosunku masowym 27:73 lub 73:27, który zapewniał skuteczną maksymalizację gęstości upakowania proszku. Eksperymenty przeprowadzone przez Zhenga i in. [223] wykazały, że wysoką gęstość upakowania proszku bimodalnego można uzyskać, gdy w mieszance udział drobnego proszku mieści się w zakresie od 0,2 do 0,4. W takim przypadku drobne cząstki proszku wypełniają przestrzenie pomiędzy dużymi cząstkami, co zwiększa gęstość części. Natomiast spadek zawartości cząstek grubych w stosunku do cząstek drobnych powoduje spadek gęstości upakowania.

Na Rysunku 45 przedstawiono wytworzone w ramach niniejszej pracy kompozycje proszkowe. Przygotowano cztery mieszanki proszkowe w udziale masowym 73:27. W celach badawczych zastosowano także proszki bazowe w stanie dostawy (ALC100 i AL160).

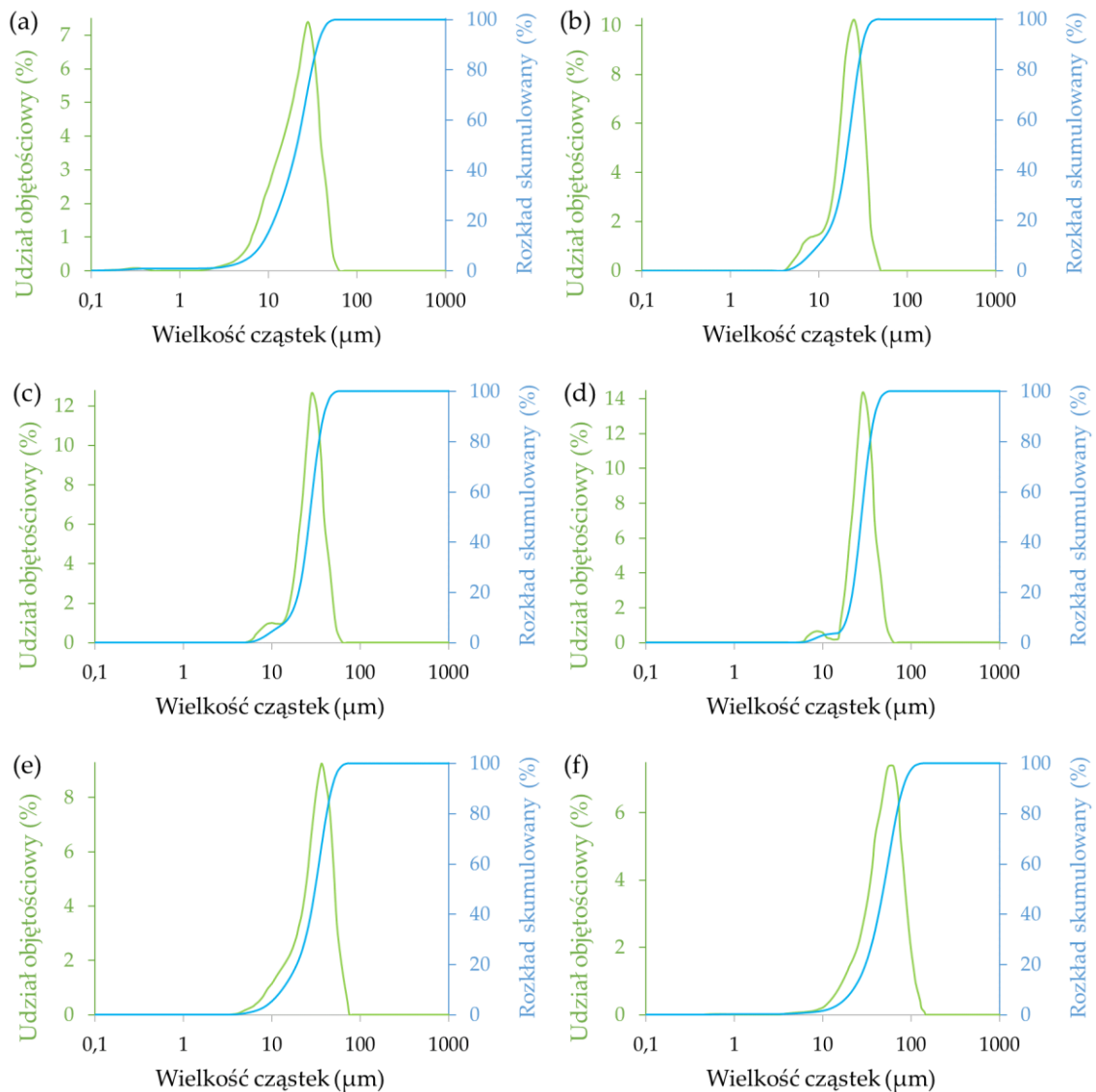


**Rysunek 45.** Kompozycje proszkowe utworzone z poszczególnych frakcji proszku aluminium w udziałach 73:27% mas. oraz proszki bazowe ALC100 i AL160

### 7.2.2. Charakterystyka wytworzonych mieszanek proszkowych

Rozkład wielkości cząstek jest znaczącym parametrem uwzględnianym w procesach przyrostowych służącym do ilościowego określenia wielkości proszku. Parametr ten w istotny sposób wpływa na gęstość upakowania proszku, a w konsekwencji również na skurcz podczas spiekania i właściwości wytrzymałościowe wyrobu [13].

Rozkład wielkości cząstek dla proszków bazowych i docelowych mieszanek proszkowych określono za pomocą laserowego analizatora wielkości cząstek. Histogramy rozkładu wielkości cząstek zaprezentowano na Rysunku 46. Natomiast parametry charakteryzujące rozkład wielkości cząstek poszczególnych proszków przedstawiono w Tabeli 26.



**Rysunek 46.** Histogramy rozkładu wielkości cząstek dla proszków: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50 μm:20 μm, (d) 70 μm:20 μm, (e) AL160:ALC100, (f) AL160



*Tabela 26. Parametry charakteryzujące rozkład wielkości cząstek mieszanek oraz bazowych proszków aluminium*

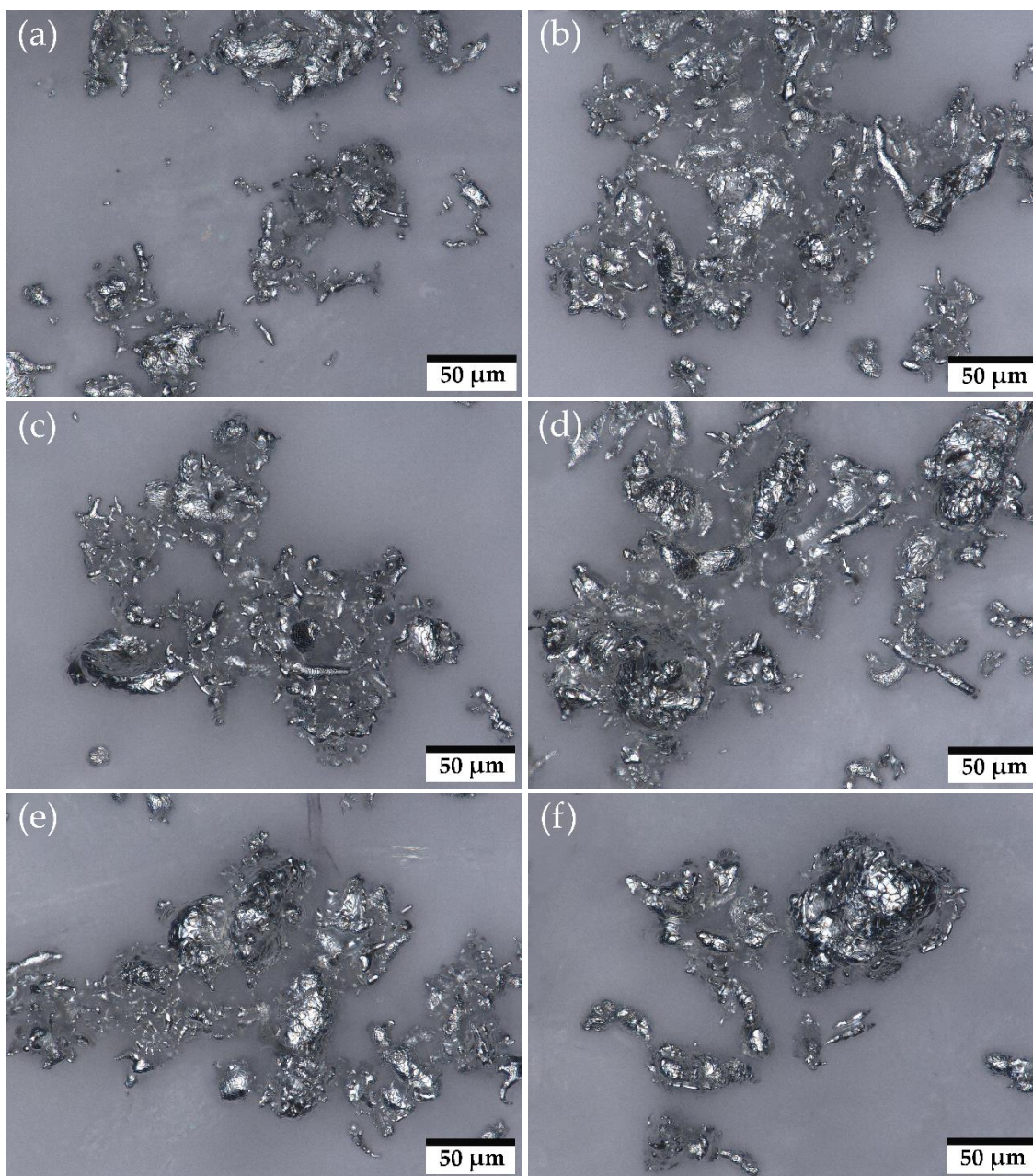
Oznaczenie	D <sub>10</sub> (μm)	D <sub>50</sub> (μm)	D <sub>90</sub> (μm)	Średnia wielkość (μm)	Rozpiętość
<b>ALC100</b>	8,10 ± 0,04	20,54 ± 0,33	30,75 ± 0,18	21,59 ± 0,10	1,34 ± 0,01
<b>ALC100:AL160</b>	9,54 ± 0,02	21,35 ± 0,56	33,30 ± 0,50	22,85 ± 0,18	1,03 ± 0,01
<b>50 μm:20 μm</b>	13,01 ± 0,22	25,62 ± 0,38	36,51 ± 0,97	27,22 ± 0,49	0,82 ± 0,03
<b>70 μm:20 μm</b>	15,52 ± 0,01	28,42 ± 0,88	39,85 ± 1,93	30,48 ± 1,40	0,72 ± 0,01
<b>AL160:ALC100</b>	18,48 ± 0,39	30,90 ± 0,91	48,85 ± 0,91	32,44 ± 0,74	1,13 ± 0,01
<b>AL160</b>	23,21 ± 0,70	52,13 ± 1,46	90,11 ± 3,81	59,67 ± 1,23	1,23 ± 0,01

Wyniki rozkładu wielkości cząstek zarejestrowane dla proszku AL160 wykazały, że jego średnia wielkość (około 60 μm) była niemalże trzykrotnie większa w porównaniu do średniej wielkości cząstek proszku ALC100 (około 20 μm). Mieszanka proszkowa ALC100:AL160 utworzona z połączenia obydwu proszków bazowych w stosunku masowym 73:27 charakteryzowała się zbliżonym rozkładem wielkości cząstek do proszku wyjściowego ALC100, którego średnia wielkość cząstek wynosiła około 22 μm. Dla mieszanek utworzonych poprzez połączenie odseparowanych na sitach frakcji proszkowych (50 μm:20 μm oraz 70 μm:20 μm) uzyskano porównywalne histogramy, a średnia wielkość cząstek dla tych mieszanek wynosiła odpowiednio około 27 μm oraz 30 μm. Natomiast mieszanka proszkowa AL160:ALC100 charakteryzowała się szerszym rozkładem wielkości cząstek w porównaniu z mieszankami 50 μm:20 μm oraz 70 μm:20 μm. Średnia wielkość cząstek tej mieszaniny oscylowała wokół wartości 32 μm.

Zasadniczo cząstki proszku o średnicy poniżej 20 μm posiadają wysoką powierzchnię właściwą, co oznacza że mają wyższy stan energetyczny i w efekcie przyczyniają się do wydajniejszego procesu spiekania, co zapewnia lepsze zagęszczenie części [108]. Ponadto na gęstość upakowania proszku do druku 3D może także pozytywnie wpływać stosowanie mieszanek proszkowych o rozkładzie bimodalnym. Bai i in. [222] zaobserwowali, że mieszanka zawierająca cząstki o wielkości 75 μm oraz 15 μm utworzona w udziale 73:27 (gdzie proszek gruboziarnisty stanowi 73% mas.) poprawia zagęszczenie złoża proszku o około 16% w porównaniu z proszkiem drobnoziarnistym o rozmiarze cząstek wynoszącym 15 μm.

Rozkład wielkości cząstek stosowanego do druku proszku może mieć wpływ nie tylko na jednorodność gęstości złoża proszkowego, ale również na rozkład wielkości porów, co w technologii Binder Jetting bezpośrednio będzie również przekładało się na sposób przenikania kropli środka wiążącego w głąb materiału proszkowego. Małe cząstki proszku, z powodu występowania zjawiska aglomeracji, mogą tworzyć makropustki w złożu proszkowym, co w konsekwencji wydłuża czas przepływu kropli. Zwiększenie promienia makropustki skutkuje zmniejszeniem krzywizny powierzchni czoła przepływu, co wydłuża czas penetracji kropli. Optymalizacja rozkładu wielkości cząstek proszku stosowanego do druku pozwala zapewnić jednorodne rozmieszczenie cząstek proszku w złożu. Pozwala to wygenerować więcej ścieżek penetracji spoiwa i przyczynia się do ograniczenia problemów związanych z procesem drukowania [13].

Na Rysunku 47 przedstawiono morfologię cząstek poszczególnych proszków wyjściowych oraz utworzonych mieszanek. Zdjęcia wykonano przy powiększeniu 1000×. Cząstki charakteryzują się chropowatą i nieregularną powierzchnią.

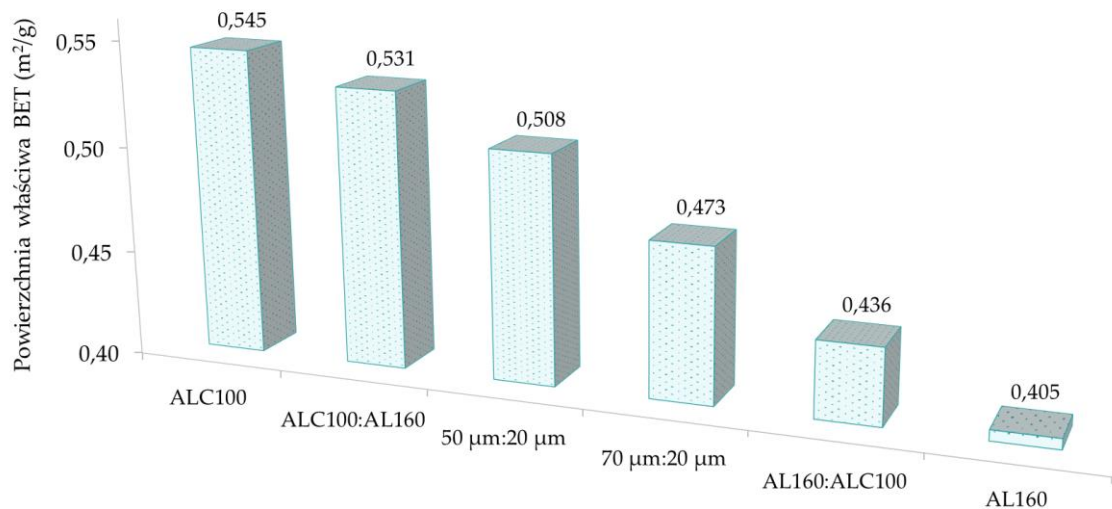


**Rysunek 47.** Morfologia cząstek proszków bazowych oraz mieszanek proszkowych: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (d) 70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (e) AL160:ALC100, (f) AL160

Morfologia proszku ma wpływ na przetwarzalność podczas procesu drukowania 3D. W przeciwieństwie do tradycyjnej metalurgii proszków, w procesach wytwarzania przyrostowego preferowane są cząstki o morfologii kulistej. Taki kształt cząstek pozwala na uzyskanie wyższej gęstości złoża proszkowego, szczególnie gdy ich wielkość mieści się w zakresie od 15  $\mu\text{m}$  do 45  $\mu\text{m}$  [13]. Jednakże zastosowanie nieregularnego kształtu cząstek czyni proces druku 3D bardziej ekonomicznym, ponieważ proszki o nieregularnym kształcie są tańsze niż proszki o kształcie sferoidalnym [224]. Co więcej, nieregularne proszki poprzez to, że mają bardziej teksturowaną

powierzchnię pozwalają na lepsze zachowanie kształtu podczas procesów usuwania lepiszcza i spiekania, niż cząstki kuliste. Jednakże należy mieć na uwadze fakt, że zastosowanie nieregularnego proszku będzie skutkowało zmniejszeniem gęstości części oraz obniżeniem ich właściwości mechanicznych [225].

Na Rysunku 48 przedstawiono wyniki pomiaru powierzchni właściwej bazowych proszków aluminium oraz przygotowanych kompozycji mieszanek, otrzymane na podstawie metody BET. Zgodnie z danymi literaturowymi [226] powierzchnia właściwa BET proszku aluminiowego powinna mieścić się w przedziale od 0,4 m<sup>2</sup>/g do 0,8 m<sup>2</sup>/g. Badane mieszanki proszkowe charakteryzowały się powierzchnią właściwą w zakresie od 0,405 m<sup>2</sup>/g do 0,545 m<sup>2</sup>/g.



**Rysunek 48.** Powierzchnia właściwa BET nieregularnych aluminiowych proszków bazowych oraz przygotowanych mieszanek proszkowych

Wartości powierzchni właściwej BET mieszanek proszków aluminiowych są ujemnie skorelowane z wielkością cząstek proszku przedstawioną w Tabeli 26. Im mniejszy rozmiar cząstek proszku, tym większa jego powierzchnia właściwa. Dla drobnych cząstek występują większe siły tarcia pomiędzy cząstkami a lepiszczem, co powoduje wydłużenie czasu dystrybucji środka wiążącego [13]. Rozkład wielkości cząstek proszku ma także bezpośredni wpływ na proces zagęszczania części. Cząstki poniżej 20 µm, charakteryzujące się bardziej rozwiniętą powierzchnią właściwą, mają wyższy stan energetyczny i prowadzą do wydajniejszego spiekania, co w efekcie pozwala uzyskać wyższą gęstość i wytrzymałość mechaniczną części [13], [108]. Na skuteczność procesu spiekania wpływ ma także morfologia cząstek proszku. Im kształt cząstek jest mniej sferyczny i wyższa jest chropowatość mikropowierzchniowa, tym większa jest liczba punktów styku między cząstkami oraz wyższa jest powierzchnia wewnętrzna, co zwiększa efektywność procesu spiekania [227].

Sypkość i gęstość nasypowa to podstawowe właściwości technologiczne proszków, które decydują o przydatności materiału do cyklu technologicznego [228]. Proszki aluminiowe podczas przeprowadzania pomiaru sypkości za pomocą lejka Halla o średnicy 2,5 mm (zgodnie z normą PN-82/H-04935, ISO 4497) nie przesypywały się swobodnie. Zasadniczo cząstki o nieregularnych kształtach charakteryzują się słabą sypkością wynikającą z większej adhezji międzycząsteczkowej spowodowanej mechanicznym blokowaniem kanciastych cząstek [13].

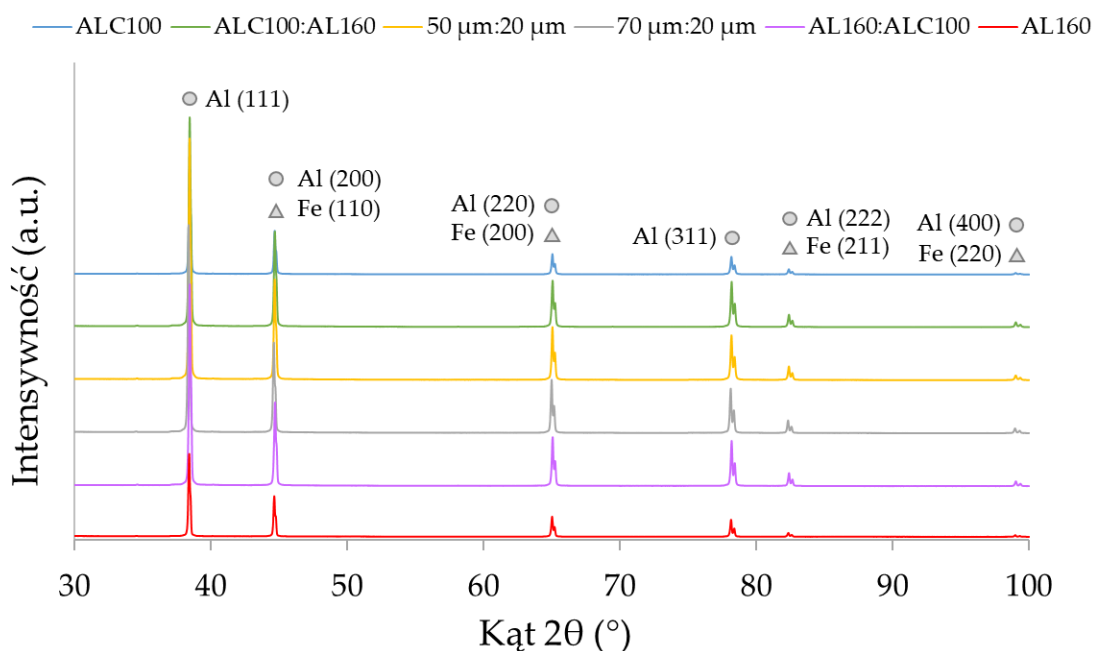
Pomiar gęstości nasypowej przeprowadzono zgodnie z metodą A (PN-EN 23923-1:1998) z wykorzystaniem znormalizowanego lejka Halla. Ze względu na fakt, że proszek nie przesypywał się swobodnie przez lejek o średnicy otworu 2,5 mm, zastosowano lejek o średnicy 5 mm. W Tabeli 27 przedstawiono wyniki gęstości nasypowej mieszanek proszków aluminium.

*Tabela 27. Gęstość nasypowa nieregularnych aluminiowych proszków bazowych oraz przygotowanych mieszanek proszkowych*

Oznaczenie	Gęstość nasypowa (g/cm <sup>3</sup> )
<b>ALC100</b>	0,956 ± 0,003
<b>ALC100:AL160</b>	0,950 ± 0,003
<b>50 μm:20 μm</b>	0,994 ± 0,005
<b>70 μm:20 μm</b>	0,998 ± 0,005
<b>AL160:ALC100</b>	1,017 ± 0,007
<b>AL160</b>	1,073 ± 0,003

Gęstość nasypowa uzależniona jest od rozmiaru, morfologii oraz powierzchni właściwej cząstek proszku. Dla drobnych proszków, dla których poprzez rozwiniętą powierzchnię właściwą następuje wzrost tarcia oraz hamowanie ruchu cząstek, obserwuje się niższą gęstość nasypową. Proszki o kształcie sferoidalnym odznaczają się wyższą gęstością nasypową (około 50% gęstości materiału litego) niż proszki nieregularne [228]. Badane w tej pracy mieszanki proszkowe posiadają gęstość nasypową stanowiącą od 35% do 40% gęstości materiału litego. Chociaż duże cząstki w porównaniu z drobnymi charakteryzują się większą sypkością i lepszym stopniem upakowania proszku, to będą wywierać znaczny wpływ na dokładność i tolerancję produkowanych części poprzez wzrost chropowatości powierzchni [13].

Dla wyselekcjonowanych mieszanek proszkowych przeprowadzono rentgenowską analizę jakościową i ilościową. Otrzymane dyfraktogramy przedstawiono na Rysunku 49.



*Rysunek 49. Dyfraktogramy rentgenowskiej analizy fazowej utworzonych mieszanek proszkowych*



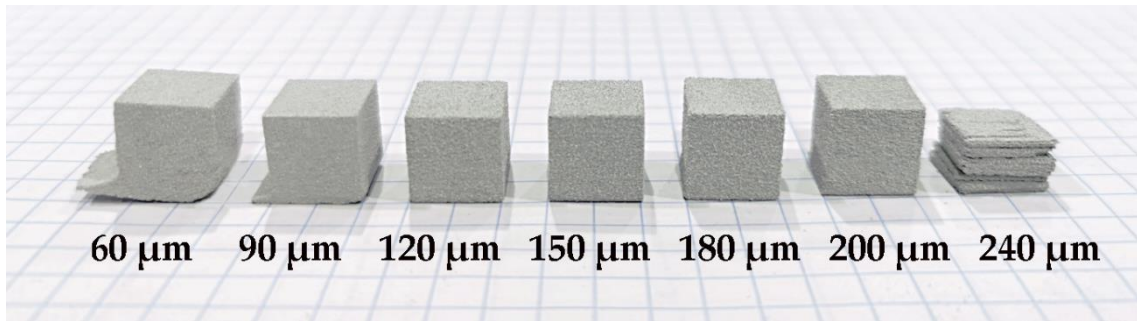


Do uzyskanych efektów dyfrakcyjnych dobrano fazy z bazy ICDD PDF4+. Dopasowano aluminium (karta katalogowa o numerze 04-012-7848) oraz żelazo (04-002-8852). Efekty dyfrakcyjne zarejestrowano przy następujących położeniach kątowych:  $38^\circ(2\theta)$ ,  $45^\circ(2\theta)$ ,  $65^\circ(2\theta)$ ,  $78^\circ(2\theta)$ ,  $82^\circ(2\theta)$  oraz  $99^\circ(2\theta)$ . W przypadku fazy Al odbicia promieniowania rentgenowskiego wykryto odpowiednio dla płaszczyzn (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2) i (4 0 0). Odczytane wskaźniki Millera wskazują na obecność struktury krystalicznej regularnej o sieci ściennie centrowanej [229]. Grupa przestrzenna to Fm-3m, parametr sieciowy czystej struktury Al wynosi 4,051 Å. Gęstość aluminium odczytana z karty katalogowej wynosiła 2,696 g/cm<sup>3</sup>. Dla fazy Fe efekty dyfrakcyjne odczytano przy położeniach kątowych  $45^\circ(2\theta)$ ,  $65^\circ(2\theta)$ ,  $82^\circ(2\theta)$  oraz  $99^\circ(2\theta)$ . Wykryto płaszczyzny o wskaźnikach (1 1 0), (2 0 0), (2 1 1) oraz (2 2 0), które wskazują sieć regularną przestrzennie centrowaną. Parametr *a* komórki sieci krystalicznej fazy Fe wynosi 2,872 Å. W celu wskazania ilościowego udziału poszczególnych faz w materiale przeprowadzono analizę Rietvelda, która wykazała obecność Al na poziomie 99,7% oraz Fe w udziale 0,3%, tym samym potwierdzając wysoką czystość wytypowanych do badań proszków bazowych.

### *7.2.3. Dobór optymalnej grubości warstwy druku w zależności od rozkładu wielkości cząstek proszku*

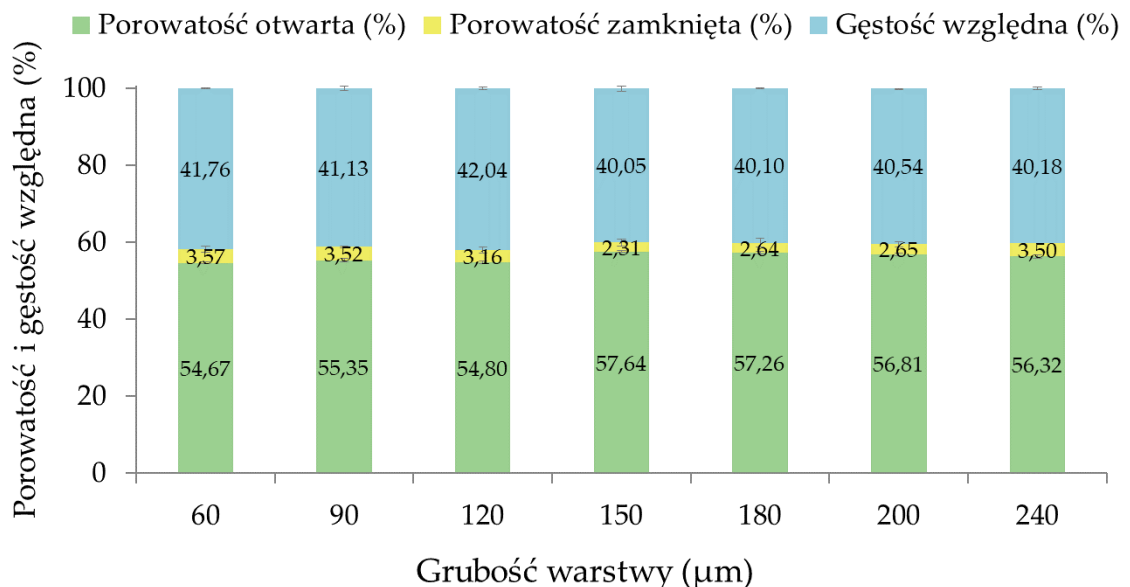
Spśród przygotowanych kompozycji proszek AL160 charakteryzował się największym rozmiarem cząstek. Na tej podstawie materiał ten wytypowano do przeprowadzenia serii prób drukowania przy następujących grubościach warstwy: 60 μm, 90 μm, 120 μm, 150 μm, 180 μm, 200 μm i 240 μm. Grubość warstwy 60 μm dobrano w celu porównania z rezultatami otrzymanymi dla proszku ALC100 w ramach pierwszego etapu badań. Wartość 90 μm odpowiadała wartości D<sub>90</sub> proszku AL160. Następne grubości warstwy dobrano zwiększając wartość o kolejne 30 μm. Pozostałe parametry druku takie jak poziom nasycenia spoiwem i prędkość przesuwu rolki obrotowej były stałe i wynosiły odpowiednio 80% i 10 mm/s. Próbkę spiekano w poróżni.

Geometrię części wytworzonych z zastosowaniem zmiennej grubości warstwy przedstawiono na Rysunku 50. Drukowanie w technologii Binder Jetting z proszków o dużym rozmiarze cząstek przy zastosowaniu grubości warstw poniżej maksymalnej wielkości cząstek proszku (60 μm) oraz grubości warstw odpowiadającej wartości D<sub>90</sub> proszku (90 μm) powodowało deformację części. Zaobserwowano, że podczas drukowania nastąpiło przesunięcie warstw, które nie zostały jeszcze połączone z wydrukiem w złożu proszkowym. Takie przesunięcia należą do wad warstwowych. Powstają w wyniku przemieszczenia niezakotwiczonego układu jakim jest proszek-spoivo względem założonej pozycji przestrzennej wzdłuż kierunku rozprowadzania proszku. Powodowane jest to przez siły ścinające wywierane przez mechanizm nakładania proszku. Nagromadzenie przesunięć warstw prowadzi do deformacji geometrycznej ze zniekształconym dnem i prawidłowym wierzchołkiem próbki [230], [231]. Ponadto zastosowanie grubości warstwy również 240 μm spowodowało dekompozycję drukowanej części, prawdopodobnie w miejscach styku warstw. Wysokość ta okazała się zbyt duża, aby warstwy mogły się trwale połączyć. Części wykonane przy zastosowaniu pozostałych grubości warstw (120 μm, 150 μm, 180 μm, 200 μm) nie wykazywały żadnych wad wizualnych.



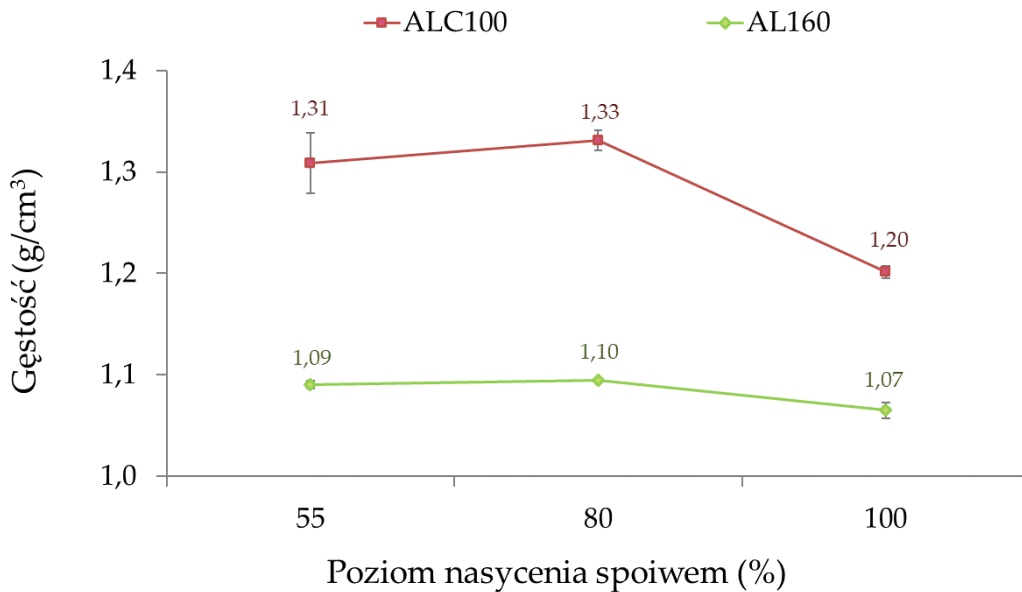
**Rysunek 50.** Widok próbek drukowanych z proszku AL160 przy zmiennej grubości warstwy, od lewej: 60  $\mu\text{m}$ , 90  $\mu\text{m}$ , 120  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 180  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$  i 240  $\mu\text{m}$ , stałej saturacji wynoszącej 80% i prędkości przesuwu rolki obrotowej równej 10 mm/s

Dla spiekanych wariantów z proszku AL160 przygotowanych przy zmiennej grubości warstwy wyznaczono gęstość względną oraz porowatość otwartą i zamkniętą. Wyniki przedstawiono na Rysunku 51. Gęstość względną próbek drukowanych z proszku AL160 mieściła się w zakresie od 40,10% do 42,04%. Zasadniczo gęstość tych próbek była niższa w porównaniu z częściami wykonanymi z proszku ALC100. Wśród spiekanych próbek najwyższą gęstość uzyskano dla części wydrukowanych przy grubości warstwy równej 120  $\mu\text{m}$ . Była to również najniższa grubość warstwy, dla której nie zarejestrowano defektów w postaci przesunięć warstw. Na podstawie przeprowadzonych analiz zdecydowano, że wszystkie z sześciu wariantów proszków o różnych rozkładach wielkości cząstek zostaną wydrukowane przy grubości warstwy wynoszącej 120  $\mu\text{m}$ . Pozostałe parametry druku, które uprzednio zoptymalizowano to poziom nasycenia spoiwem równy 80% i prędkość przesuwu rolki obrotowej wynosząca 10 mm/s.



**Rysunek 51.** Wpływ grubości warstwy na gęstość i porowatość spieków z proszku AL160

Na przykładzie wybranego parametru technologicznego dokonano weryfikacji powtarzalności wyników dla proszków AL160 względem proszku ALC100. Wybrano wartości nasycenia spoiwem wynoszące 55%, 80% i 100%. Rezultaty zaprezentowano na Rysunku 52.

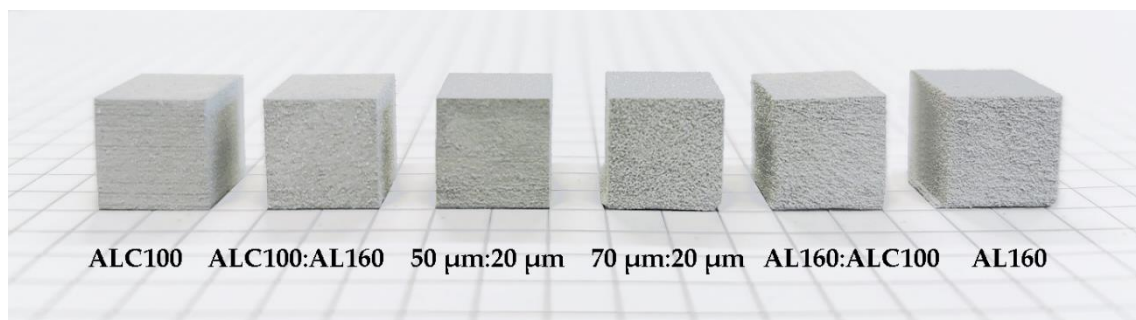


*Rysunek 52. Wpływ poziomu saturacji na gęstość spiekanych próbek wytwarzanych z proszku ALC100 i AL160*

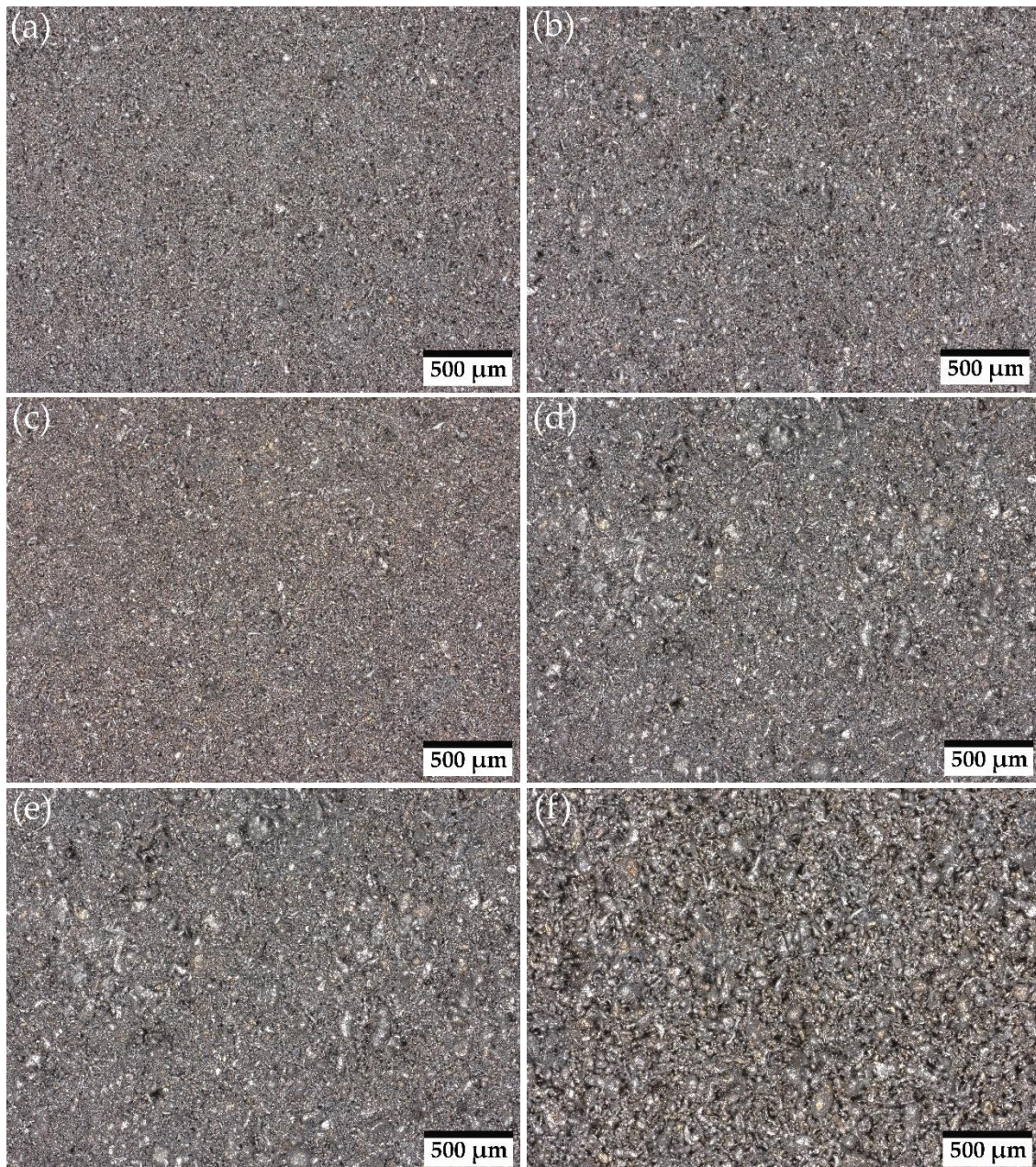
Spiekane części wytwarzane z proszku AL160 charakteryzują się niższą gęstością niż próbki wytwarzane z proszku ALC100. Rezultaty uzyskane dla części produkowanych z proszku AL160 potwierdziły powtarzalność zależności odnotowanej dla próbek z proszku ALC100.

#### 7.2.4. Ocena wizualna oraz obserwacje mikroskopowe

Na Rysunku 53 przedstawiono reprezentatywny widok części wydrukowanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek. Parametry druku były stałe: poziom nasycenia spoiwem – 80%, prędkość przesuwu rolki obrotowej – 10 mm/s oraz grubość warstwy – 120  $\mu\text{m}$ , aby w sposób rzetelny dokonać oceny wpływu wielkości cząstek na jakość wytworzonych próbek. Zdjęcia mikroskopowe powierzchni poszczególnych próbek zaprezentowano na Rysunku 54.



*Rysunek 53. Widok próbek wydrukowanych z mieszanek proszkowych przy stałych parametrach druku: poziom nasycenia spoiwem – 80%, prędkość przesuwu rolki obrotowej – 10 mm/s oraz grubość warstwy – 120  $\mu\text{m}$*



**Rysunek 54.** Mikrostruktura próbek wydrukowanych z mieszanki proszku Al: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (d) 70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (e) AL160:ALC100 oraz (f) AL160; proszki z wariantów (b) – (e) zmieszano w stosunku masowym 73:27

Na podstawie przeprowadzonych obserwacji stwierdzono, że mieszanki drobnych proszków (dla wartości parametru  $D_{90}$  do  $\sim 37 \mu\text{m}$ ) o oznaczeniach ALC100, ALC100:AL160 oraz 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$  zapewniały uzyskanie gładziej powierzchni po procesie drukowania 3D. Spośród tych trzech wariantów, największe nieregularności wykazywała próbka ALC100:AL160, w której udział dużych cząstek proszku ( $D_{90} = 90 \mu\text{m}$ ) stanowi 27% masowych. Obecność większych cząstek może powodować niespójne ich osadzanie w złożu proszkowym. Kompozycje składające się z proszków gruboziarnistych ( $D_{90}$  do 90  $\mu\text{m}$ ) o oznaczeniach 70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , AL160:ALC100 oraz AL160 charakteryzowały się niższą jakością powierzchni drukowanych próbek wynikającą z obecności porów.

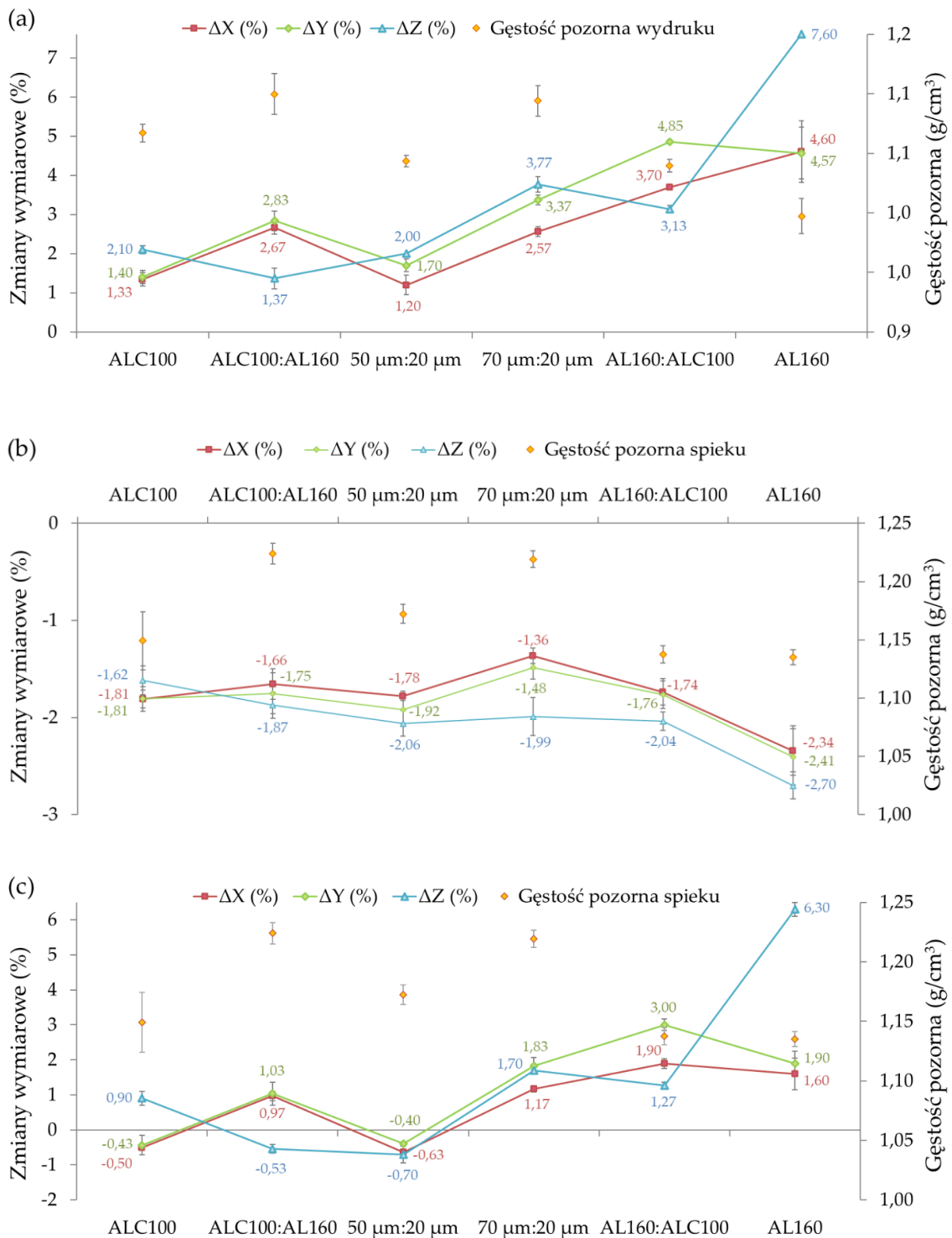


### 7.2.5. Wyznaczenie zmian wymiarowych

Wyniki zmian wymiarowych części wydrukowanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek wyznaczonych zarówno po procesie drukowania jak i spiekania przedstawiono na Rysunku 55. Zmiany wymiarowe, które nastąpiły po procesie drukowania wyznaczono w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD. Rezultaty przedstawiono na Rysunku 55a. Długości boków wydrukowanych próbek przekraczały zaprojektowaną wartość równą 10 mm we wszystkich trzech osiach. Jest to efekt wynikający ze wzajemnego oddziaływania lepiszcza z uprzednio przygotowanym do druku podłożem proszkowym. Stopień przyrostu wymiarów w poszczególnych osiach był uzależniony od rozkładu wielkości stosowanych do druku cząstek proszku. Wraz ze wzrostem rozmiaru proszku wystąpiły większe zmiany wymiarowe wydrukowanych części. Zasadniczo dla próbek zbudowanych z drobnych proszków (ALC100, ALC100:AL160 i 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ ) zmiany wymiarowe nie przekroczyły wartości 2,83% ponad wymiary nominalne modelu. Największe zmiany wymiarowe w tej grupie odczytano dla próbki ALC100:AL160, która zawierała dodatek cząstek gruboziarnistych w udziale 27% masowych. Dla mieszanek złożonych z proszków o większych cząstkach (70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , AL160:ALC100 i AL160) zmiany wymiarowe mieściły się w zakresie od 2,57% do 7,60%. Zbliżone zmiany wymiarowe wystąpiły wzdłuż osi X i Y, z nieznacznie większymi wartościami w osi Y, która odpowiada kierunkowi aplikacji lepiszcza na złożę proszkowe. Rahman i in. [54] założyli, że pęd rozpylanych kropeł spoiwa może mieć większy wpływ na złożę proszkowe w osi Y, co skutkuje wyższą porowatością i jednocześnie większymi zmianami wymiarowymi w tym kierunku. Jednakże dla przeważającej większości wytworzonych części największe zmiany wymiarowe odnotowano w osi Z, która jest kierunkiem budowania obiektu. Może to wynikać z przenikania spoiwa do podkładowej warstwy proszkowej, w wyniku czego dochodzi do zwiększania wymiaru w osi Z [200].

Rysunek 55b przedstawia zmiany wymiarowe jakie wystąpiły dla spieków w osiach X, Y oraz Z. Zmiany obliczono w odniesieniu do wymiarów uzyskanych po procesie drukowania. Na tym etapie wystąpiło zagęszczenie części, co objawia się wystąpieniem skurczu. Stopień powstałego skurczu jest ściśle uzależniony od rozkładu wielkości cząstek zastosowanego proszku wyjściowego [232]. Próbki, dla których wystąpiły większe zmiany wymiarowe po drukowaniu charakteryzują się również wyższym skurczem po spiekaniu. Wraz ze wzrostem rozkładu wielkości cząstek proszku, z którego zostały wydrukowane części, odnotowano wyższy stopień skurczu po procesie spiekania. Maksymalny skurcz wystąpił dla części wykonanych z proszku AL160 i wyniósł do -2,70%. Dla pozostałych wariantów skurcz nie przekroczył wartości -2,06%. Zasadniczo największe zmiany odnotowano w osi Z. Podobną zależność w swojej pracy zaobserwowali także Cai i in [233]. Skurcz w osi Z może być wyższy niż w osiach X i Y, ponieważ podczas procesu wytwarzania w technologii Binder Jetting w warstwach może powstawać porowatość podpowierzchniowa wynikająca z rozpylanych kropeł lepiszcza [234]. W procesie wypalania spoiwo ulega rozkładowi, w wyniku czego powstają szczeliny międzywarstwowe, które wypełniane są nowo nakładanymi warstwami przesuwającymi się w stronę warstw już zaaplikowanych, co w efekcie powoduje skurcz w osi Z [103], [235]. Skurcz powstający w kierunku budowania warstw może wynikać z chwilowej zmiany gęstości w wyniku defektów powstających podczas nakładania proszku [236]. Zastosowanie proszków o wyższej gęstości upakowania może przyczynić się do zmniejszenia zjawiska dużego skurczu po spiekaniu

[222]. Mieszanki proszków składające się zarówno z drobnych, jak i grubych cząstek przyczyniły się do poprawy gęstości części. Szczególnie dla kompozycji proszków ALC100:AL160 odnotowano wzrost gęstości spieku przy zachowaniu niskiego skurczu po procesie spiekania.



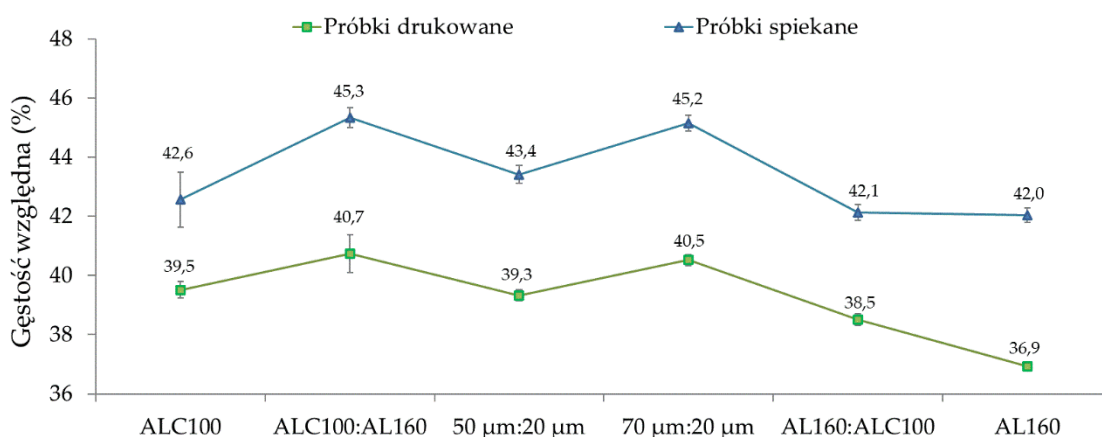
**Rysunek 55.** Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na zmiany wymiarowe części (a) drukowanych - obliczonych w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD, (b) spiekanych - obliczonych w odniesieniu do wymiarów uzyskanych po procesie drukowania, oraz (c) spiekanych - obliczonych w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD

Rysunek 55c przedstawia zmiany wymiarowe dla próbek po procesie spiekania w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD. Analiza wyników z Rysunków 55a i 55b wykazała, że po procesie drukowania nastąpił wzrost wymiarów w osiach X, Y oraz Z, podczas gdy proces spiekania spowodował wystąpienie skurczu spiekalniczego. Odnosząc jednak wartości otrzymane po spiekaniu do wymiarów wyjściowych zaprojektowanego modelu CAD, można zauważyć, że próbki drukowane z drobnych proszków charakteryzowały się skurczem nieprzekraczającym wartości  $-0,70\%$ . Natomiast wraz ze wzrostem wielkości cząstek stosowanych do druku nastąpił przyrost wymiarów. Uzyskane rezultaty potwierdzają zależność, że w identycznych warunkach proszki drobnoziarniste spiekają się lepiej niż gruboziarniste. W celu uzyskania wyrobu o pożądanych wymiarach należy uwzględnić wyznaczone zależności zmian wymiarowych.

### 7.2.6. Gęstość względna

Na Rysunku 56 przedstawiono wyniki gęstości względnej wydruków i spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek, obliczone w oparciu o gęstość pozorną wyznaczoną metodą Archimedesusa. Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że gęstość próbek po procesie spiekania wzrosła o około 3-5% w porównaniu do próbek wydrukowanych. Większy wzrost gęstości po spiekaniu odnotowano dla części drukowanych z proszków gruboziarnistych, a także z mieszanek proszkowych o szerszym rozkładzie wielkości cząstek. Najwyższy przyrost gęstości po procesie spiekania zaobserwowano dla próbek wytworzonych z proszku AL160. Mimo to, wariant ten charakteryzował się najniższą gęstością względną po procesie spiekania.

Najwyższą gęstość zanotowano dla próbek wykonanych z mieszanek proszkowych ALC100:AL160 i  $70\ \mu\text{m}:20\ \mu\text{m}$ , które utworzono w udziale masowym poszczególnych frakcji równym 73:27. Wyniki te potwierdzają rezultaty uzyskane przez Bai i in. [222], którzy dla mieszanki utworzonej ze sferoidalnych proszków o rozmiarach  $75\ \mu\text{m}$  i  $15\ \mu\text{m}$  (73:27 % mas.) uzyskali najwyższą gęstość złoza proszkowego.



**Rysunek 56.** Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na gęstość względną próbek po procesie drukowania oraz spiekania



Stosowanie mieszanin proszkowych z przewagą proszku drobnoziarnistego sprzyja skutecznemu zwiększeniu gęstości. Autorzy stosujący takie mieszanki proszkowe [195] zaobserwowali tendencję do tworzenia się przewężeń pomiędzy większymi i mniejszymi cząstkami. Proszki gruboziarniste tworzą szkielet, jednak działają hamująco na proces spiekania. Z tego względu stosowanie w technologiach przyrostowych proszków o rozkładzie bimodalnym może mieć pozytywny wpływ na gęstość upakowania proszku. Proszki drobnoziarniste mogą wypełniać pory międzycząsteczkowe, co sprzyja zagęszczeniu części, a w efekcie może prowadzić do wzrostu właściwości mechanicznych po procesie spiekania [13]. Porównano rezultaty otrzymane dla detali utworzonych z proszków bazowych (ALC100 i AL160) z częściami wydrukowanymi z mieszanek tych proszków w udziale masowym 73:27 (ALC100:AL160 oraz AL160:ALC100). Stwierdzono, że wprowadzenie do proszku gruboziarnistego drobnych cząstek w udziale 27% masowych spowodowało wzrost gęstości części drukowanych o 1,6%. Jednakże po procesie spiekania gęstość części AL160:ALC100 i AL160 jest zbliżona. Natomiast wprowadzenie do drobnoziarnistej bazy proszku o większych cząstkach spowodowało wzrost gęstości próbek drukowanych o 1,2%, a spiekanych o 2,7%.

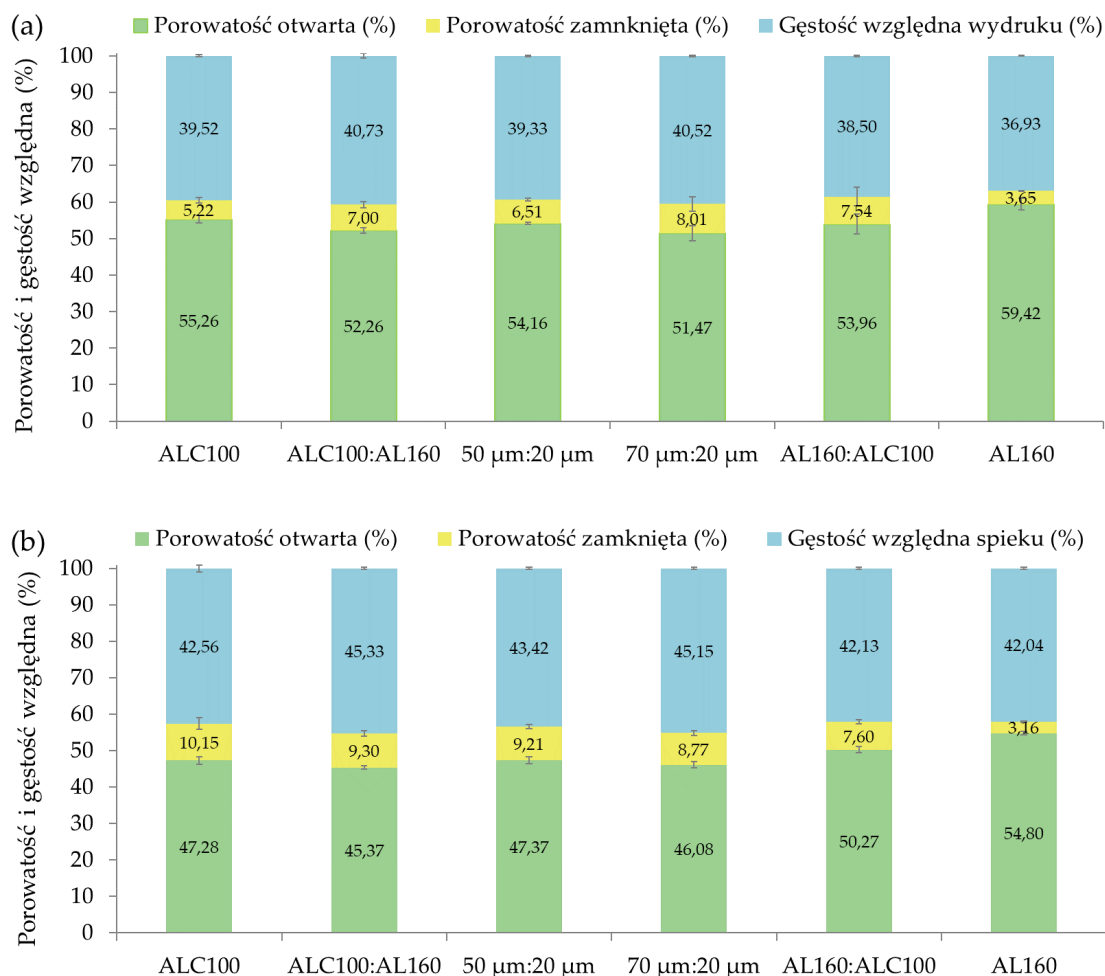
#### 7.2.7. Porowatość

Na Rysunku 57 przedstawiono wyniki porowatości zamkniętej, otwartej i całkowitej wydruków oraz spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek wyznaczonych w oparciu o zasadę Archimedesesa. Wydrukowane części (Rysunek 57a) wykonane z proszku aluminium charakteryzowały się porowatością zamkniętą w przedziale od 3,65% do 8,01% oraz porowatością całkowitą wynoszącą od 59% do około 63%. Na ogół zielone części, drukowane w technologii Binder Jetting, charakteryzują się porowatością w przedziale od 45% do 65%. Gęstość takich części jest niższa niż części produkowanych metodą metalurgii proszków. Dla wyprasek detali produkowanych za pomocą tradycyjnych metod uzyskuje się porowatość na poziomie około 20% [237]. Jednakże podczas procesu drukowania w metodzie Binder Jetting nie stosuje się siły nacisku, co skutkuje niższym upakowaniem proszku [200].

Porowatość całkowita części po spiekaniu (Rysunek 57b) mieściła się w zakresie od ponad 54% do prawie 58%. Zasadniczo proces spiekania spowodował obniżenie porowatości, jednakże wciąż przekraczała ona wartość 50%. Zaobserwowano, że porowatość zamknięta mieściła się w zakresie od 3,16% do 10,15% i była wyższa w porównaniu z porowatością zamkniętą zmierzoną bezpośrednio po procesie drukowania. Co więcej, udział porowatości zamkniętej jest ściśle związany z wielkością cząstek stosowanego do druku materiału. Wraz ze wzrostem wielkości cząstek proszku odnotowano niższą porowatość zamkniętą części. Największą porowatością otwartą (wynoszącą prawie 55%) charakteryzowała się próbka zbudowana z proszku gruboziarnistego (AL160). Najniższą zaś, wynoszącą około 45%, próbka utworzona z mieszanki proszkowej ALC100:AL160. Zarówno rozmiar, jak i kształt cząstek proszku ma istotny wpływ na udział porowatości otwartej. Proszki nieregularne wykazują niższą gęstość upakowania niż proszki sferoidalne. Od wielkości cząstek będzie również uzależniony rozmiar powstałych porów. Zasadniczo mniejsze cząstki proszku mają wyższą energię powierzchniową oraz mniejsze pory, co przekłada się na szybszy proces zagęszczania oraz wyższą gęstość końcową części [45]. Także dla części produkowanych z proszków o charakterze bimodalnym



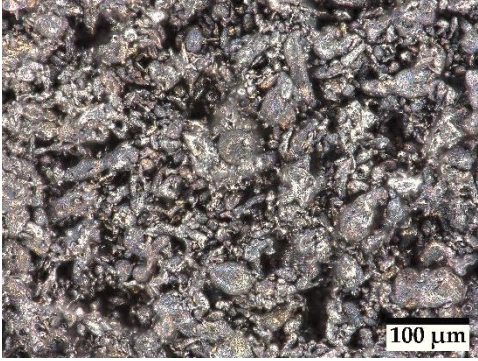
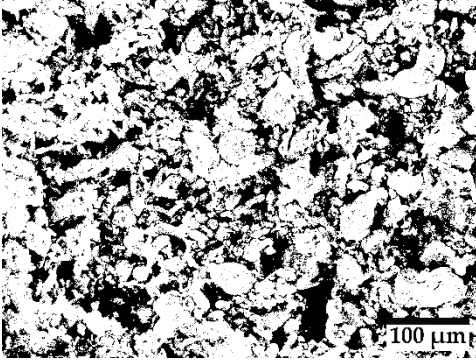
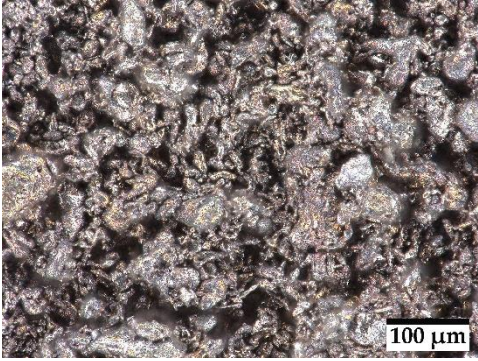
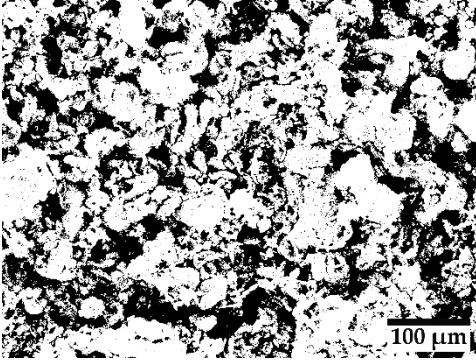
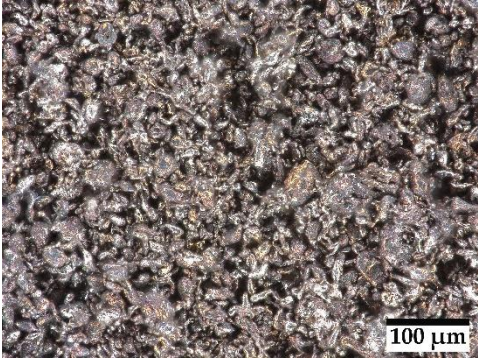
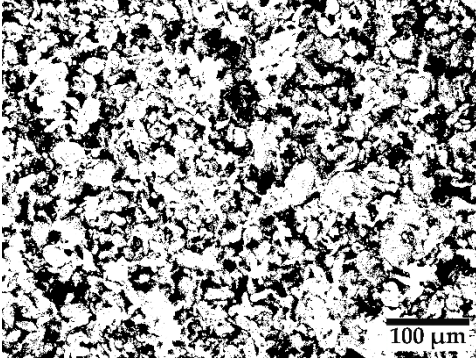
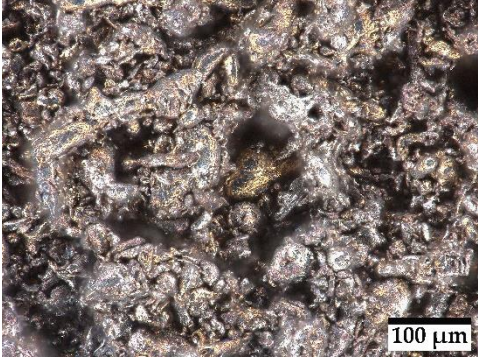
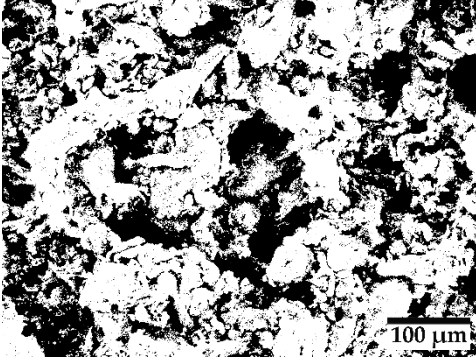
porowatość jest mniejsza i równomiernie rozłożona wewnątrz próbki [238]. Do powstania porowatości międzycząsteczkowej mogą przyczynić się także pozostałości węgla z pirolizy spoiwa, które hamują procesy zagęszczania [54].



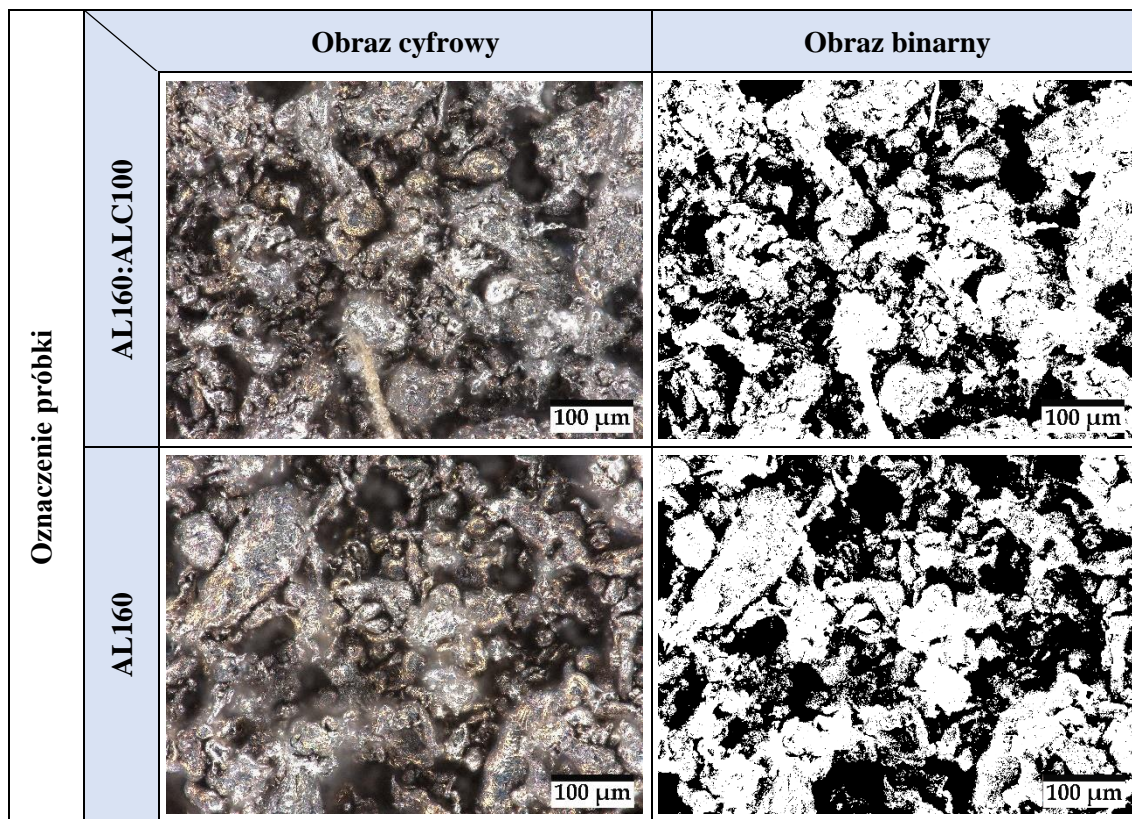
**Rysunek 57.** Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na porowatość części: (a) drukowanych oraz (b) spiekanych

Udział porowatości oszacowano także na podstawie obrazów cyfrowych wykonanych za pomocą mikroskopu optycznego przy powiększeniu 500×. Zdjęcia cyfrowe przekształcono na obrazy binarne i przeprowadzono analizę. Reprezentatywne przykłady obrazów wyjściowych oraz binarnych dla każdej mieszanki proszkowej przedstawiono w Tabeli 28. Wyniki pomiarów porowatości spieków, które oszacowano na podstawie analizy obrazu, zestawiono w Tabeli 29.

**Tabela 28.** Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne, na podstawie których określono porowatość spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek

		Obraz cyfrowy	Obraz binarny
		Oznaczenie próbki	
Oznaczenie próbki	ALC100		
	ALC100:AL160		
	50 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$		
	70 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$		

*Tabela 28 (c.d.). Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne, na podstawie których określono porowatość spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek*



*Tabela 29. Wyniki pomiaru porowatości próbek wykonanych z mieszanek proszkowych, wyznaczone z zastosowaniem metod analizy obrazu*

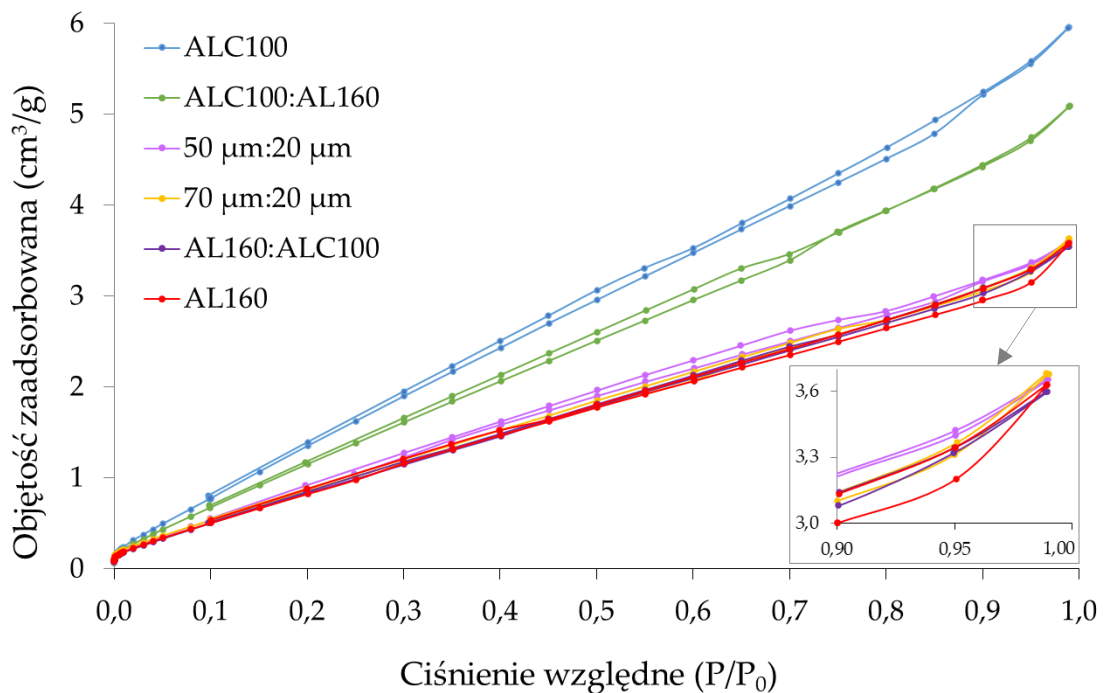
Oznaczenie	Obwód (μm)	Średnica Fereta - poziom (μm)	Średnica Fereta - pion (μm)	Współczynnik kształtu	Porowatość (%)
ALC100	3,55 ± 0,04	0,83 ± 0,02	0,81 ± 0,02	1,04 ± 0,01	47,38 ± 0,55
ALC100:AL160	3,69 ± 0,20	0,84 ± 0,02	0,82 ± 0,02	1,02 ± 0,01	45,95 ± 0,16
50 μm:20 μm	3,67 ± 0,31	0,84 ± 0,02	0,82 ± 0,03	1,02 ± 0,02	48,42 ± 0,24
70 μm:20 μm	3,70 ± 0,07	0,89 ± 0,02	0,84 ± 0,01	1,06 ± 0,01	46,43 ± 0,22
AL160:ALC100	3,62 ± 0,13	0,86 ± 0,03	0,82 ± 0,03	1,05 ± 0,02	50,88 ± 0,36
AL160	3,64 ± 0,12	0,87 ± 0,01	0,84 ± 0,01	1,04 ± 0,01	55,66 ± 0,23

Wyniki porowatości otrzymane na podstawie analizy obrazu pozostawały w pełnej zgodności z rezultatami uzyskanymi z pomiarów w oparciu o prawo Archimedes'a. Stopień wydłużenia określany jest za pomocą współczynnika kształtu, którego wartość równa 1 odnosi się do koła bądź kwadratu. Współczynnik ten dla kształtów wydłużonych osiąga wyższe wartości. Na podstawie odczytanych wartości stwierdzono, że wszystkie badane materiały charakteryzowały się wydłużonym kształtem pustek. Większy stopień wydłużenia porów zaobserwowano dla próbek, które przygotowano z mieszanek proszkowych o większym rozkładzie wielkości cząstek (70 μm:20 μm oraz AL160:ALC100), w których 73% mas. zajmował proszek gruboziarnisty, a 27% mas. proszek drobnoziarnisty.

### 7.2.8. Wyznaczenie powierzchni właściwej materiału oraz objętości i wielkości porów metodą adsorpcji-desorpcji azotu

Izotermy adsorpcji-desorpcji azotu wyznaczone z metody opartej na sorpcji fizycznej dla spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek przedstawiono na Rysunku 58. Izotermy oraz pętle histerezy adsorpcji gazu stanowią informację o strukturze porów materiału [212]. W nawiązaniu do ogólnie przyjętej klasyfikacji wg IUPAC (Międzynarodowa Unia Chemii Czystej i Stosowanej) uzyskane izotermy określane są izotermami typu IV, które odpowiadają mezoporowatym adsorbentom o silnym powinowactwie [213]. Otrzymane izotermy posiadają pętlę histerezy typu H3, która wynika z adsorpcji/desorpcji mezoporów gazem na skutek kondensacji kapilarnej [214]. Taki rodzaj pętli histerezy reprezentuje materiały posiadające pory szczelinowe [213].

Wyniki pomiarów parametrów teksturalnych zaprezentowano w Tabeli 30.



**Rysunek 58.** Izotermy adsorpcji i desorpcji azotu spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek



**Tabela 30.** Analiza parametrów teksturalnych spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek

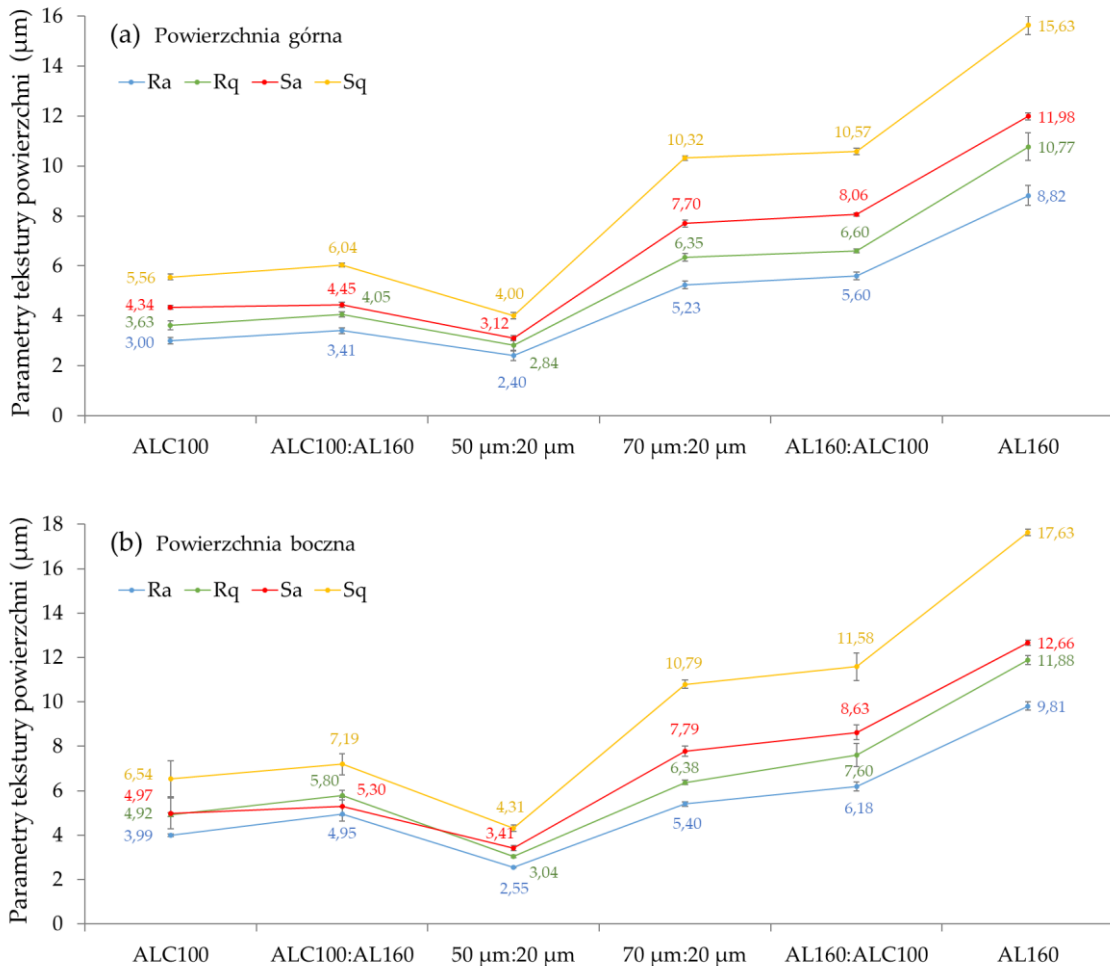
Oznaczenie	Powierzchnia właściwa BET (m <sup>2</sup> /g)	Objętość właściwa porów (cm <sup>3</sup> /g)			Rozmiar porów (nm)	
		Całkowita objętość porów przy P/P <sub>0</sub> = 0,99	Objętość porów BJH	Objętość porów DR	Średnia średnica porów	Średnia średnica porów BJH
<b>ALC100</b>	8,484	0,01223	0,00923	0,00190	4,238	1,943
<b>ALC100:AL160</b>	6,884	0,01028	0,00790	0,00154	4,588	2,194
<b>50 μm:20 μm</b>	5,127	0,00711	0,00563	0,00109	4,627	2,194
<b>70 μm:20 μm</b>	5,034	0,00723	0,00559	0,00100	4,634	2,194
<b>AL160:ALC100</b>	4,810	0,00755	0,00555	0,00105	4,709	2,459
<b>AL160</b>	4,780	0,00766	0,00550	0,00107	4,935	2,745

Parametr BET opisuje powierzchnię właściwą materiału uwzględniając pole powierzchni wewnętrznej cząstek proszku, która dostępna jest dla cząsteczek azotu. Wraz ze wzrostem rozmiaru proszku, z którego wydrukowano części, wzrasta także jego powierzchnia właściwa. Zależność taka jest analogiczna do wyników uzyskanych dla mieszanek proszków (Rysunek 48). Powierzchnia właściwa materiałów sproszkowanych jest około 90% niższa niż wytworzonych z nich próbek. Wartość BET dla uzyskanych detali mieści się w zakresie od 4,780 m<sup>2</sup>/g do 8,484 m<sup>2</sup>/g. W porównaniu do wyników uzyskanych dla próbek wytworzonych z proszku drobnoziarnistego (ALC100), próbki wykonane z proszku gruboziarnistego (AL160) charakteryzują się powierzchnią właściwą niższą o 44%. Wraz ze wzrostem wartości BET odnotowano wzrost objętości właściwej porów w materiale. Przeważała mezoporowatość (BJH), która stanowiła aż 72-79% całkowitej objętości porów. Mikroporowatość (DR) mieściła się w zakresie od 14% do 16% i w wyższym udziale występowała w próbkach wykonanych z drobnych proszków. Makroporowatość wynosiła od 6% do 14%, a jej udział wzrastał wraz ze wzrostem wielkości stosowanego materiału. Wraz ze wzrostem rozmiaru cząstek proszku wzrastała średnica porów.

### 7.2.9. Badania chropowatości powierzchni

Rysunek 59 przedstawia rezultaty pomiarów chropowatości spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek, przeprowadzonych na powierzchniach górnych – płaszczyzna XY (Rysunek 59a) oraz bocznych – płaszczyzna YZ (Rysunek 59b). W ramach badań określono wartości takich parametrów jak R<sub>a</sub> (średnie arytmetyczne odchylenie wysokości profilu od linii średniej), R<sub>q</sub> (średnie kwadratowe odchylenie wysokości profilu od linii średniej), S<sub>a</sub> (średnie arytmetyczne odchylenie wysokości profilu od powierzchni średniej), S<sub>q</sub> (średnie kwadratowe odchylenie wysokości profilu od powierzchni średniej), S<sub>sk</sub> (miara symetrii wysokości względem wysokości średniej) i S<sub>ku</sub> (wskaźnik nadmiernie wysokich szczytów lub głębokich dolin na powierzchni) [239]. Jednakże parametry profilu oznaczone literą R (wyznaczone zgodnie z normą ISO 4287) niejednokrotnie są

niewystarczające do scharakteryzowania detali wytwarzanych za pomocą metod przyrostowych, ponieważ służą do charakterystyki pojedynczych linii profilu chropowatości (parametrów profilu 2D). Natomiast bardziej reprezentatywne mogą być rezultaty pomiarów parametrów powierzchni, oznaczonych symbolem S (wyznaczone zgodnie z normą ISO 25178) służące do ilościowej charakterystyki chropowatości powierzchni 3D [218], [240].



**Rysunek 59.** Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na chropowatość powierzchni spieków: (a) górną (płaszczyzna XY) oraz (b) boczną (płaszczyzna YZ)

Na podstawie uzyskanych wyników (Rysunek 59) stwierdzono, że powierzchnie utworzone w wyniku rozproszczenia proszku za pomocą rolki obrotowej (płaszczyzna XY) charakteryzują się niższą chropowatością niż powierzchnie od strony warstwowej próbki (płaszczyzna YZ). Dla płaszczyzn XY wartości badanych parametrów chropowatości były do 15% niższe w porównaniu z powierzchniami YZ. Otrzymane wyniki pomiarów chropowatości pozostają w zgodności dla zależności zaobserwowanych podczas badań prowadzonych w ramach pierwszego etapu pracy. Natomiast części utworzone z drobnych proszków (ALC100, ALC100:AL160 i 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ ) wykazywały mniejszą chropowatość powierzchni niż próbki wydrukowane z proszków gruboziarnistych (70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , AL160:ALC100, AL160). Zasadniczo wraz ze wzrostem rozmiaru cząstek proszku aluminium następował wzrost chropowatości powierzchni detali. Od tej zależności odstępstwo stanowił wynik dla próbki utworzonej z mieszanki proszku 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , dla której odnotowano najniższą chropowatość spośród wszystkich wariantów. Mieszanka ta



składała się z cząstek o wielkości 50  $\mu\text{m}$  stanowiących 73% mas. mieszanki i 27% mas. drobnych cząstek (20  $\mu\text{m}$ ), które mogły wypełnić puste przestrzenie utworzone pomiędzy większymi cząstkami, zapewniając w ten sposób gładszą powierzchnię w porównaniu z częściami wyprodukowanymi z nieprzesianego proszku bazowego ALC100. Na ogół wielkość cząstek proszku stosowanego do wytwarzania addytywnego ma znaczący wpływ na jakość wykończenia powierzchni. Stosowanie proszków o mniejszych rozmiarach powinno skutkować uzyskaniem gładszych powierzchni niż podczas drukowania z proszków gruboziarnistych. Jednakże występujące pomiędzy drobnymi proszkami siły przyciągania (van der Waalsa) powodują zmniejszenie sypkości proszku, co w efekcie może prowadzić do utrudnionego rozprowadzania proszku w złożu proszkowym [13], [108].

Zasadniczo średnia chropowatość spiekanych części wytworzonych w technologii Binder Jetting powinna oscylować wokół wartości 6  $\mu\text{m}$  (parametr  $R_a$ ) [13]. Podobne wyniki uzyskali Rojas-Nastrucci i in. [33] dla próbek ze stali nierdzewnej 316 wydrukowanych z proszku o rozmiarze cząstek 30  $\mu\text{m}$  infiltrowanych miedzią. Odnotowali wartość  $R_a$  wynoszącą 6,25  $\mu\text{m}$ .

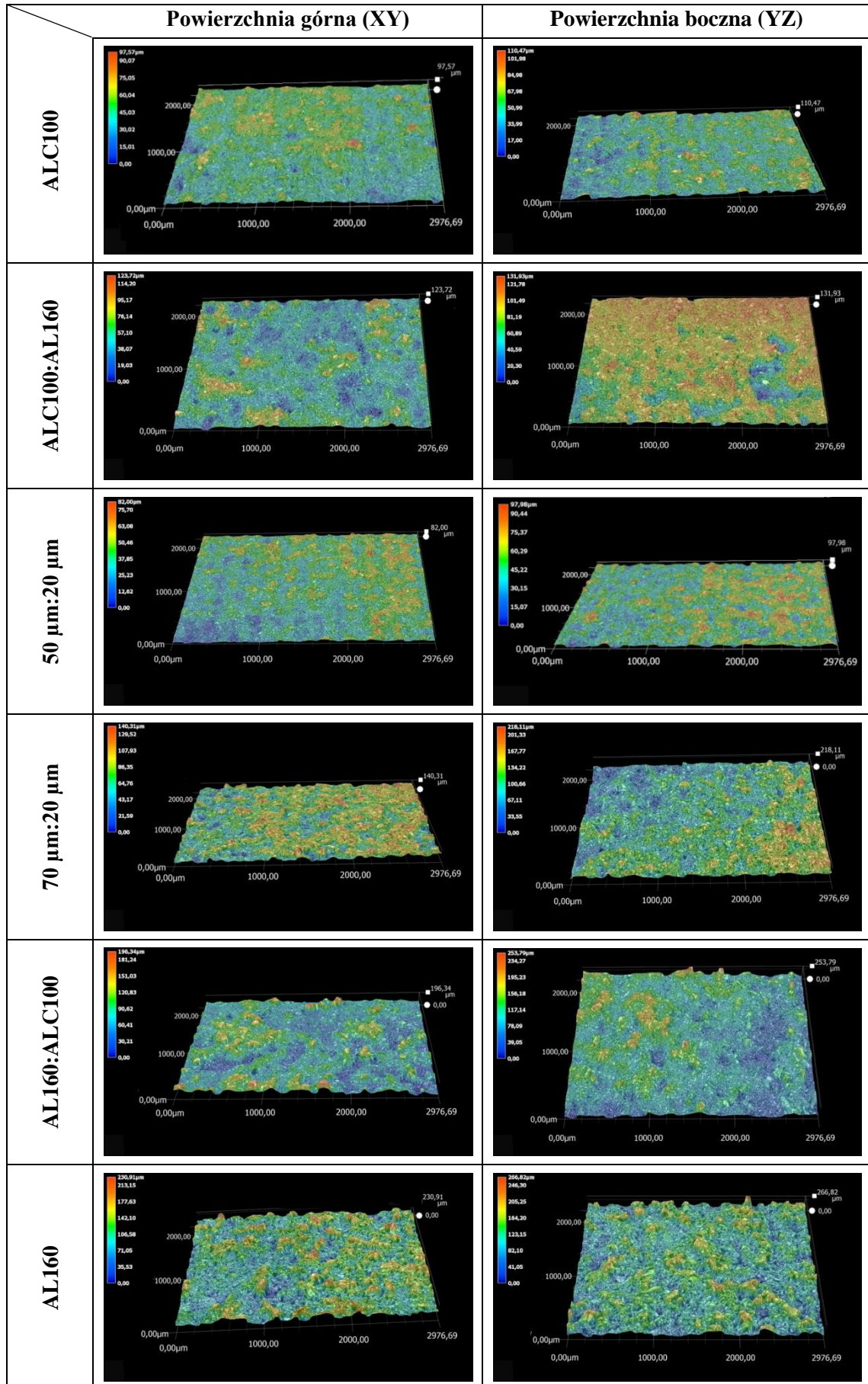
Analizując wartości parametru  $R_a$  otrzymane dla obydwu badanych powierzchni (Rysunki 59a i 59b) można zaobserwować, że detale utworzone z drobnych cząstek posiadają dosyć niskie wartości, w zakresie od 2,40  $\mu\text{m}$  do 3,41  $\mu\text{m}$  dla powierzchni górnej, oraz od 2,55  $\mu\text{m}$  do 4,95  $\mu\text{m}$  dla powierzchni bocznej. Zastosowanie mieszanek, w których 73% mas. stanowią proszki gruboziarniste (70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$  oraz AL160:ALC100) pozwala na uzyskanie porównywalnych wyników. Dla tych wariantów na powierzchniach górnych odnotowano wartość parametru  $R_a$  odpowiednio na poziomie 5,23  $\mu\text{m}$  oraz 5,60  $\mu\text{m}$ , a także 5,40  $\mu\text{m}$  i 6,18  $\mu\text{m}$  na powierzchniach bocznych. Natomiast zastosowanie do produkcji części proszku AL160 przyczyniło się do znacznego wzrostu chropowatości powierzchni. Parametr  $R_a$  w tym przypadku wyniósł 8,82  $\mu\text{m}$  na powierzchni górnej oraz 9,81  $\mu\text{m}$  na powierzchni bocznej.

Parametry tekstury powierzchni z oznaczeniem S są około 1,5-krotnie wyższe niż parametry z oznaczeniem R. Jednakże zależność pomiędzy nimi w odniesieniu do wielkości cząstek proszku stosowanego do druku jest zachowana dla wszystkich parametrów –  $R_a$ ,  $R_q$ ,  $S_a$  i  $S_q$ . Zaobserwowano, że części charakteryzujące się wyższą chropowatością posiadają również wyższą porowatość (Rysunek 57). Zasadniczo wyższa chropowatość powierzchni może być czynnikiem powodującym powstawanie porów pomiędzy nakładanymi warstwami [241].

W Tabeli 31 przedstawiono reprezentatywne topografie powierzchni górnej oraz bocznej spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek wytworzonych w technologii Binder Jetting.



Tabela 31. Topografie powierzchni XY i YZ spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium







W Tabeli 32 zestawiono wyniki parametrów tekstury powierzchni takich jak skośność ( $S_{sk}$ ) i kurtoza ( $S_{ku}$ ) wyznaczone zarówno dla powierzchni górnych, jak i bocznych poszczególnych próbek. Parametry te są wykorzystywane do charakterystyki rozkładu wysokości szczytów oraz głębokości dolin. Skośność wskazuje stopień symetrii bądź asymetrii rozkładu. Gdy  $S_{sk} = 0$ , oznacza to symetryczny rozkład wysokości szczytów i dolin wokół płaszczyzny średniej;  $S_{sk} < 0$  oznacza płaską powierzchnię z dolinami; a gdy  $S_{sk} > 0$  oznacza płaską powierzchnię z pikami. Z kolei kurtoza ( $S_{ku}$ ) jest miarą ostrości profilu chropowatości. Gdy  $S_{ku} = 3$ , oznacza to normalny rozkład wysokości, w którym jednocześnie występują obszary wklęsłe i ostre; gdy  $S_{ku} > 3$ , powierzchnia charakteryzuje się występowaniem dużej ilości wysokich pików i/lub głębokich dolin, gdy  $S_{ku} < 3$ , świadczy o ich braku na powierzchni [242], [243].

*Tabela 32. Parametry tekstury powierzchni spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek*

Oznaczenie	Powierzchnia górna (XY)		Powierzchnia boczna (YZ)	
	Skośność ( $S_{sk}$ )	Kurtoza ( $S_{ku}$ )	Skośność ( $S_{sk}$ )	Kurtoza ( $S_{ku}$ )
<b>ALC100</b>	0,42 ± 0,06	3,59 ± 0,09	0,39 ± 0,01	4,41 ± 0,09
<b>ALC100:AL160</b>	0,62 ± 0,07	3,76 ± 0,10	0,55 ± 0,06	4,64 ± 0,13
<b>50 μm:20 μm</b>	0,19 ± 0,03	3,46 ± 0,03	0,17 ± 0,06	3,32 ± 0,06
<b>70 μm:20 μm</b>	0,24 ± 0,04	3,70 ± 0,20	0,35 ± 0,04	3,52 ± 0,13
<b>AL160:ALC100</b>	0,28 ± 0,08	3,42 ± 0,12	0,54 ± 0,02	4,95 ± 0,06
<b>AL160</b>	0,36 ± 0,04	3,34 ± 0,08	0,61 ± 0,04	5,35 ± 0,10

Wszystkie analizowane powierzchnie uzyskały wartość parametru  $S_{sk}$  powyżej 0, co oznacza, że na powierzchni dominują szczyty, a nie doliny. Natomiast parametr  $S_{ku}$  dla wszystkich analizowanych powierzchni przekroczył wartość 3, co oznacza że powierzchnię charakteryzuje występowanie wysokich szczytów i/lub głębokich dolin [163].

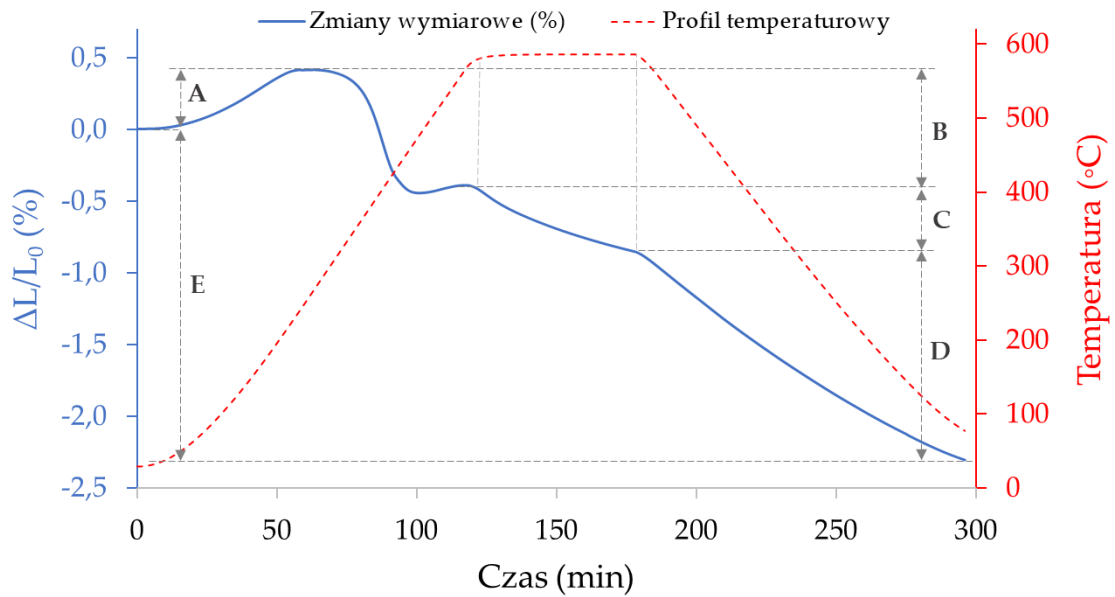
#### 7.2.10. Badania dylatometryczne

Zmiany wymiarowe próbek jakie nastąpiły podczas procesu spiekania w próżni wyznaczono na podstawie krzywych dylatometrycznych. Schemat zastosowany do obliczeń zmian jakie wystąpiły na poszczególnych etapach spiekania przygotowano na podstawie informacji zawartych w publikacji [244] i zaprezentowano na Rysunku 60.

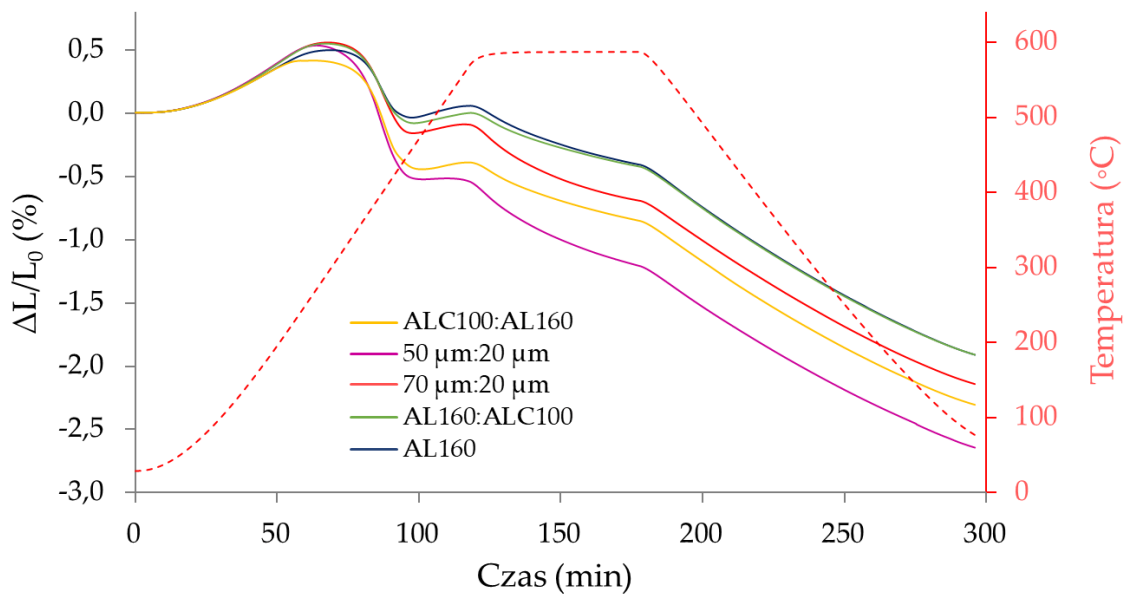
Na Rysunku 61 przedstawiono krzywe dylatometryczne wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek. Zarejestrowane zmiany wymiarowe przedstawiono w funkcji czasu i temperatury. Zastosowano izotermiczne spiekanie w temperaturze 620°C. Na podstawie wyników badań dylatometrycznych określono zmiany wymiarowe w poszczególnych etapach spiekania:

- 1) nagrzewania do temperatury izotermicznej spiekania;
- 2) spiekania izotermicznego;
- 3) chłodzenia.

Określono również całkowite zmiany wymiarowe. Uzyskane wyniki przedstawiono w Tabeli 33.



**Rysunek 60.** Schemat wyznaczania zmian wymiarowych na poszczególnych etapach procesu spiekania, gdzie odcinek: A – rozszerzalność cieplna (pęcznienie) podczas etapu nagrzewania, B – skurcz podczas etapu nagrzewania, C – skurcz podczas etapu izotermicznego spiekania, D - skurcz podczas etapu chłodzenia, E – skurcz całkowity



**Rysunek 61.** Krzywe dylatometryczne wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek

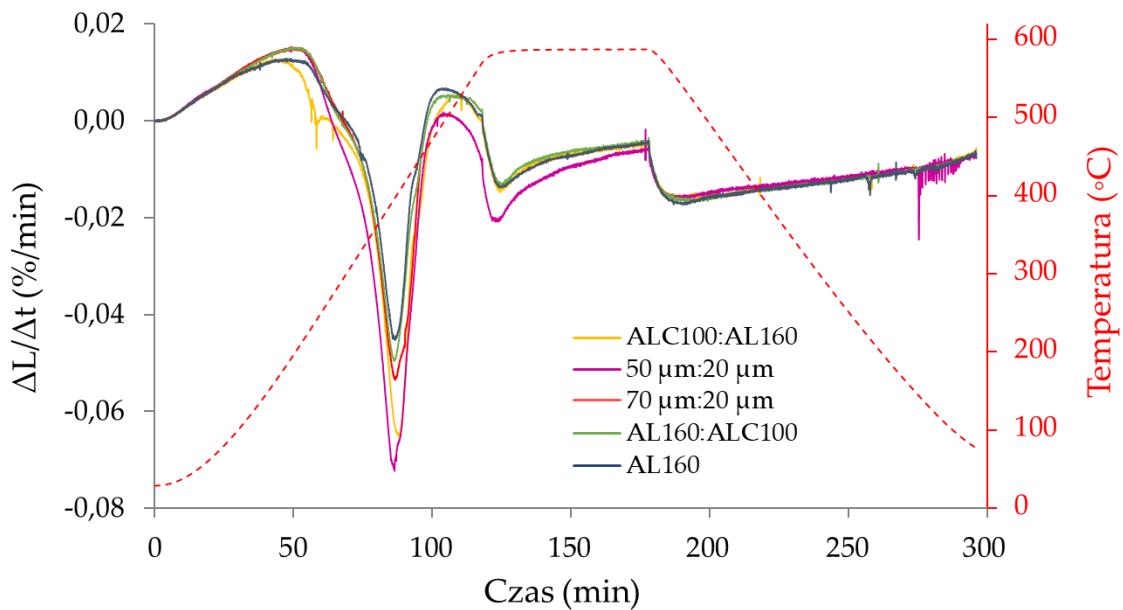


**Tabela 33.** Zmiany wymiarowe podczas procesu spiekania wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek

Oznaczenie	Temp. początku spiekania (°C)	Zmiany wymiarowe podczas poszczególnych etapów procesu spiekania (%)				Całkowity skurcz (%) (E)
		Nagrzewanie		Izotermiczne spiekanie	Chłodzenie	
		Pęcznienie (A)	Skurcz (B)	Skurcz (C)	Skurcz (D)	
ALC100:AL160	267	+0,412	-0,806	-0,463	-1,453	-2,310
50 µm:20 µm	271	+0,531	-1,077	-0,668	-1,435	-2,649
70 µm:20 µm	293	+0,554	-0,650	-0,602	-1,449	-2,147
AL160:ALC100	288	+0,546	-0,548	-0,426	-1,487	-1,915
AL160	299	+0,495	-0,440	-0,467	-1,502	-1,914

Na podstawie uzyskanych wyników można wnioskować, że wielkość cząstek proszku przygotowanego do druku ma wpływ na przebieg procesu spiekania. Dla wszystkich wariantów zaobserwowano zjawisko rozszerzalności cieplnej do temperatury w zakresie 265–299°C. Wraz ze wzrostem wielkości cząstek proszku obserwowane jest przesunięcie temperatury początku spiekania w kierunku wyższych wartości. Wraz z dalszym wzrostem temperatury rejestrowany jest skurcz, co potwierdza zachodzenie zjawiska transportu masy (procesów dyfuzji) [245]. Największy skurcz dla etapu nagrzewania odnotowano dla próbek wytworzonych z proszku drobnoziarnistego (50 µm:20 µm) i wynosił -1,077%. Dla pozostałych wariantów skurcz podczas nagrzewania odczytano w zakresie od -0,440% do -0,806%. Wraz ze wzrostem wielkości cząstek proszku, skurcz zarejestrowany podczas etapu nagrzewania malał. Dla wszystkich próbek skurcz na etapie spiekania był zbliżony i mieścił się w zakresie od -0,426% do -0,668%. Podczas chłodzenia skurcz utrzymywał się na zbliżonym poziomie w zakresie od -1,435% do -1,502% i był nieznacznie wyższy dla próbek wykonanych z proszków gruboziarnistych. Rozpatrując całkowite zmiany wymiarowe, najmniejszy skurcz (-1,914% i -1,915%) zarejestrowano odpowiednio dla próbek AL160 i AL160:ALC100. Natomiast największe zmiany wymiarowe odnotowano dla próbek ALC100:AL160, 50 µm:20 µm oraz 70 µm:20 µm. Mieściły się one w zakresie od -2,147% do -2,649%. Zmiana wymiarów liniowych świadczy o zagęszczeniu materiału. Dla proszków gruboziarnistych transport masy był mniej efektywny. Z kolei drobne cząstki proszku o większej powierzchni właściwej sprzyjają uzyskaniu efektywniejszych wyników spiekania [246]. Rezultaty otrzymane z pomiarów dylatometrycznych pozostają w zgodności z wynikami gęstości próbek.

Na Rysunku 62 przedstawiono kinetykę zmian wymiarowych wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek. Zaobserwowano, że największe prędkości zmian niezależnie od rodzaju próbki odnotowano w trakcie ich nagrzewania. Ekstremum tych procesów zachodziło w temperaturze około 400°C. Najbardziej intensywne procesy zachodziły dla próbek wydrukowanych z proszków drobnoziarnistych, a wraz ze wzrostem wielkości cząstek ich intensywność malała.

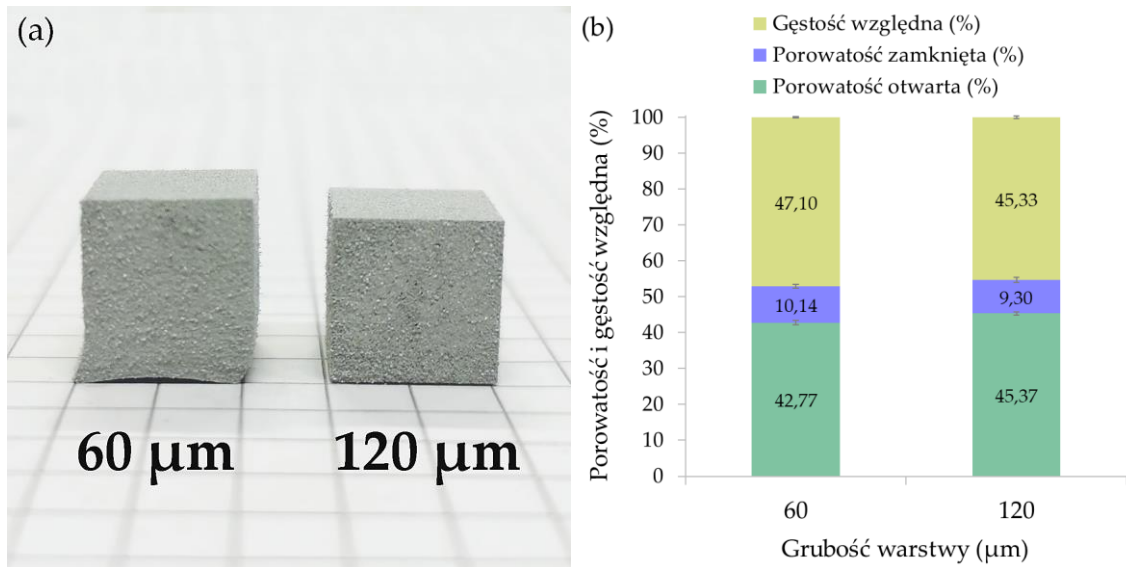


*Rysunek 62. Kinetyka procesu spiekania wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek*

#### 7.2.11. Dobór optymalnej mieszanki proszku aluminium do druku 3D

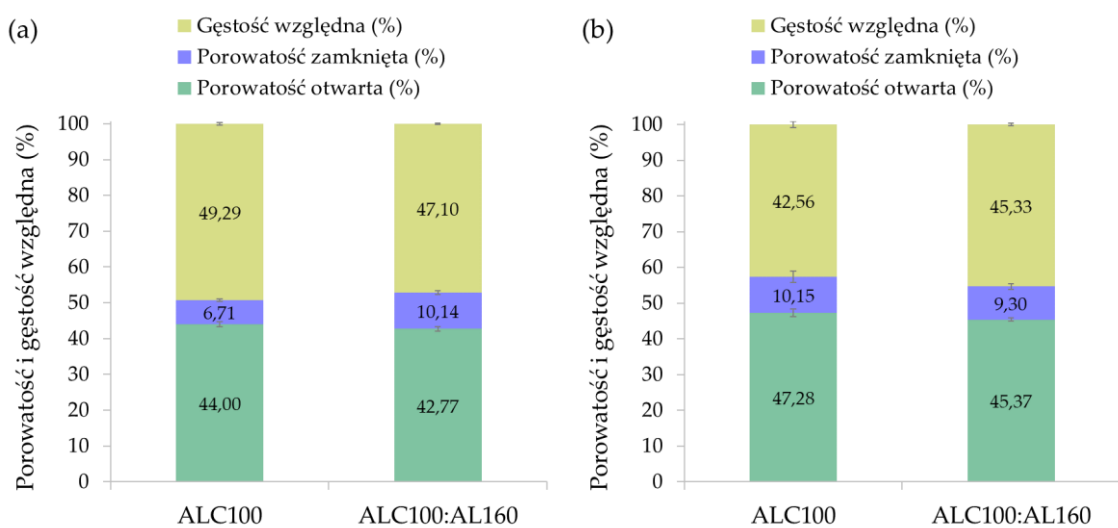
W ramach badań prowadzonych w pierwszym etapie pracy dokonano optymalizacji parametrów druku dla drobnoziarnistego proszku ALC100. W drugim etapie badań przeprowadzono analizę wpływu wielkości cząstek proszku aluminium na właściwości drukowanych detali, która wykazała, że elementy wytworzone z mieszanki proszku ALC100:AL160 charakteryzowały się najwyższą gęstością oraz najniższą porowatością spośród wszystkich przygotowanych wariantów. Jednakże porównując wyniki dla próbek drukowanych wyłącznie z proszku ALC100 wytworzonych przy grubości warstwy wynoszącej 60  $\mu\text{m}$ , można zauważyć że uzyskano korzystniejsze rezultaty niż dla próbek drukowanych przy warstwie 120  $\mu\text{m}$ . W związku z powyższym przeprowadzono analizę porównawczą dotyczącą wpływu grubości warstwy na właściwości drukowanych części w zależności od zastosowanej mieszanki.

Przygotowano wydruki próbek z mieszanki, która pozwoliła na uzyskanie najlepszych rezultatów (ALC100:AL160). Na Rysunku 63a przedstawiono zdjęcia detali przygotowanych z proszku ALC100:AL160 wydrukowanych z grubością warstwy wynoszącą 60  $\mu\text{m}$  oraz 120  $\mu\text{m}$ . Zastosowanie mniejszej grubości warstwy przyczyniło się do powstania przesunięć niezakotwionych warstw. Prawdopodobnie wynikało to z faktu, że w 27% mas. mieszanka składała się z proszku AL160, którego cząstki przekraczały zastosowaną wysokość warstwy. Wyniki porowatości i gęstości próbek wydrukowanych z proszku ALC100:AL160 przy grubości warstwy 60  $\mu\text{m}$  oraz 120  $\mu\text{m}$  przedstawiono na Rysunku 63b. Zastosowanie mniejszej wysokości warstwy podniosło gęstość próbki oraz obniżyło jej porowatość. Podobną zależność zaobserwowano dla próbek wydrukowanych z proszku ALC100 (wykonanych w pierwszym i drugim etapie badań).



**Rysunek 63.** Wpływ grubości warstwy proszku ALC100:AL160 na: (a) geometrię, oraz (b) gęstość i porowatość części

Wyniki uzyskane dla próbek drukowanych z proszków ALC100 oraz ALC100:AL160 przy stałej grubości warstwy wynoszącej 60 μm (Rysunek 64a) oraz 120 μm (Rysunek 64b) pokazały, że w zależności od mieszanki proszkowej należy indywidualnie dobrać grubość warstwy. Stosując wysokość warstwy wynoszącą 120 μm, proszek ALC100:AL160 podniósł gęstość próbki i zapewnił niższą porowatość w porównaniu do proszku ALC100. Jednakże obniżając grubość warstwy do 60 μm zależności pomiędzy analizowanymi mieszankami proszku uległy zmianie. Niższą gęstością charakteryzowała się próbka ALC100:AL160. Może to wynikać z faktu, że obecność dużych cząstek w utworzonej mieszance przekraczała grubość warstwy, co podczas nakładania proszku prowadziło do preferencyjnego osadzania drobnych cząstek. Jednakże nie zmienia to faktu, że niższa grubość warstwy niezależnie od zastosowanej mieszanki sprzyjała wzrostowi gęstości i obniżeniu porowatości części.



**Rysunek 64.** Wpływ rozkładu wielkości cząstek mieszanki proszkowej na gęstość i porowatość części drukowanych przy grubości warstwy wynoszącej (a) 60 μm, oraz (b) 120 μm



### 7.2.12. Podsumowanie

Celem badań opisanych w niniejszym podrozdziale pracy była ocena wpływu rozkładu wielkości cząstek nieregularnego proszku aluminium na właściwości detali wydrukowanych w technologii Binder Jetting. W pierwszym etapie badań (podrozdział 7.1.) dokonano optymalizacji parametrów druku. Dobrane parametry zastosowano podczas analiz prowadzonych w drugim etapie. Doświadczalnie dokonano doboru grubości warstwy optymalnej dla wszystkich wariantów, tak aby uniknąć problemów ze stabilnością wymiarów i geometrią wydruków. Do dalszych procesów druku zastosowano grubość warstwy równą 120  $\mu\text{m}$ . W ramach badań służących analizie wpływu wielkości cząstek proszku na jakość produkowanych części przygotowano cztery mieszanki proszkowe zawierające proszki gruboziarniste i drobnoziarniste w udziałach masowych 73:27% oraz 27:73%. Rezultaty porównano także z dwoma proszkami bazowymi (ALC100 i AL160).

Zaobserwowano, że wydrukowane i spiekane części wykonane w technologii Binder Jetting charakteryzują się gęstością względną w zakresie od 42% do 45%, co prawdopodobnie wynika z rodzaju zastosowanego proszku o nieregularnych cząstkach. Detale charakteryzowała dosyć duża porowatość całkowita, sięgająca 58%. Efekt ten jest spowodowany gorszym upakowaniem względem proszku sferoidalnego. Drobne cząstki proszku powodowały uzyskanie części o niższej porowatości całkowitej niż w przypadku zastosowania proszku o większych cząstkach. Części wykonane z proszków drobnoziarnistych posiadały również niższą chropowatość powierzchni, szczególnie niskie wartości parametrów tekstury uzyskano dla mieszanki 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , w której cząstki o wielkości 20  $\mu\text{m}$  wypełniały pustki pomiędzy cząstkami o średnicy 50  $\mu\text{m}$ .

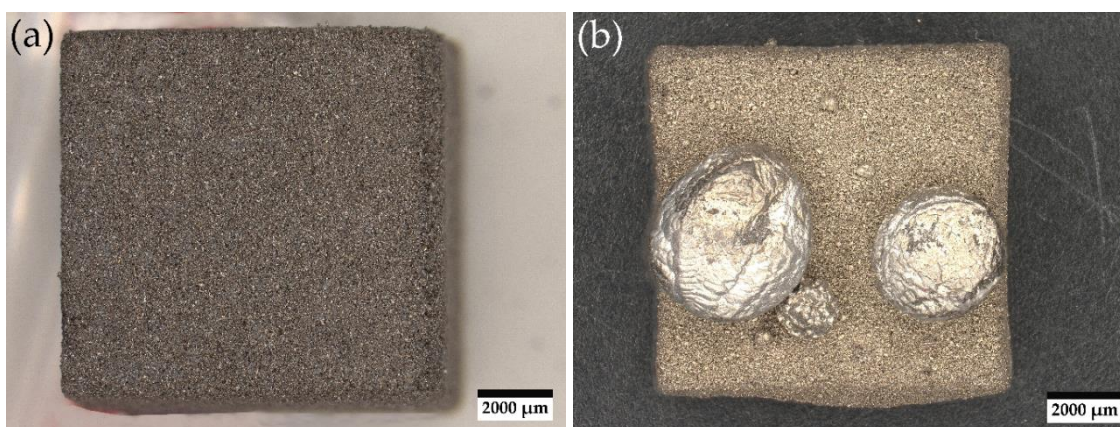
Najwyższą gęstość oraz jednocześnie najniższą porowatość uzyskano w wyniku druku mieszanki proszkowej utworzonej z proszku drobnoziarnistego (ALC100) oraz gruboziarnistego (AL160) w udziale masowym 73:27% przy grubości warstwy 120  $\mu\text{m}$ . Wyniki uzyskane w drugim etapie badań potwierdziły zależności pomiędzy grubością stosowanej warstwy, a gęstością czy porowatością części jakie opisano w pierwszym etapie badań dla proszku ALC100. Dla każdej mieszanki proszkowej optymalną grubość warstwy wydruku należy dobierać eksperymentalnie. Zbyt mała wysokość warstwy, mimo iż może prowadzi do podniesienia gęstości części, to równocześnie może znacząco wpływać na utratę geometrii części.

### 7.3. Wpływ parametrów procesu spiekania na jakość wytwarzanych części

W ramach trzeciego etapu badań dokonano analizy wpływu szybkości nagrzewania oraz temperatury izotermicznego spiekania na zmiany wymiarowe, gęstość oraz porowatość spieków. Analizę przeprowadzono dla wydruków z proszku AL160, które spiekane w dotychczasowych warunkach uzyskiwały najniższą gęstość. Stosowano następujące parametry druku: poziom nasycenia spoiwem – 80%, prędkość przesuwu rolki obrotowej – 10 mm/s, grubość warstwy – 150  $\mu\text{m}$ . Próbki spiekano w wysokiej próżni na poziomie  $10^{-6}$  mbar. Wyniki porównano z próbkami spiekanymi w średniej próżni ( $2 \times 10^{-3}$  mbar).

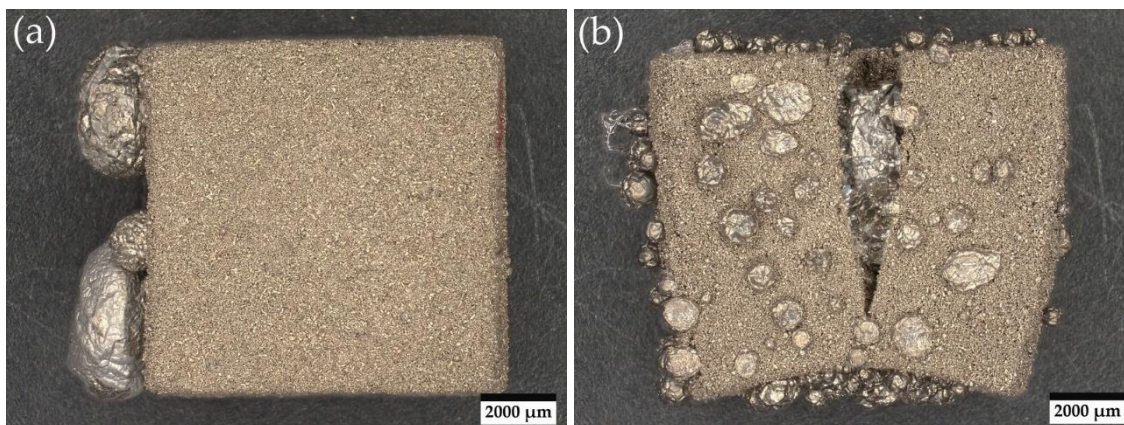
#### 7.3.1. Obserwacje mikroskopowe

Na Rysunku 65 przedstawiono zestawienie zdjęć próbek wydrukowanych z proszku AL160 i spieczonych według następującego profilu temperaturowego: nagrzewanie do temperatury  $300^{\circ}\text{C}$ , następnie do  $450^{\circ}\text{C}$  oraz  $620^{\circ}\text{C}$ , każdorazowo z szybkością  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , i wytrzymywanie w danych temperaturach przez 1 godzinę. Próbka zaprezentowana na Rysunku 65a została poddana spiekaniu w średniej próżni ( $2 \times 10^{-3}$  mbar), natomiast próbka na rysunku 65b w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar). Próbki po spiekaniu w wysokiej próżni charakteryzowała jaśniejsza barwa. Jednakże zaobserwowano również wydzielenia powierzchniowe w postaci serii drobnych oraz większych sfer. Podczas spiekania w wysokiej próżni prawdopodobnie nastąpiło przenikanie na powierzchnię tworzącej się fazy ciekłej.



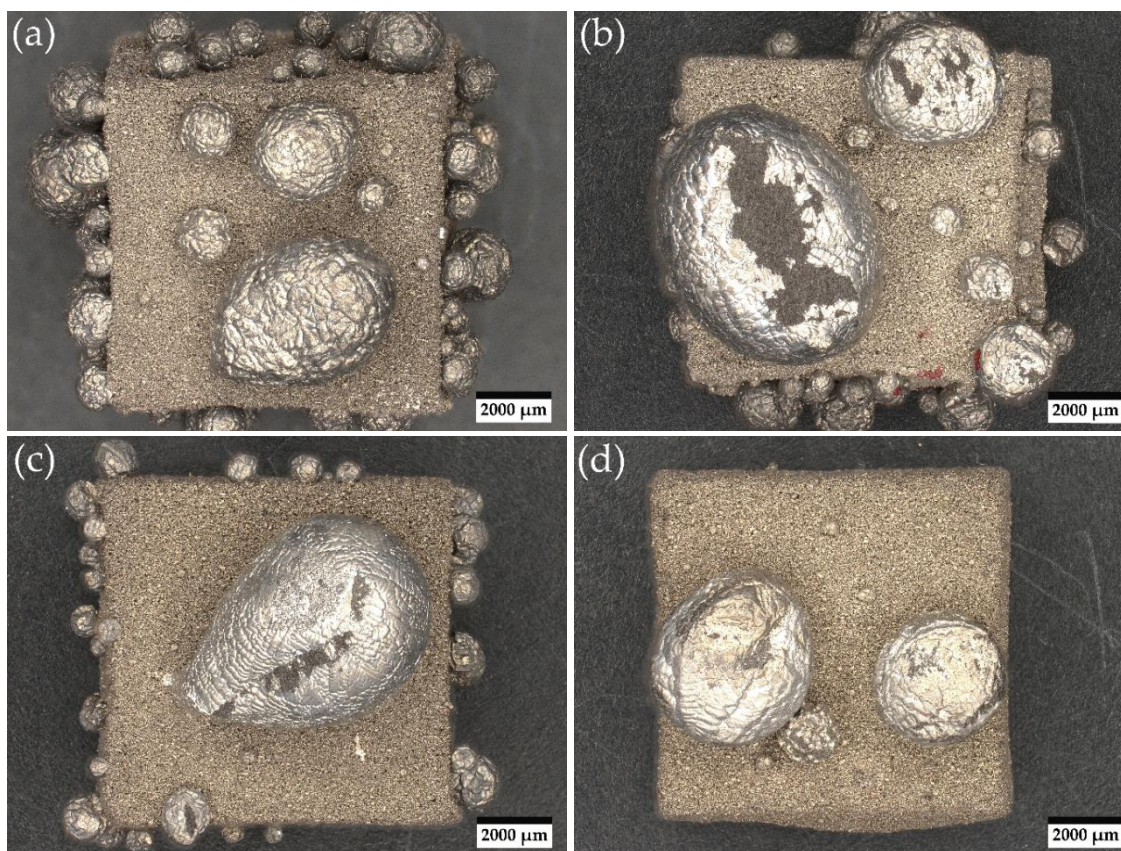
**Rysunek 65.** Wpływ (a) średniej ( $2 \times 10^{-3}$  mbar) oraz (b) wysokiej ( $10^{-6}$  mbar) próżni na geometrię spiekanych części z proszku bazowego AL160. Profil temperaturowy spiekania zaprezentowano na Rysunku 13

Na Rysunku 66 przedstawiono zestawienie zdjęć próbek spiekanych w wysokiej próżni stosując szybkość nagrzewania wynoszącą  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  lub  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Można zaobserwować, że próbka spiekana w szybkością nagrzewania wynoszącą  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  pomimo powstałych wydzieleń nie zmieniła swojej geometrii. Zastosowanie szybkości nagrzewania wynoszącej  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  spowodowało powstanie nie tylko licznych wydzieleń na jej powierzchni, ale również znaczne pęknięcie wzdłuż środkowej części spieku.



**Rysunek 66.** Widok części wydrukowanych z proszku AL160 i spieczonych zgodnie z profilem temperaturowym zaprezentowanym na Rysunku 13 z szybkością nagrzewania wynoszącą: (a)  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , oraz (b)  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

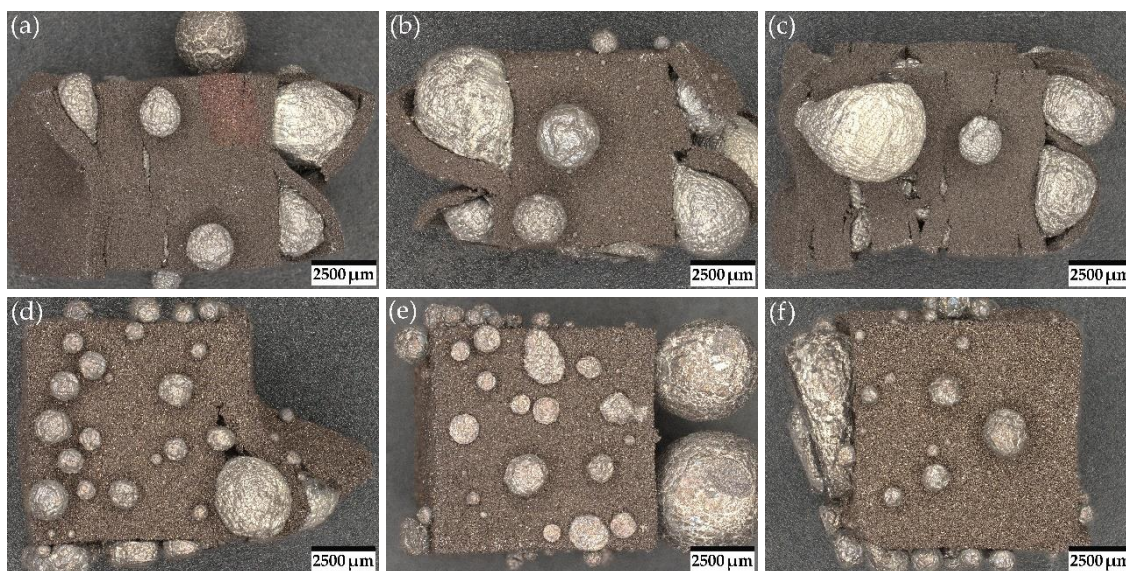
Na Rysunku 67 zaprezentowano wpływ temperatury izotermicznego spiekania wynoszącej odpowiednio  $560^{\circ}\text{C}$ ,  $580^{\circ}\text{C}$ ,  $600^{\circ}\text{C}$  lub  $620^{\circ}\text{C}$  na jakość uzyskanych spieków. Szybkość nagrzewania każdorazowo wynosiła  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , stosowano również wysoką próżnię. Zaobserwowano, że w niższej temperaturze spiekania na powierzchni próbek powstawało więcej drobnych wydzieli o kulistym kształcie. Wraz z wzrostem temperatury izotermicznego spiekania obserwowano tendencję do tworzenia się na powierzchni próbek wydzieli o większej objętości.



**Rysunek 67.** Widok próbek wydrukowanych z proszku AL160 i spiekanych w temperaturze wynoszącej: (a)  $560^{\circ}\text{C}$ , (b)  $580^{\circ}\text{C}$ , (c)  $600^{\circ}\text{C}$ , oraz (d)  $620^{\circ}\text{C}$ . Profil temperaturowy spiekania zaprezentowano na Rysunku 13

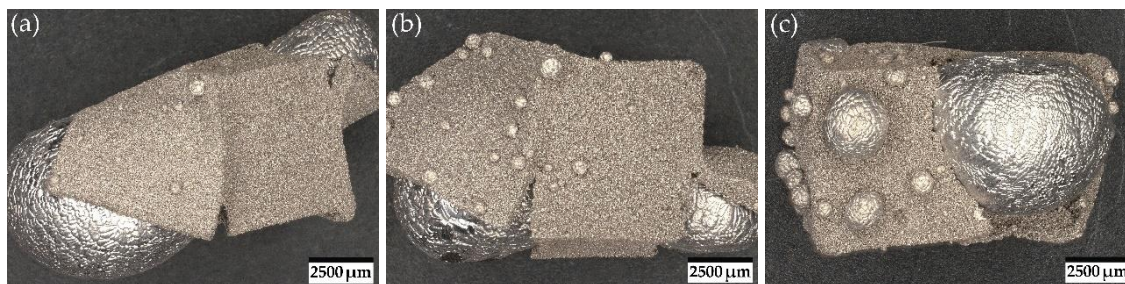


Na Rysunku 68 przedstawiono fotografie próbek wydrukowanych z proszków aluminiowych o różnym rozkładzie wielkości cząstek (Tabela 26) i następnie spieczonych w wysokiej próżni. Próbki nagrzewano do temperatury 300°C, następnie do 450°C oraz izotermicznie spiekano w 580°C. Próbki wytrzymały w danych temperaturach każdorazowo przez 1 godzinę. Zaobserwowano, że spiekane próbki wykonane z drobnych proszków charakteryzowały się większym skurczem niż części drukowane z proszków gruboziarnistych, zaś powstałe pęcherze miały większą objętość. Kształt tych próbek uległ także znacznej deformacji. Co więcej, oprócz wydzieleni powierzchniowych widoczne były również wydzielenia międzywarstwowe oraz pęknięcia pomiędzy warstwami drukowania. Zaś dla części wykonanych z proszków gruboziarnistych zaobserwowano więcej drobnych pęcherzy występujących powierzchniowo. Wydzielenia w postaci pęcherzy mogą powstawać, gdy podczas spiekania stopiona faza zwiększa swoją objętość ponad możliwość utrzymania jej za pomocą ciśnienia kapilarnego w tworzących się sztykach. W efekcie nadmiar fazy ciekłej wydobywany jest na powierzchnię zewnętrzną spieku [247].



**Rysunek 68.** Zdjęcia mikroskopowe próbek wydrukowanych z mieszanek proszku: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (d) 70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (e) AL160:ALC100 oraz (f) AL160; gdzie warianty mieszanek (b) – (e) utworzono w stosunku masowym 73:27, a następnie spiekanych w wysokiej próżni w temperaturze 580°C

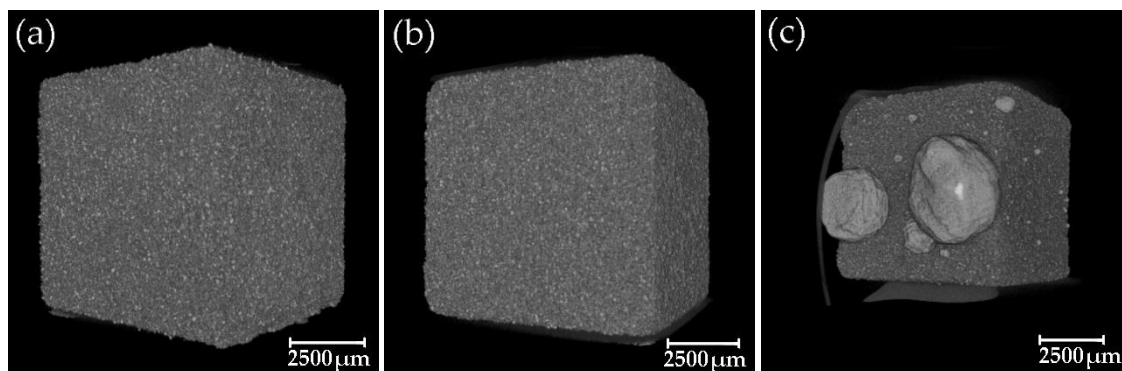
Drugą serię próbek przedstawioną na Rysunku 69 wstępnie wygrzewano w atmosferze powietrza w piecu w temperaturze 450°C przez 1 godzinę, a następnie spiekano w wysokiej próżni zgodnie z powyżej przedstawionym profilem temperaturowym. Próbki porównano z przykładami (d) - (f) zaprezentowanymi na Rysunku 68, które charakteryzowały się trwałością kształtu. Zaobserwowano, że części po zastosowaniu dodatkowego etapu, jakim jest proces wygrzewania, charakteryzowały się znacznie mniejszą stabilnością szkieletu niż w przypadku próbek spiekanych bez wygrzewania w temperaturze 450°C. Zasadniczo próbki uprzednio wygrzane były jaśniejszej barwy i posiadały wydzielenia fazy ciekłej w postaci większych pęcherzy.



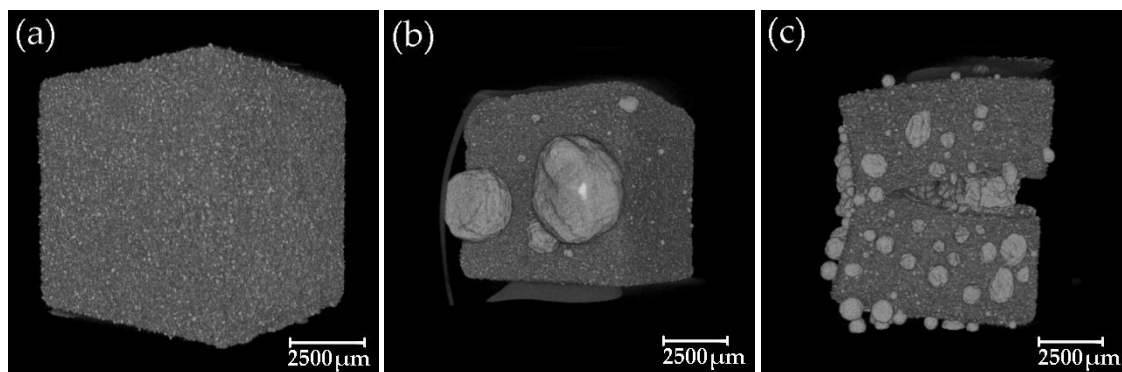
**Rysunek 69.** Zdjęcia mikroskopowe wydruków mieszanek proszku aluminium utworzonych w stosunku masowym 73:27 gdzie: (a) 70  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ , (b) AL160:ALC100, oraz (c) AL160 wygrzewanych w powietrzu w temperaturze 450°C, a następnie spiekanych w wysokiej próżni w temperaturze 580°C

### 7.3.2. Rentgenowska mikrotomografia komputerowa

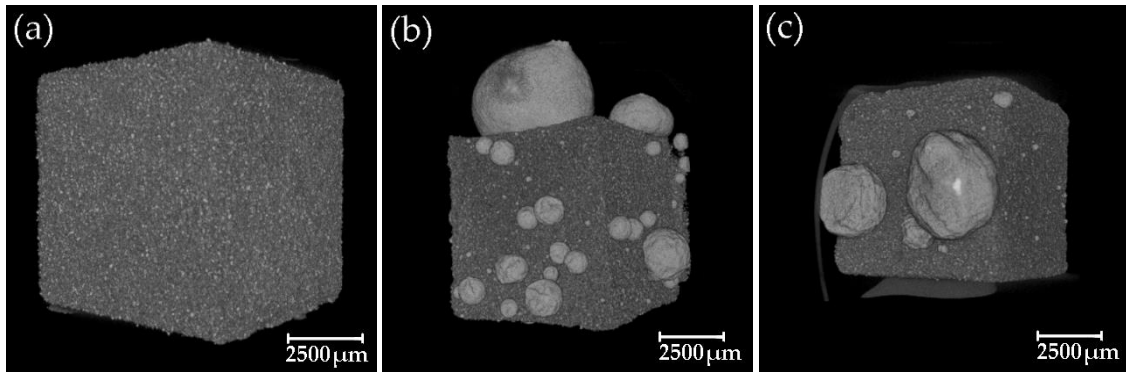
Trójwymiarowe wizualizacje wybranych do analizy tomograficznej próbek z proszku AL160 przedstawiono na Rysunkach 70, 71 i 72. W porównaniu do próbki drukowanej (Rysunki 70a, 71a i 72a) proces spiekania w średniej próżni nie spowodował powstawania wydzielań na powierzchni ani jej deformacji (Rysunek 70b). Natomiast zastosowanie wysokiej próżni skutkowało powstawaniem wydzielań na powierzchni próbki, których kształt zbliżony był do sferycznego (Rysunek 70c).



**Rysunek 70.** Trójwymiarowe wizualizacje: (a) próbki po procesie drukowania, oraz próbek spiekanych w temperaturze 620°C przy szybkości nagrzewania 1°C/min w próżni: (b) średniej ( $2 \times 10^{-3}$  mbar), oraz (c) wysokiej ( $10^{-6}$  mbar)



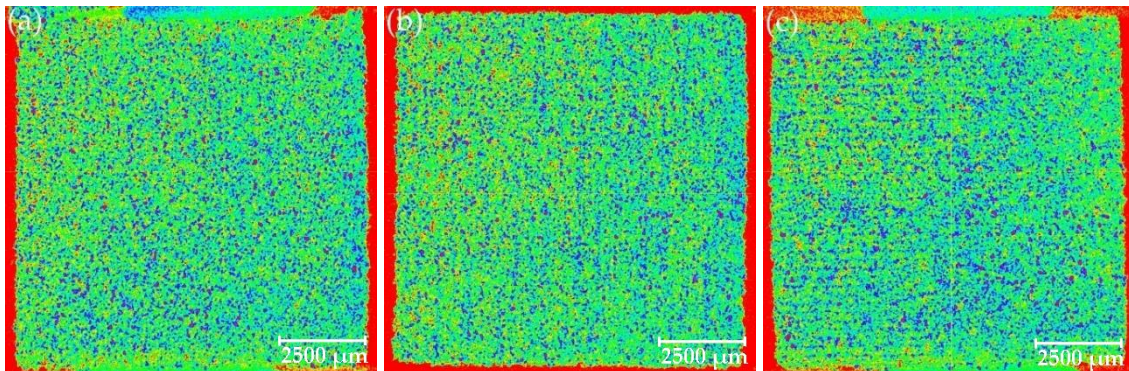
**Rysunek 71.** Trójwymiarowe wizualizacje: (a) próbki po procesie drukowania, oraz próbek spiekanych w wysokiej próżni przy szybkości nagrzewania: (b) 1°C/min, (c) 10°C/min



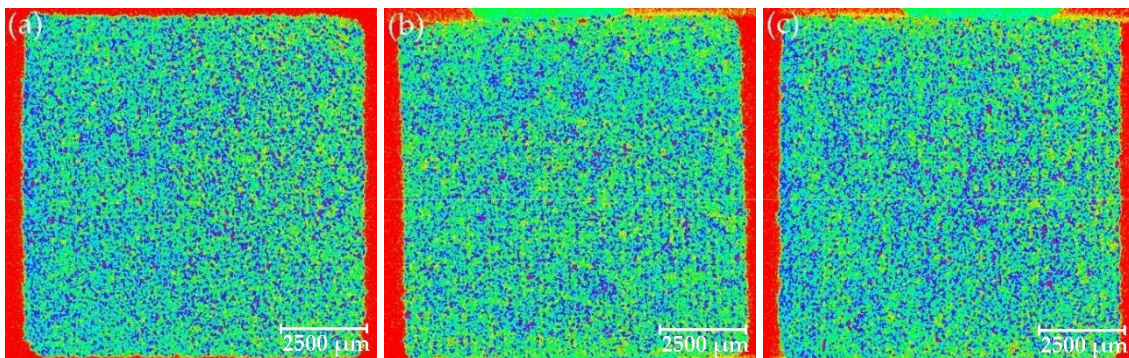
**Rysunek 72.** Trójwymiarowe wizualizacje: (a) próbki po procesie drukowania, oraz próbek spiekanych w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar), przy szybkości nagrzewania  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , w temperaturze: (b)  $580^{\circ}\text{C}$ , oraz (c)  $620^{\circ}\text{C}$

W związku z porowatością próbek charakteryzującą się obecnością bardzo małych porów oraz ze względu na rozdzielczość pomiaru tomograficznego wynoszącą  $10\ \mu\text{m}$  niemożliwe okazało się wyznaczenie procentowych udziałów porowatości poszczególnych części przy zastosowaniu tej metody. Dokonano jednak separacji wydzieleni oraz nieciągłości jakie powstały w materiale podczas procesu spiekania w wysokiej próżni.

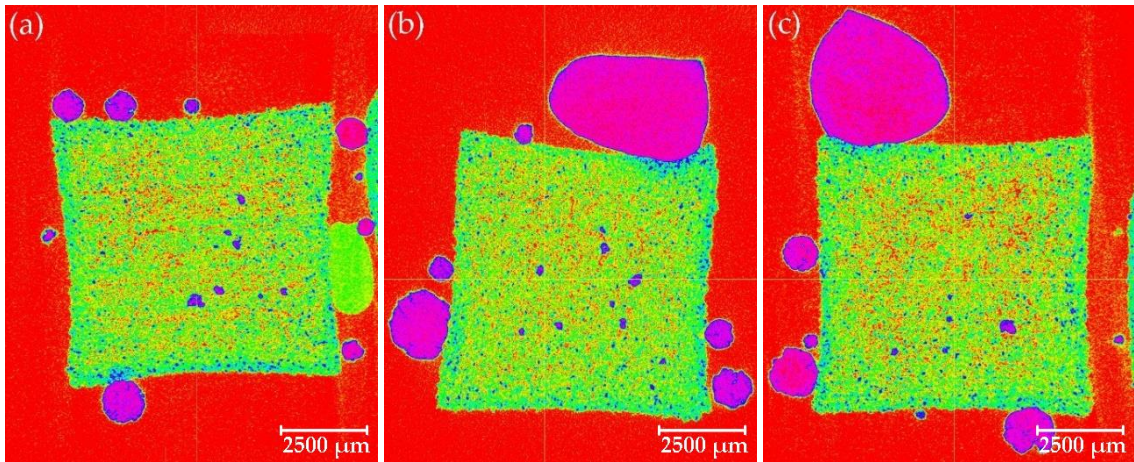
Przekroje próbek w płaszczyznach XY, YZ i XZ obrazujące rozkład wydzieleni i nieciągłości w objętości próbki przedstawiono na Rysunkach 73-77.



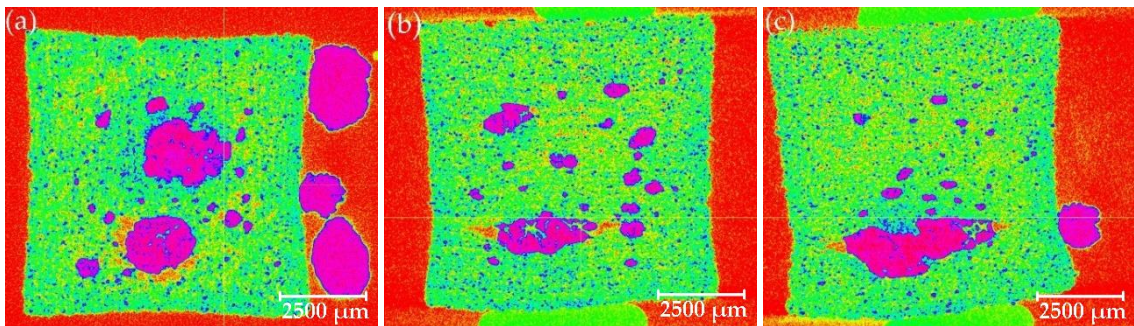
**Rysunek 73.** Przekroje próbki wydrukowanej w technologii Binder Jetting przed procesem spiekania, wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ



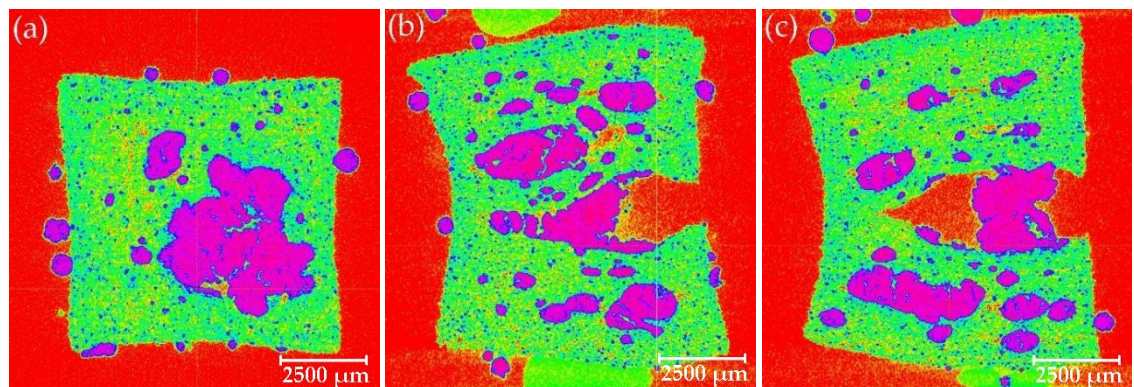
**Rysunek 74.** Przekroje próbki spiekanej w średniej próżni ( $2 \times 10^{-3}$  mbar), w temperaturze  $620^{\circ}\text{C}$  przy szybkości nagrzewania  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ



**Rysunek 75.** Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar), w temperaturze  $580^{\circ}\text{C}$  przy szybkości nagrzewania  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ



**Rysunek 76.** Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar), w temperaturze  $620^{\circ}\text{C}$  przy szybkości nagrzewania  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ



**Rysunek 77.** Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar), w temperaturze  $620^{\circ}\text{C}$  przy szybkości nagrzewania  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ

Zastosowanie średniej próżni ( $2 \times 10^{-3}$  mbar) podczas spiekania (Rysunek 74) przyczyniło się do zagęszczenia wydrukowanego materiału (Rysunek 73). Proces ten nie powodował powstania widocznych defektów na powierzchni próbek. Zastosowanie wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar) skutkowało powstaniem w strukturach międzywarstwowych wydzielen w postaci nadtopionego materiału (Rysunki 75-77). Dla temperatury spiekania wynoszącej  $580^{\circ}\text{C}$  obserwowano powstanie niewielkiej ilości wydzielen wewnątrz materiału oraz na jego powierzchni (Rysunek 75). Podniesienie temperatury izotermicznego spiekania do  $620^{\circ}\text{C}$  (przy utrzymaniu prędkości nagrzewania wynoszącej  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) skutkowało powstaniem wydzielen pomiędzy warstwami

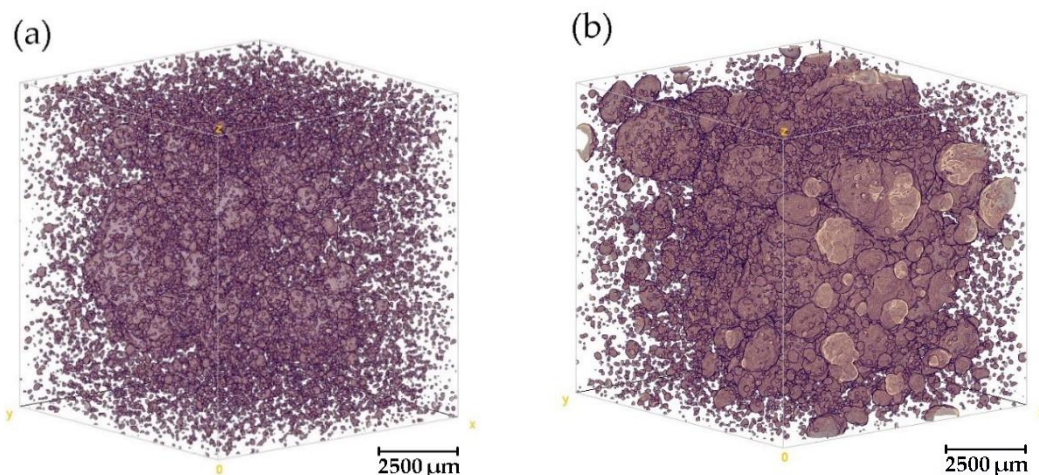
drukowanego materiału (Rysunek 76). W wyższej temperaturze zwiększyły one swoją objętość przyczyniając się do powstania pustych przestrzeni w osnowie materiału. Natomiast wzrost szybkości nagrzewania z 1°C/min do 10°C/min poprzez szybsze wytworzenie ciekłej fazy wewnątrz materiału oraz powstanie pęknięć na łączeniu warstw spowodował znaczną deformację kształtu spieku (Rysunek 77).

Zestawienie wartości charakteryzujących udział wydzieleń i nieciągłości w próbkach spiekanych przy różnych prędkościach nagrzewania przedstawiono w Tabeli 34. Trójwymiarowe wizualizacje wydzieleń dla części, które spiekane były przy szybkości nagrzewania wynoszącej 1°C/min oraz 10°C/min przedstawiono na Rysunkach 78 i 79. Wizualizacje 3D nieciągłości powstałych w objętości próbek spiekanych przy różnych szybkościach nagrzewania przedstawiono na Rysunku 80.

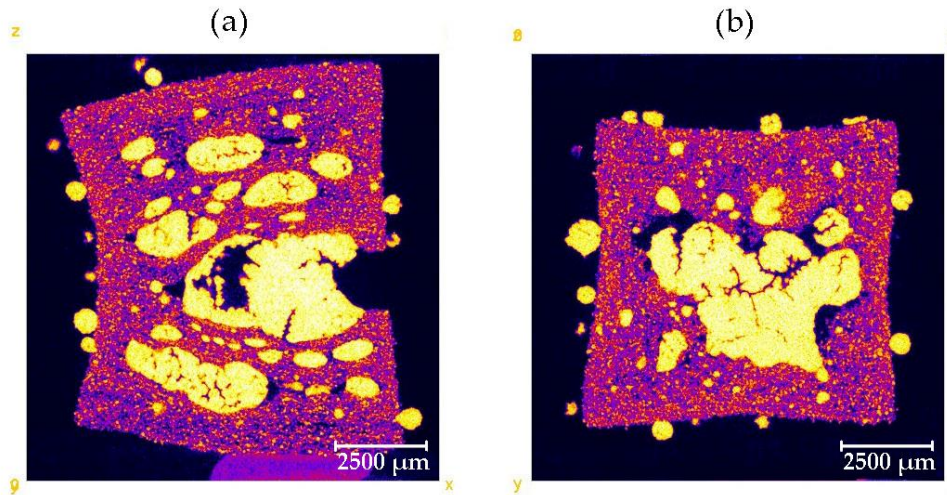
**Tabela 34.** Udział objętościowy wydzieleń i nieciągłości obecnych w próbkach nagrzewanych z różną szybkością do temperatury izotermicznego spiekania 620°C i przy zastosowaniu wysokiej próżni

Próbka	Wymiary			Obj. ROI	Wydzielena		Nieciągłości	
	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)	Objętość (mm <sup>3</sup> )	Objętość (mm <sup>3</sup> )	Udział (%)	Objętość (mm <sup>3</sup> )	Udział (%)
<b>1°C/min</b>	8,01	8,14	8,54	556,82	43,92	7,89	4,16	0,75
<b>10°C/min</b>	7,39	7,41	7,74	423,84	108,10	25,50	18,92	4,46

Dla próbki spiekanej przy szybkości nagrzewania wynoszącej 1°C/min udział objętościowy wydzieleń wynosił 7,89%. Natomiast zwiększenie szybkości nagrzewania do 10°C/min skutkowało większą ilością wydzieleń, stanowiącą aż 25,50% objętości całej próbki. Co więcej, wydzielena obecne w próbce nagrzewanej przy mniejszej prędkości były mniejsze w porównaniu z wydzieleniami powstałymi w wyniku zastosowania szybkości nagrzewania wynoszącej 10°C/min (Rysunek 78).



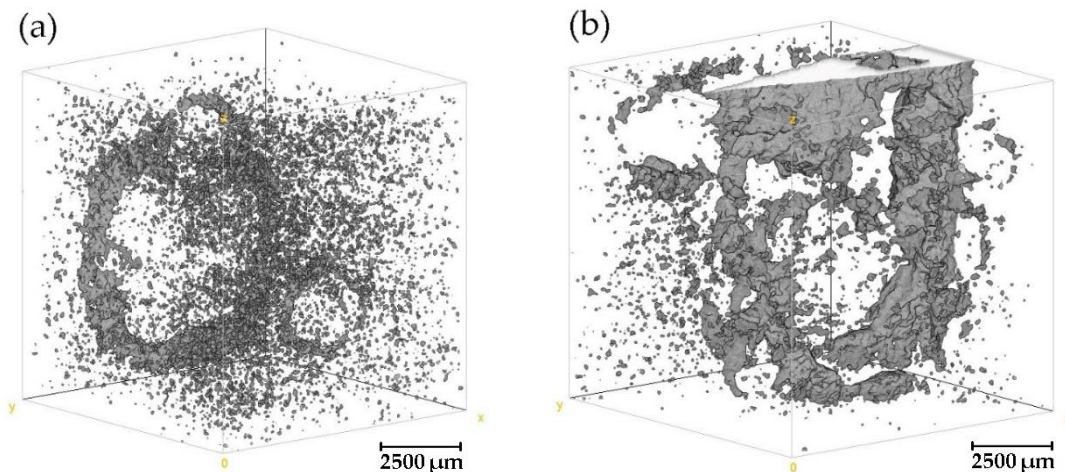
**Rysunek 78.** Trójwymiarowe wizualizacje rozkładu wydzieleń w objętości próbek poddanych spiekaniu w temperaturze 620°C w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar) przy zastosowaniu szybkości nagrzewania: (a) 1°C/min, oraz (b) 10°C/min



**Rysunek 79.** Reprezentatywne przekroje próbki spiekanej przy szybkości nagrzewania  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  obrazujące wydzielenia powstałe: (a) pomiędzy warstwami, (b) w centralnej części próbki

Rozkład wydzielen w objętości próbek nie był równomierny. Inkluzje powstawały pomiędzy warstwami (Rysunek 79a) i kumulowały się głównie w centralnej części próbki (Rysunek 79b). Pewna ilość wydzielen obecna była również na powierzchniach spiekanych części. Wokół powstałych podczas procesu spiekania inkluzji pojawiły się puste przestrzenie, które zinterpretowano jako nieciągłości częściowo oddzielające osnowę od wydzielenia.

Trójwymiarowe wizualizacje nieciągłości powstałych w objętości próbki przedstawiono na Rysunku 80. Udział pustych przestrzeni dla próbki spiekanej z prędkością nagrzewania  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  wyniósł 0,75%. Zwiększenie szybkości nagrzewania do  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  spowodowało szybsze tworzenie się wydzielen, co skutkowało propagacją pęknięć w materiale. W efekcie udział pustych przestrzeni w próbce spiekanej z szybkością nagrzewania  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  wyniósł 4,46%.



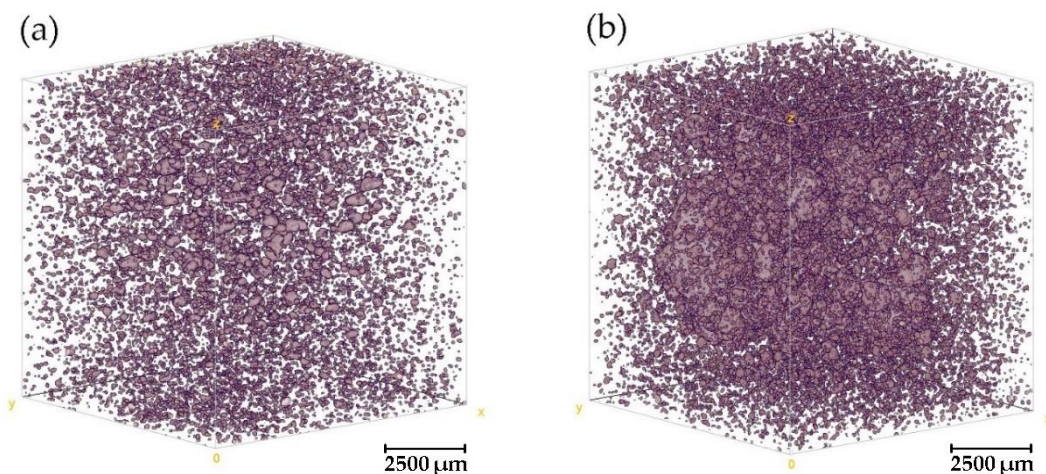
**Rysunek 80.** Trójwymiarowe wizualizacje rozkładu nieciągłości powstałych w objętości próbek spiekanych w temperaturze  $620^{\circ}\text{C}$  w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar) przy szybkości nagrzewania: (a)  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  oraz (b)  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

Zestawienie wartości charakteryzujących udział wydzielen i nieciągłości w próbkach dla różnych temperatur spiekania przedstawiono w Tabeli 35. Trójwymiarowe wizualizacje inkluzji dla próbek, które spiekane były w temperaturze  $580^{\circ}\text{C}$  i  $620^{\circ}\text{C}$  przedstawiono na Rysunku 81.

**Tabela 35.** Udział objętościowy wydzielań i nieciągłości obecnych w próbkach spiekanych w wysokiej próżni w różnych temperaturach, nagrzewanych z szybkością 1°C/min

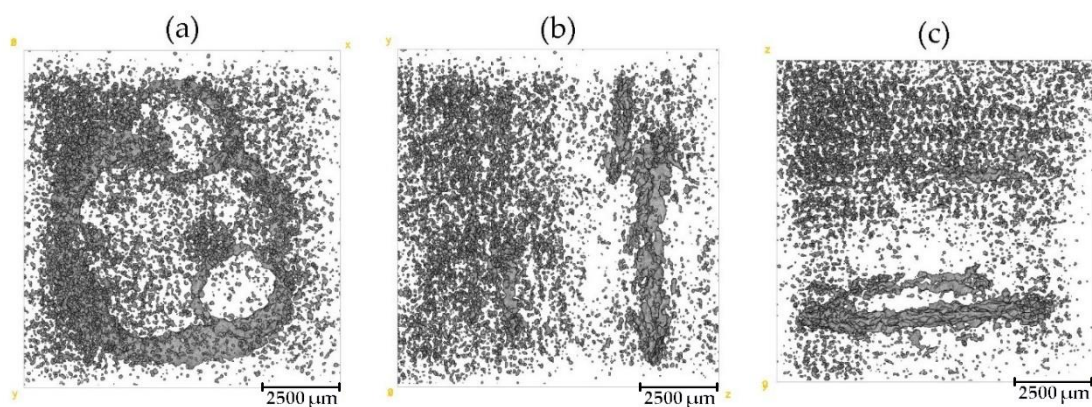
Próbka	Wymiary			Obj. ROI	Wydzielenia		Nieciągłości	
	X (mm)	Y (mm)	Z (mm)	Objętość (mm <sup>3</sup> )	Objętość (mm <sup>3</sup> )	Udział (%)	Objętość (mm <sup>3</sup> )	Udział (%)
580°C	7,64	7,23	7,68	424,22	5,03	1,19	–	–
620°C	8,01	8,14	8,54	556,82	43,92	7,89	4,16	0,75

Podczas spiekania w temperaturze 580°C nie wykryto nieciągłości w objętości próbki. Zastosowanie temperatury spiekania 620°C spowodowało powstanie nieciągłości obecnych w pobliżu wydzielań. Po podniesieniu temperatury spiekania z 580°C na 620°C nastąpił wzrost udziału inkluzji z 1,19% do 7,89%. Materiał w postaci wydzielań gromadzący się wewnątrz drukowanej próbki stopniowo intensyfikował tworząc puste przestrzenie na granicach warstw.



**Rysunek 81.** Trójwymiarowe wizualizacje rozkładu wydzielań dla próbek spiekanych w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar) przy szybkości nagrzewania 1°C/min, w temperaturze: (a) 580°C i (b) 620°C.

Przekroje obrazujące rozkład nieciągłości występujących w udziale zaledwie 0,75% objętości próbki spiekanej w temperaturze 620°C przedstawiono na Rysunku 82.



**Rysunek 82.** Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$  mbar) w temperaturze 620°C dla płaszczyzn: (a) XY, (b) YZ, oraz (c) XZ przedstawiające rozkład nieciągłości obecnych w materiale



### 7.3.3. Skład chemiczny wydzielení

Skład chemiczny osnowy oraz wydzielení powstałych na powierzchni próbek zaprezentowano w Tabeli 36. Skład chemiczny obydwu badanych obszarów był podobny. Analizowane rejony składały się przede wszystkim z aluminium w udziale około 99,7%. Osnowa zawierała nieznacznie (o 0,09%) większą ilość żelaza niż wydzielenia. W osnowie występował także iryd w udziale zaledwie 0,05%. W wydzieleniach zaś odnotowano tantal obecny w ilości 0,16%. Zarówno osnowa, jak i wydzielenia zawierały śladowe ilości niklu (0,01-0,02%).

**Tabela 36.** Skład chemiczny osnowy i wydzielení powstałych na powierzchni spiekanych części, zaprezentowanych w podrozdziale 7.3.1.

Obszar	Zawartość [%]				
	Al	Ta	Fe	Ir	Ni
Osnowa	99,73	–	0,20	0,05	0,02
Wydzielenie	99,72	0,16	0,11	–	0,01

### 7.3.4. Podsumowanie

Celem badań opisanych w niniejszym podrozdziale pracy była ocena wpływu parametrów procesu spiekania na właściwości elementów wytwarzanych w technologii Binder Jetting. Badanie wpływu poziomu stosowanej próżni, szybkości nagrzewania oraz temperatury izotermicznego spiekania przeprowadzono dla próbek wykonanych z proszku gruboziarnistego (AL160). Porównano próbki spiekane zarówno w wysokiej ( $10^{-6}$  mbar) jak i średniej próżni ( $2 \times 10^{-3}$  mbar). Oceniono także wpływ wstępnego etapu wygrzewania części w atmosferze powietrza w temperaturze 450°C na proces spiekania.

Na podstawie uzyskanych wyników stwierdzono, że zastosowanie wysokiej próżni prowadzi do powstania wydzielení w postaci nadtopionego materiału, które występują zarówno w objętości próbki w obszarze granic warstw, jak i na powierzchniach badanych części. Wyższa temperatura spiekania potęguje ten efekt, prowadząc do rozwarstwienia detalu, co obserwowane jest w postaci pustych przestrzeni obecnych w objętości materiału. Podniesienie szybkości nagrzewania z 1°C/min do 10°C/min intensyfikuje propagację pęknięć wzdłuż warstw, co skutkuje deformacją kształtu próbek. Wyłącznie podczas spiekania w średniej próżni uzyskano części bez wad i deformacji.





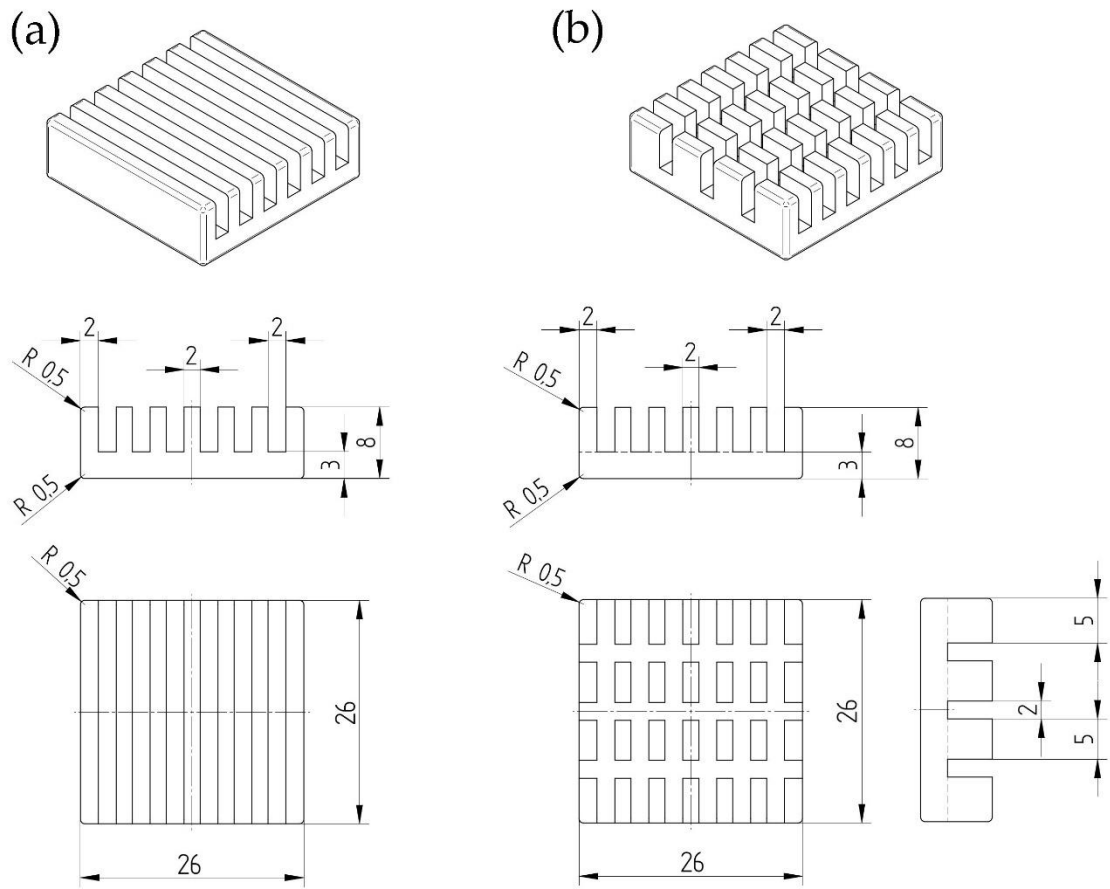
## 8. WSTĘPNE BADANIA NAD ZASTOSOWANIEM

Nowatorskie technologie wytwarzania w ostatnich latach zyskały spore zainteresowanie konsumentów wielu branż. Nieuchronnie wiąże się to z nieprzerwaną koniecznością dynamizacji poszczególnych gałęzi przemysłu. Wyjątkowo intensywny rozwój obserwowany jest w sektorach związanych z nowoczesnymi systemami, np. elektronicznymi. Konwencjonalne procesy produkcji komponentów, ze względu na konieczność wytwarzania etapowego oraz nierzadko stosowania obróbki wykańczającej, są zarówno czasochłonne jak i kosztowne. Naprzeciw tym kwestiom wychodzi produkcja oparta na wytwarzaniu przyrostowym. Technologie addytywne, w porównaniu z tradycyjnymi procesami produkcyjnymi, pozwalają na wytworzenie w jednym etapie docelowego komponentu o złożonym kształcie i wysokiej dokładności, jednocześnie poprawiając ogólną ergonomię. Wytwarzanie w technologii addytywnej wiąże się ze stosunkowo niskimi kosztami produkcji. Wynika to z możliwości ponownego zastosowania niezadrukowanego proszku do wykonania kolejnych wydruków. Chociaż z reguły w produkcji przyrostowej sugeruje się drukowanie z proszków o kształcie sferoidalnym, to w przypadku metody Binder Jetting nie istnieją ograniczenia dotyczące konieczności stosowania określonej morfologii cząstek. Zastąpienie proszków sferoidalnych proszkami o kształcie nieregularnym sprzyja obniżeniu kosztu samego materiału. Technologia Binder Jetting umożliwia wytwarzanie elementów o złożonej geometrii, co oznacza, że może doskonale sprawdzić się do produkcji niezwykle precyzyjnych komponentów do zastosowań w elektronice. Ponadto aluminium, to doskonały przewodnik, który stwarza potencjał do wytwarzania elementów służących do rozpraszania lub odprowadzania ciepła generowanego przez obwody elektroniczne. Przykładem elementów, które doskonale spełniają taką funkcję są radiatory. Zasadniczo radiatory należą do jednych z głównych elementów chłodzenia. Na ich wydajność wpływa nie tylko rodzaj materiału, ale również konstrukcja detalu, która obejmuje liczbę, układ i grubość żeberek. Żeberka stosuje się w celu zwiększenia powierzchni radiatora oraz jego zdolności do rozpraszania ciepła. Technologia Binder Jetting zapewnia możliwość wydruku złożonych części w krótkim czasie oraz z bardzo dobrym odwzorowaniem kształtu. Potencjalnym ograniczeniem dla zastosowań elementów wytwarzanych metodą Binder Jetting może być ich porowatość. Z tego względu części produkowane tą techniką nie powinny pracować w środowisku, które obciążałoby je do przenoszenia dużych obciążeń mechanicznych.

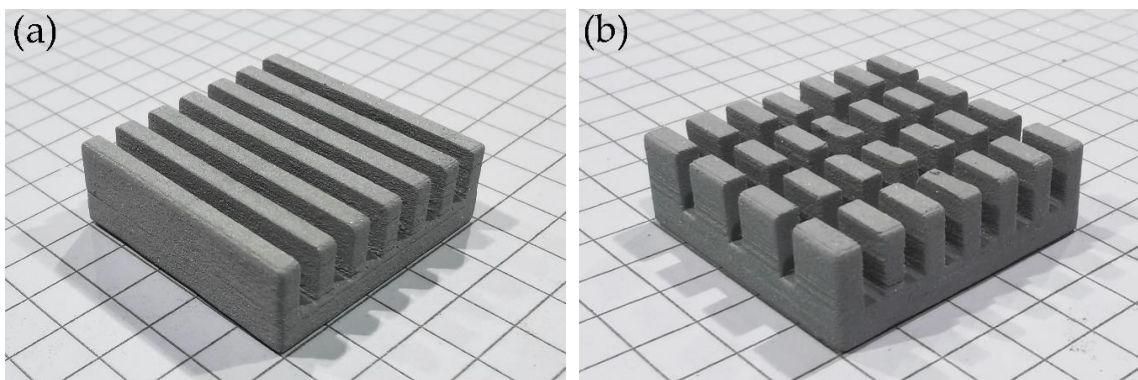
W celu wskazania możliwości zastosowania technologii Binder Jetting do produkcji precyzyjnych części do zastosowań w elektronice zaprojektowano i wydrukowano radiatory z proszku aluminium, który na podstawie przeprowadzonych w ramach pracy badań pozwolił na wytworzenie części charakteryzujących się najniższą chropowatością powierzchni, przy stosunkowo dobrym poziomie zagęszczenia. Zastosowano mieszanek proszku 50  $\mu\text{m}$ :20  $\mu\text{m}$ . Radiatory wydrukowano przy nasyceniu spoiwem równym 80%, prędkości przesuwu rolki obrotowej wynoszącej 10 mm/s i grubości warstwy 120  $\mu\text{m}$ .

Na Rysunku 83 przedstawiono rysunek techniczny dwóch typów radiatorów, które zaprojektowano do druku w technologii Binder Jetting. Radiatory zróżnicowano pod względem kształtu oraz ilość żeberek. Pierwszy model posiadał 7 żeberek o wymiarach 26 mm  $\times$  5 mm  $\times$  2 mm (Rysunek 83a). Drugi zaś złożony był z 28 żeberek o wymiarach 5 mm  $\times$  5 mm  $\times$  2 mm (Rysunek 83b). Obydwa elementy posiadały taką samą powierzchnię czynną, poprzez którą mogą

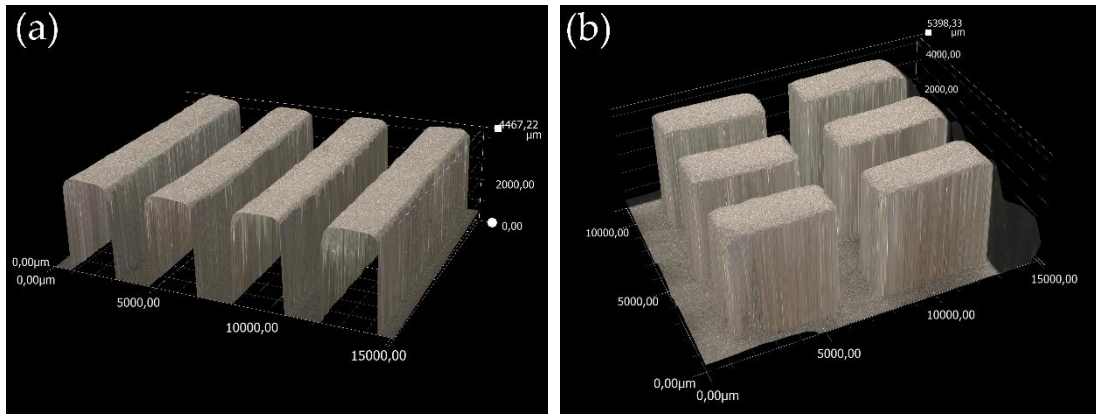
oddawać ciepło do otoczenia. Zdjęcia wydruków zaprezentowano na Rysunku 84. Natomiast mikroskopowe obserwacje detali wydrukowanych radiatorów przedstawiono na Rysunku 85.



**Rysunek 83.** Rysunek techniczny radiatorów o żeberkach w ilości: (a) 7, oraz (b) 28 sztuk

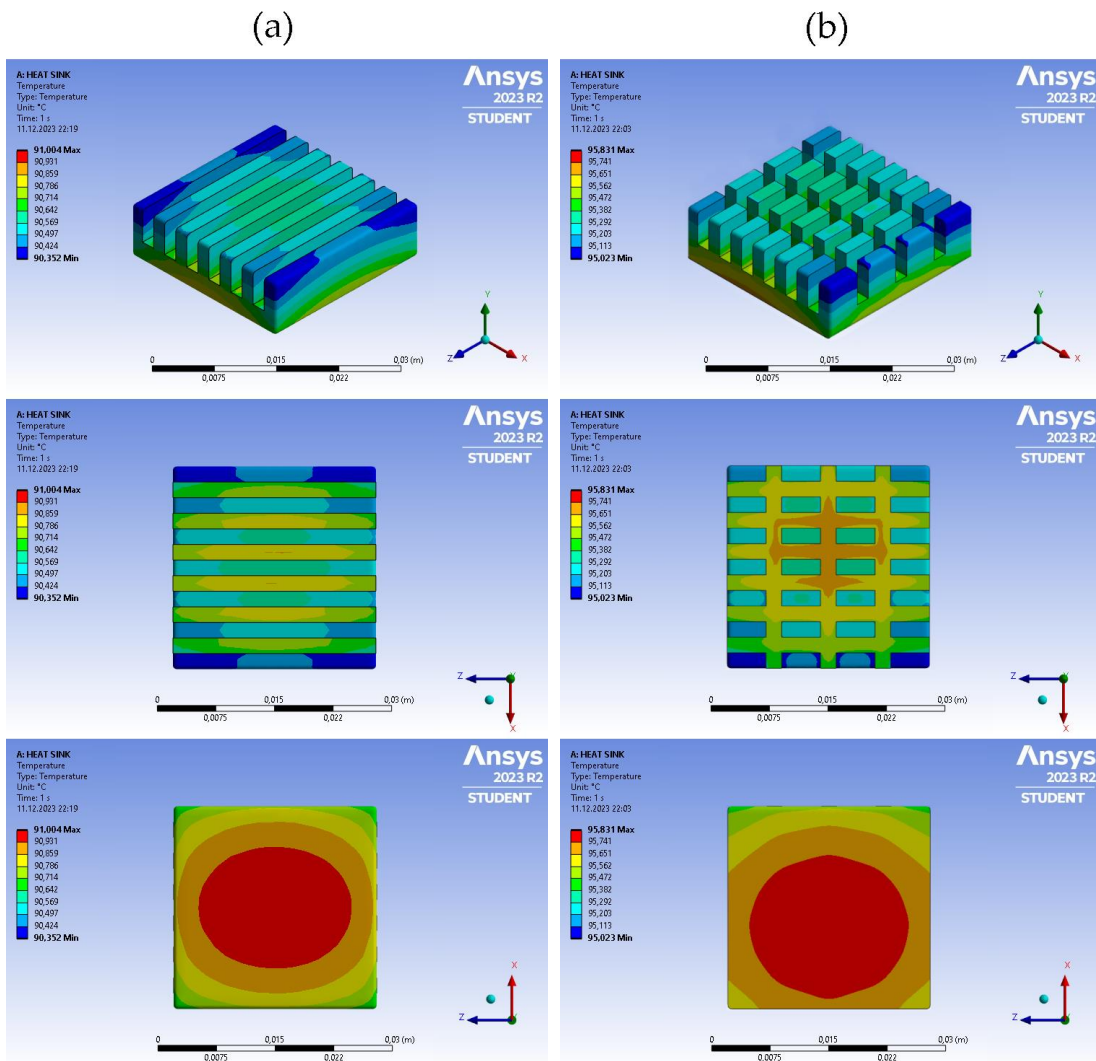


**Rysunek 84.** Zdjęcia drukowanych z nieregularnego proszku aluminium radiatorów o żeberkach w ilości: (a) 7 i (b) 28 sztuk



**Rysunek 85.** Zobrazowane za pomocą mikroskopu optycznego fragmenty radiatorów o zróżnicowanym kształcie i wymiarach żeberk wynoszących: (a)  $26\text{ mm} \times 5\text{ mm} \times 2\text{ mm}$  oraz (b)  $5\text{ mm} \times 5\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ , wydrukowanych z nieregularnego proszku aluminium

Za pomocą oprogramowania Ansys Workbench 2023 przeprowadzono symulację przepływu ciepła dla zaprojektowanych aluminiowych konstrukcji radiatorów. Za warunek brzegowy przyjęto strumień ciepła o wartości  $10000\text{ W/m}^2$ . Na Rysunku 86 przedstawiono wyniki symulacji rozkładu temperatury w zamodelowanych elementach.



**Rysunek 86.** Rozkład temperatury w radiatorze o żeberkach w ilości: (a) 7 i (b) 28 sztuk



Analiza porównawcza wykazała, że najwyższa temperatura występowała w centralnej części podstawy radiatora, przy czym dla elementu złożonego z 7 żeberek (Rysunek 86a) rozkład ten był równomierny w przeciwieństwie do radiatora z 28 sztukami żeberek (Rysunek 86b). Powierzchnia styku dna żeberek z podłożem była większa dla elementu z mniejszą ilością ścianek. Maksymalna i minimalna temperatura odczytana dla radiatora 7-żeberkowego wynosiła odpowiednio  $91,004^{\circ}\text{C}$  oraz  $90,352^{\circ}\text{C}$ , zaś dla 28-żeberkowego  $95,831^{\circ}\text{C}$  i  $95,023^{\circ}\text{C}$ . Radiator z 7 żeberkami lepiej sprawdzi się pod względem zdolności do rozpraszania ciepła, ponieważ posiadał temperaturę o około 5% niższą niż druga wersja radiatora. Ponadto radiator wyposażony w 28 żeberek charakteryzował wyższy spadek temperatury ( $0,81^{\circ}\text{C}$ ) niż drugi wariant ( $0,65^{\circ}\text{C}$ ). Większy gradient temperatury wynika ze zmniejszenia wydajności chłodzenia. Przyczynia się to do nierównomiernego efektu chłodzenia nagrzanej powierzchni i wprowadzenia dodatkowego naprężenia termicznego w urządzeniach elektronicznych [248]. Zatem w analizowanym przypadku wydajność cieplna radiatora o mniejszej liczbie żeberek będzie wyższa.



## 9. ANALIZA KOSZTÓW WYTWARZANIA

W obszarze zrównoważonego rozwoju istotną kwestię odgrywa ocena cyklu życia (LCA, ang. *Life-Cycle Assessment*) produktu. Zgodnie z normą ISO 14040 [249] jako fazę procesu LCA, która kompiluje i kwantyfikuje wejścia i wyjścia danego systemu produktu w całym jego cyklu życia jest model LCI (inwentaryzacja cyklu życia, ang. *Life-Cycle Inventory*). Dane LCI są zestawieniem zawierającym informacje o ilości zużytej energii i materiałów. Analiza ta dostarcza zatem danych dla LCA oraz może wspierać podejście oparte na wskaźniku zrównoważonego rozwoju [250].

Na podstawie równań zawartych w pracach [251], [252] przeprowadzono inwentaryzację cyklu życia (LCI) w oparciu o proces jednostkowy produkcji w technologii Binder Jetting z zastosowaniem materiałów wykorzystanych do realizacji badań w ramach tej pracy doktorskiej. Określono zużycie energii oraz materiałów i na tej podstawie wyznaczono przybliżony koszt wytwarzania.

### **Zużycie energii**

#### Proces drukowania

Energię zużywaną przez grzałkę definiuje się według równania (23):

$$E_{heater} = \frac{(P_{max} \times \%_{heater} \times t_{process})}{Eff_{heater}} \quad (23)$$

gdzie:  $E_{heater}$  – energia zużywana przez grzałkę (Wh),  $P_{max}$  – maksymalna moc grzałki (W),  $\%_{heater}$  – procent mocy grzałki ustawiony przez użytkownika (%),  $t_{process}$  – czas trwania procesu drukowania (h),  $Eff_{heater}$  – wydajność urządzenia (%).

Czas procesu drukowania określa równanie (24):

$$t_{printing} = \frac{H_{part} \times t_{layer}}{H_{layer}} \quad (24)$$

gdzie:  $t_{printing}$  – czas trwania procesu drukowania (h),  $H_{part}$  – wysokość części ( $\mu m$ ),  $t_{layer}$  – średni czas pomiędzy drukiem dwóch kolejnych warstw (h),  $H_{layer}$  – wysokość warstwy ( $\mu m$ ).

Pobór mocy siłownika głowicy drukującej wyznacza się według równania (25):

$$E_{uncap} = P_{uncap} \times t_{printlayer} \times N_{layer} \quad (25)$$

gdzie:  $E_{uncap}$  – energia zużywana przez głowicę (Wh),  $P_{uncap}$  – moc głowicy (W),  $t_{printlayer}$  – średni czas wydruku jednej warstwy (h),  $N_{layer}$  – liczba warstw (–).

Uwzględnia się również zużycie energii w stanie spoczynku, na które składa się zużycie energii przez komputer (60 W), oświetlenie (12 W) i inne źródła, takie jak sterowniki (50 W) [251].



### Proces wygrzewania

Zużycie energii podczas procesu nagrzewania proszku definiuje się według równania (26), zaś energię potrzebną do utrzymania temperatury w suszarce określa się zgodnie ze wzorem (27):

$$E_{heating} = (M_{powder} \times C_{p_{powder}} + M_{support} \times C_{p_{support}}) \times \Delta T \quad (26)$$

gdzie:  $E_{heating}$  – energia zużywana podczas nagrzewania proszku (Wh),  $M_{powder}$  – masa proszku (kg),  $C_{p_{powder}}$  – ciepło właściwe proszku (J/kg·K),  $M_{support}$  – masa nośnika (kg),  $C_{p_{support}}$  – ciepło właściwe nośnika (J/kg·K),  $\Delta T$  – różnica temperatur (K).

$$E_{maintain} = \frac{S_{oven} \times (T_{mean} \times t_{increase} - T_{maintain} \times t_{maintain})}{R_{oven} + \frac{1}{h_{int}} + \frac{1}{h_{ext}}} \quad (27)$$

gdzie:  $E_{maintain}$  – energia potrzebna do utrzymania temperatury w suszarce (Wh),  $S_{oven}$  – powierzchnia wewnętrzna suszarki ( $m^2$ ),  $T_{mean}$  – średnia temperatura podczas procesu nagrzewania (K),  $t_{increase}$  – całkowity czas trwania faz wzrostu temperatury (h),  $T_{maintain}$  – temperatura fazy wytrzymywania (K),  $t_{maintain}$  – czas fazy wytrzymywania (h),  $R_{oven}$  – opór cieplny ściany suszarki ( $m^2 \cdot K/W$ ),  $h_{int}$  – współczynnik konwekcji wewnątrz suszarki ( $W/m^2 \cdot K$ ),  $h_{ext}$  – współczynnik konwekcji zewnątrz suszarki ( $W/m^2 \cdot K$ ).

Opór cieplny ściany suszarki wyznaczono zgodnie z równaniem (28):

$$R_{oven} = \frac{S_{oven} \times (T_{oven} - T_{ext})}{P_{oven}} - \frac{1}{h_{int}} - \frac{1}{h_{ext}} \quad (28)$$

gdzie:  $R_{oven}$  – opór cieplny ściany suszarki ( $m^2 \cdot K/W$ ),  $S_{oven}$  – powierzchnia wewnętrzna suszarki ( $m^2$ ),  $T_{oven}$  – temperatura wewnątrz suszarki (K),  $T_{ext}$  – temperatura zewnętrzna (K),  $P_{oven}$  – zużycie energii przez suszarkę (W),  $h_{int}$  – współczynnik konwekcji wewnątrz suszarki ( $W/m^2 \cdot K$ ),  $h_{ext}$  – współczynnik konwekcji na zewnątrz suszarki ( $W/m^2 \cdot K$ ).

### Proces spiekania

Zużycie energii podczas procesu spiekania próbek określa się w oparciu o równanie (29), zaś energię potrzebną do utrzymania temperatury w piecu wyznacza się na podstawie wzoru (30):

$$E_{heating} = (M_{powder} \times C_{p_{powder}} + M_{support} \times C_{p_{support}} + M_{supportpowder} \times C_{p_{supportpowder}}) \times \Delta T \quad (29)$$

gdzie:  $E_{heating}$  – energia zużywana podczas procesu spiekania (Wh),  $M_{powder}$  – masa proszku (kg),  $C_{p_{powder}}$  – ciepło właściwe proszku (J/kg·K),  $M_{support}$  – masa nośnika (kg),  $C_{p_{support}}$  – ciepło właściwe nośnika (J/kg·K),  $M_{supportpowder}$  – masa proszku nośnego (kg),  $C_{p_{supportpowder}}$  – ciepło właściwe proszku nośnego (J/kg·K),  $\Delta T$  – różnica temperatur (K).

$$E_{maintain} = \frac{S_{furnace} \times (T_{mean} \times t_{increase} - \Sigma(T_{maintain} \times t_{maintain}))}{R_{furnace} + \frac{1}{h_{int}} + \frac{1}{h_{ext}}} \quad (30)$$

gdzie:  $E_{maintain}$  – energia zużywana do utrzymania temperatury w piecu (Wh),  $S_{furnace}$  – powierzchnia wewnętrzna pieca ( $m^2$ ),  $T_{mean}$  – średnia temperatura podczas procesu



nagrzewania ( $K$ ),  $t_{increase}$  – całkowity czas trwania faz wzrostu temperatury ( $h$ ),  $T_{maintain}$  – temperatura fazy wytrzymywania ( $K$ ),  $t_{maintain}$  – czas fazy wytrzymywania ( $h$ ),  $R_{furnace}$  – opór cieplny ściany pieca ( $m^2 \cdot K/W$ ),  $h_{int}$  – współczynnik konwekcji wewnątrz pieca ( $W/m^2 \cdot K$ ),  $h_{ext}$  – współczynnik konwekcji na zewnątrz pieca ( $W/m^2 \cdot K$ ).

Opór cieplny ściany pieca wyznaczono zgodnie z równaniem (31):

$$R_{furnace} = \frac{S_{furnace} \times (T_{furnace} - T_{ext})}{P_{furnace}} - \frac{1}{h_{int}} - \frac{1}{h_{ext}} \quad (31)$$

gdzie:  $R_{furnace}$  – opór cieplny ściany pieca ( $m^2 \cdot K/W$ ),  $S_{furnace}$  – powierzchnia wewnętrzna pieca ( $m^2$ ),  $T_{furnace}$  – temperatura wewnątrz pieca ( $K$ ),  $T_{ext}$  – temperatura zewnętrzna ( $K$ ),  $P_{furnace}$  – zużycie energii przez piec ( $W$ ),  $h_{int}$  – współczynnik konwekcji wewnątrz pieca ( $W/m^2 \cdot K$ ),  $h_{ext}$  – współczynnik konwekcji na zewnątrz pieca ( $W/m^2 \cdot K$ ).

Zużycie energii przez wszystkie pozostałe komponenty stanowi mniej niż 1% całkowitego zużycia energii [251].

### Zużycie materiałów

Spoiwo stosowane podczas procesu drukowania ze względu na swoją lepkość wymaga częstego wypłukiwania z układu. Czyszczenie wykonywane jest co drugą warstwę, zatem zużycie zarówno lepiszcza, jak i środka czyszczącego jest liniowo uzależnione od ilości warstw. Masę spoiwa potrzebnego do druku określa wzór (32), zaś masę środka czyszczącego równanie (33):

$$M_{binder} = \frac{\rho_{binder} \times V_{b_{layer}} \times H_{part}}{H_{layer}} \quad (32)$$

gdzie:  $M_{binder}$  – masa spoiwa ( $kg$ ),  $\rho_{binder}$  – gęstość spoiwa ( $kg/m^3$ ),  $V_{b_{layer}}$  – objętość spoiwa zużyta na warstwę ( $m^3$ ),  $H_{part}$  – wysokość części ( $m$ ),  $H_{layer}$  – wysokość warstwy ( $m$ ).

$$M_{cleaner} = \frac{\rho_{cleaner} \times V_{c_{layer}} \times H_{part}}{H_{layer}} \quad (33)$$

gdzie:  $M_{cleaner}$  – masa środka czyszczącego ( $kg$ ),  $\rho_{cleaner}$  – gęstość środka czyszczącego ( $kg/m^3$ ),  $V_{c_{layer}}$  – objętość środka czyszczącego zużyta na warstwę ( $m^3$ ),  $H_{part}$  – wysokość części ( $m$ ),  $H_{layer}$  – wysokość warstwy ( $m$ ).

W obliczeniach uwzględniono masę proszku zajmującą objętość 60 sześciątów o boku 10 mm, ponieważ jest to maksymalna ilość próbek zapewniająca wypełnienie dostępnej powierzchni pola roboczego (do wysokości 10 mm), uwzględniając minimalne odległości pomiędzy poszczególnymi elementami. Masę oraz ciepło właściwe proszku tworzącego złożę proszkowe uwzględniano w równaniach służących wyznaczaniu energii zużywanej w procesie wygrzewania, podczas którego cała skrzynia robocza umieszczana jest w suszarce. Zaś do obliczeń kosztów materiałowych oraz zużycia energii podczas spiekania wykorzystano jedynie masę proszku potrzebną do wytworzenia próbek, gdyż cały otaczający drukowane części proszek po procesie suszenia może zostać ponownie wykorzystany w kolejnym procesie drukowania.



## *Analiza kosztów*

W celu wyznaczenia kosztów zużycia energii powołano się na maksymalną stawkę sprzedaży energii elektrycznej na 2023 rok, która według ustawy przyjętej przez Sejm RP wynosi 785 zł/MWh [253]. Natomiast określenie kosztów materiałowych nastąpiło w oparciu o otrzymane oferty handlowe na zakup proszków oraz środków wiążących i czyszczących niezbędnych do realizacji niniejszej pracy, które otrzymano w 2020 oraz 2021 roku. Materiały zakupione po ówczesnych cenach wykorzystywano przez cały okres realizacji doktoratu. Na podstawie ofert dokonano także porównania kosztów wytwarzania elementów z nieregularnego proszku aluminium z przypuszczalnymi kosztami produkcji części ze sferoidalnego proszku Al.

Założono, że nieopłacalne byłoby wytwarzanie pojedynczego elementu w ramach jednego procesu drukowania. Zarówno podczas produkcji jednej sztuki wyrobu, jak i maksymalnej ilości próbek możliwej do rozmieszczenia na powierzchni roboczej konieczne jest zaaplikowanie równoważnej ilości warstw proszku, co generuje zbliżony czas drukowania oraz stałe zużycie środka czyszczącego (zależne od ilości nakładanych warstw). W związku z tym obliczenia wykonano dla 60 szt. sześciątów o wymiarach 10 mm × 10 mm × 10 mm. Ponadto podczas procesu spiekania geometria oraz rozkład temperatury wewnątrz pieca determinuje wymiary łożki umieszczanej wewnątrz pieca, które są zbliżone do pola roboczego drukarki. Umożliwia to wydrukowanie w ramach jednego procesu 60 szt. próbek, które następnie również w ramach jednego procesu zostaną spieczone w piecu wysokotemperaturowym. Dla mieszanek proszkowych uwzględniono także energię wydatkowaną na proces przesiewania proszków z zastosowaniem wstrząsarki laboratoryjnej w celu odseparowania poszczególnych frakcji proszkowych oraz wyznaczono zużycie energii koniecznej do połączenia kolejnych frakcji w odpowiednich udziałach masowych z wykorzystaniem mieszalnika obrotowego. Podsumowując, koszty zużycia energii oraz materiałów obliczono dla 60 elementów. Następnie uzyskane kwoty podzielono przez ilość wyprodukowanych sztuk i określono przybliżony koszt wytworzenia jednej próbki w zależności od zmiennych parametrów druku, bądź rozkładu wielkości cząstek proszku, co determinuje odpowiednio zmienną masę spoiwa lub proszku potrzebną do produkcji elementów.

W Tabeli 37 przedstawiono zestawienie obrazujące zużycie energii wyrażone w kWh na poszczególnych etapach produkcji 60 szt. próbek o wymiarach 10 mm × 10 mm × 10 mm. Uwzględniono również energię wydatkowaną podczas stanu spoczynku urządzenia. Dla mieszanek proszkowych w kolumnie *Inne* wprowadzono dane dotyczące zużycia energii podczas procesu przesiewania oraz mieszania proszków. Zużycie energii wyznaczono dla próbek drukowanych przy zmiennych parametrach drukowania oraz zmiennym rozkładzie wielkości cząstek proszku.

W Tabeli 38 zaprezentowano koszty poniesione w związku z zużyciem energii podczas procesu drukowania, wygrzewania, spiekania, stanu spoczynku oraz przygotowania mieszanek proszkowych zgodnie ze stawką 785 PLN/MWh. Uwzględniono również koszty związane z wykorzystaniem odpowiedniej ilości materiałów proszkowych oraz środka wiążącego i czyszczącego.





*Tabela 37. Zużycie energii wyrażone w kWh na poszczególnych etapach wytwarzania 60 szt. części o wymiarach 10 × 10 × 10 mm w technologii Binder Jetting*

Parametr	Zużycie energii (kWh)					
	Druk 3D	Wyrzewanie	Spiekanie	Stan spoczynku	Inne	SUMA
Poziom nasycenia spoiwem (proszek ALC100)						
15%	7,420	12,160	123,778	0,283	–	143,641
25%	7,474	12,160	123,778	0,285	–	143,697
35%	7,847	12,160	123,778	0,300	–	144,085
45%	8,328	12,160	123,778	0,317	–	144,583
55%	8,595	12,160	123,778	0,327	–	144,860
65%	8,862	12,160	123,778	0,338	–	145,138
75%	8,915	12,160	123,778	0,340	–	145,193
80%	8,968	12,160	123,778	0,342	–	145,248
85%	9,022	12,160	123,778	0,344	–	145,304
95%	9,609	12,160	123,778	0,366	–	145,913
100%	9,609	12,160	123,778	0,366	–	145,913
Prędkość przesuwu rolki obrotowej (proszek ALC100)						
10 mm/s	8,595	12,160	123,778	0,327	–	144,860
50 mm/s	8,595	12,160	123,778	0,327	–	144,860
110 mm/s	8,595	12,160	123,778	0,327	–	144,860
Grubość warstwy (proszek ALC100)						
30 µm	15,321	12,160	123,778	0,584	–	151,843
60 µm	8,595	12,160	123,778	0,327	–	144,860
90 µm	6,192	12,160	123,778	0,236	–	142,366
Mieszanki proszkowe						
ALC100	5,232	12,160	123,778	0,199	–	141,369
ALC100:AL160	5,232	12,160	123,778	0,199	3,350	144,720
50 µm: 20 µm	5,232	12,160	123,778	0,199	3,350	144,719
70 µm: 20 µm	5,232	12,160	123,778	0,199	3,350	144,720
AL160:ALC100	5,232	12,160	123,778	0,199	3,350	144,719
AL160	5,232	12,160	123,778	0,199	–	141,369
Grubość warstwy (proszek AL160)						
60 µm	8,915	12,160	123,778	0,340	–	145,193
90 µm	6,671	12,160	123,778	0,254	–	142,863
120 µm	5,232	12,160	123,778	0,199	–	141,369
150 µm	4,642	12,160	123,778	0,177	–	140,757
180 µm	3,895	12,160	123,778	0,148	–	139,981
200 µm	3,574	12,160	123,778	0,136	–	139,648
240 µm	2,987	12,160	123,778	0,114	–	139,039



*Tabela 38. Koszty związane ze zużyciem energii oraz materiałów na poszczególnych etapach wytwarzania 60 szt. części o wymiarach 10 × 10 × 10 mm w technologii Binder Jetting*

Parametr	Zużycie energii (PLN)					Zużycie materiałów (PLN)		SUMA (PLN) 60 szt.	SUMA (PLN) 1 szt.
	Druk	Wyrzewanie	Spiekanie	Stan spoczynku	Inne	Środek wiążący + czyszczący	Proszek		
Poziom nasycenia spoiwem (proszek ALC100)									
<b>15%</b>	5,82	9,55	97,17	0,22	–	0,71	4,10	117,57	<b>1,96</b>
<b>25%</b>	5,87	9,55	97,17	0,22	–	1,18	4,10	118,09	<b>1,97</b>
<b>35%</b>	6,16	9,55	97,17	0,24	–	1,65	4,10	118,87	<b>1,98</b>
<b>45%</b>	6,54	9,55	97,17	0,25	–	2,12	4,10	119,73	<b>2,00</b>
<b>55%</b>	6,75	9,55	97,17	0,26	–	2,59	4,10	120,42	<b>2,01</b>
<b>65%</b>	6,96	9,55	97,17	0,27	–	3,06	4,10	121,11	<b>2,02</b>
<b>75%</b>	7,00	9,55	97,17	0,27	–	3,53	4,10	121,62	<b>2,03</b>
<b>80%</b>	7,04	9,55	97,17	0,27	–	3,76	4,10	121,89	<b>2,03</b>
<b>85%</b>	7,08	9,55	97,17	0,27	–	4,00	4,10	122,17	<b>2,04</b>
<b>95%</b>	7,54	9,55	97,17	0,29	–	4,47	4,10	123,12	<b>2,05</b>
<b>100%</b>	7,54	9,55	97,17	0,29	–	4,71	4,10	123,36	<b>2,06</b>
Prędkość przesuwu rolki obrotowej (proszek ALC100)									
<b>10 mm/s</b>	6,75	9,55	97,17	0,26	–	2,59	4,10	120,42	<b>2,01</b>
<b>50 mm/s</b>	6,75	9,55	97,17	0,26	–	2,59	4,10	120,42	<b>2,01</b>
<b>110 mm/s</b>	6,75	9,55	97,17	0,26	–	2,59	4,10	120,42	<b>2,01</b>
Grubość warstwy (proszek ALC100)									
<b>30 μm</b>	12,03	9,55	97,17	0,46	–	2,60	4,10	125,91	<b>2,10</b>
<b>60 μm</b>	6,75	9,55	97,17	0,26	–	2,59	4,10	120,42	<b>2,01</b>
<b>90 μm</b>	4,86	9,55	97,17	0,19	–	2,60	4,10	118,47	<b>1,97</b>
Mieszanki proszkowe									
<b>ALC100</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	–	3,79	4,10	118,88	<b>1,98</b>
<b>ALC100:AL160</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	2,63	3,79	4,22	121,63	<b>2,03</b>
<b>50 μm: 20 μm</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	2,63	3,79	4,08	121,49	<b>2,02</b>
<b>70 μm: 20 μm</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	2,63	3,79	4,20	121,61	<b>2,03</b>
<b>AL160:ALC100</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	2,63	3,79	3,99	121,40	<b>2,02</b>
<b>AL160</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	–	3,79	3,66	118,44	<b>1,97</b>
Grubość warstwy (proszek AL160)									
<b>60 μm</b>	7,00	9,55	97,17	0,27	–	3,76	3,66	121,41	<b>2,02</b>
<b>90 μm</b>	5,24	9,55	97,17	0,20	–	3,78	3,66	119,60	<b>1,99</b>
<b>120 μm</b>	4,11	9,55	97,17	0,16	–	3,79	3,66	118,44	<b>1,97</b>
<b>150 μm</b>	3,64	9,55	97,17	0,14	–	3,75	3,66	117,91	<b>1,97</b>
<b>180 μm</b>	3,06	9,55	97,17	0,12	–	3,74	3,66	117,30	<b>1,96</b>
<b>200 μm</b>	2,81	9,55	97,17	0,11	–	3,77	3,66	117,07	<b>1,95</b>
<b>240 μm</b>	2,34	9,55	97,17	0,09	–	3,74	3,66	116,55	<b>1,94</b>



Proces druku próbek o wyższym poziomie nasycenia spoiwem generuje wyższe koszty zużycia środka wiążącego oraz energii. Zwiększanie grubości warstwy wydruków obniża koszty zużycia energii drukowania. Prędkość przesuwu rolki nie ma wpływu na zmiany kosztów wydatkowania energii. Zmienna wielkość cząstek proszku determinuje zmianę masy użytego materiału. Im większe cząstki proszku, tym niższa gęstość materiału i mniejsza jego masa. Koszty poniesione podczas procesu wygrzewania i spiekania są niezmiennie niezależnie od stosowanych parametrów druku. Koszt wytworzenia jednej próbki mieścił się w zakresie około 1,94-2,10 PLN.

Analizując koszty ponoszone na poszczególnych etapach procesu wytwarzania w technologii Binder Jetting zauważono, że średnio około 93% stanowią koszty zużycia energii, zaś zużycie materiałów to zaledwie 7%. Wydatkowanie energii podczas procesu drukowania generuje koszty stanowiące 2-10% całkowitych kosztów produkcji. Koszty związane z wygrzewaniem proszku stanowią 8%. Natomiast proces spiekania jest odpowiedzialny za 77-83% całkowitych kosztów wytwarzania. Koszty utrzymania wynoszą poniżej 1%. Analiza zużycia materiałów wykazała, że koszt spoiwa i czyszczywa to około 1-4%, zaś proszku o morfologii nieregularnej to około 3%.

Porównując wszystkie etapy wytwarzania jednoznacznie można stwierdzić, że najbardziej energochłonny jest proces spiekania, podczas którego zużycie energii generuje około 80% całkowitych kosztów wytwarzania. Jednak proces spiekania jest etapem niezbędnym również dla części wytwarzanych tradycyjną metodą metalurgii proszków. W związku z tym niezależnie od tego, czy próbki wytwarzane będą w technologii Binder Jetting, czy metodą konwencjonalną, każdorazowo proces spiekania będzie związany ze znacznym zużyciem energii.

W Tabeli 39 przedstawiono porównanie kosztów zużycia materiałów w przypadku drukowania części z nieregularnego oraz sferoidalnego proszku aluminium przy założeniu zbliżonego rozkładu wielkości cząstek.

*Tabela 39. Porównanie kosztów zużycia materiałów podczas produkcji części o wymiarach  $10 \times 10 \times 10$  mm z proszku aluminium o zbliżonym rozkładzie wielkości cząstek i nieregularnym oraz sferoidalnym kształcie na przykładzie próbki ALC100 drukowanej przy saturacji wynoszącej 80%, prędkości przesuwu rolki 10 mm/s i grubości warstwy równiej 60  $\mu$ m*

Materiał		Koszt zużycia materiałów dla produkcji 60 szt. (PLN)	Koszt zużycia materiałów dla produkcji 1 szt. (PLN)
Materiały płynne	Środek wiążący	3,76	0,06
	Środek czyszczący	$8,59 \times 10^{-5}$	$1,43 \times 10^{-6}$
Materiały proszkowe	Proszek Al nieregularny	4,10	0,07
	Proszek Al sferoidalny	121,37	2,02
<b>SUMA (proszek nieregularny)</b>		<b>7,86</b>	<b>0,13</b>
<b>SUMA (proszek sferoidalny)</b>		<b>125,13</b>	<b>2,08</b>

Cena proszku sferoidalnego jest 30-krotnie wyższa niż cena proszku nieregularnego. Uwzględniając cenę spoiwa zastosowanego do druku przy poziomie nasycenia równym 80% koszt wytworzenia jednej próbki z proszku sferoidalnego jest około 16-krotnie wyższy niż dla proszku nieregularnego. Potwierdza to zasadność prowadzonych badań związanych z optymalizacją procesów druku przy zastosowaniu proszków nieregularnych, ponieważ prowadzi do znacznego obniżenia kosztów produkcji części.



## 10. WNIOSKI KOŃCOWE

W ramach niniejszej pracy dokonano optymalizacji parametrów druku metodą Binder Jetting oraz warunków spiekania dla nieregularnego proszku aluminium o zmiennym rozkładzie wielkości cząstek. Na podstawie przeprowadzonych badań własnych oraz analizy otrzymanych rezultatów sformułowano następujące wnioski:

- Poziom nasycenia spoiwem to parametr, który ma fundamentalne znaczenie podczas druku. Interakcja pomiędzy złożem proszkowym, a lepiszczem oddziałuje na jakość wytwarzanych elementów. Odpowiednio dobrana saturacja podnosi wytrzymałość mechaniczną części oraz poprawia jakość ich powierzchni. Zbyt wysoki poziom nasycenia spoiwem skutkuje utratą stabilności wymiarowej części, zbyt niski prowadzi natomiast do powstania odprysków na powierzchni i krawędziach próbek. Udowodniono, że dla zaaplikowanego nieregularnego proszku aluminium zastosowanie saturacji na poziomie 80% pozwoliło na wzrost gęstości i wytrzymałości na ściskanie oraz redukcję porowatości części.
- Wpływ prędkości przesuwu rolki obrotowej w dużej mierze uzależniony jest od właściwości stosowanego do druku materiału proszkowego. Zbyt duża prędkość powoduje spadek gęstości drukowanych części i obniżenie wytrzymałości na ściskanie oraz skutkuje wzrostem chropowatości powierzchni. Mniejsza prędkość przesuwu rolki, na poziomie 10 mm/s, sprzyja zagęszczeniu oraz poprawie jakości wykończenia i stabilności wymiarowej detali.
- Grubość warstwy nakładanej podczas druku ma istotny wpływ na jakość wykończenia powierzchni. Stosowanie grubszych warstw skutkuje niejednorodnością osadzania proszku, spadkiem gęstości i wzrostem porowatości części. Niemniej jednak z ekonomicznego punktu widzenia taki zabieg jest określany jako korzystny, gdyż skraca proces druku. Zbyt mała wysokość warstwy prowadzi do preferencyjnego osadzania jedynie małych cząstek proszku i wydłużenia czasu produkcji, co skutkuje niższą wydajnością procesu. Zaobserwowano, że prawidłowe zależności pomiędzy gęstością, wytrzymałością i chropowatością powierzchni dla proszku drobnociarnistego (20  $\mu\text{m}$ ) uzyskano poprzez zastosowanie warstwy o wysokości 60  $\mu\text{m}$ . Dla proszków grubociarnistych (60  $\mu\text{m}$ ) przy zbyt niskiej grubości warstwy powstały przesunięcia niezakotwionego układu proszek-spoivo wzdłuż kierunku rozpraszania proszku wywierane przez mechanizm ścinający. Zwiększenie grubości warstwy (do 120  $\mu\text{m}$ ) pozwoliło na wyeliminowanie tego zjawiska.
- Efektem wzajemnego oddziaływania lepiszcza z przygotowanym do druku podłożem proszkowym jest wzrost wymiarów części w osi X, Y i Z w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD. Największe zmiany występowały wzdłuż kierunku drukowania (oś Z), co może być wynikiem przenikania spoiwa do warstw podkładowych.
- Gęstość względna drukowanych części aluminiowych zawiera się w zakresie od 36% do 50% gęstości teoretycznej, zaś spieków od 42% do 67%. Na stopień zagęszczenia próbki znaczący wpływ mają cechy geometryczne proszku. Grubociarnisty proszek o nieregularnej morfologii skutkuje niższym zagęszczeniem części, zaś stosowanie mieszanin proszkowych z przewagą frakcji drobnociarnistej sprzyja skutecznemu wzrostowi gęstości. Drobne cząstki mogą wypełniać pory międzycząsteczkowe w szkielecie utworzonym z proszku o większym rozmiarze, co skutkuje wzrostem zagęszczenia wydruku.



- Części drukowane w procesie Binder Jetting charakteryzuje porowatość całkowita w zakresie od 58% do 65%. Po procesie spiekania porowatość części zmniejsza się średnio o 10%. Zastosowanie proszków drobnoziarnistych oraz proszków o charakterze bimodalnym zapewnia niższą porowatość części w porównaniu z proszkiem gruboziarnistym. Przeprowadzone badania sorpcji fizycznej wykazały, że w materiale dominowała mezoporowatość, a występujące pory miały kształt szczelinowy.
- Powierzchnie części drukowanych z proszków aluminium charakteryzuje parametr  $S_{ku}$  o wartości przekraczającej 3. Dominujący udział dolin niż szczytów może wynikać z przeważającej obecności porów otwartych. Powierzchnie, na których rozprowadzono proszek za pomocą rolki obrotowej (płaszczyzna XY) charakteryzowały się około 15% niższą chropowatością niż powierzchnie boczne wydruku (płaszczyzna YZ). Proszki o rozkładzie bimodalnym zapewniają uzyskanie gładziej powierzchni w procesie drukowania. Mniejsze cząstki ( $20\ \mu\text{m}$ ) wypełniają puste przestrzenie, redukując w ten sposób chropowatość.
- Części wytwarzane z nieregularnego proszku aluminium metodą Binder Jetting w kierunku prostopadłym do kierunku drukowania wykazują wytrzymałość na ściskanie około 15% niższą niż w kierunku równoległym. Znaczący wpływ na wytrzymałość mechaniczną ma zarówno poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki, jak i atmosfera spiekania.
- Proszki gruboziarniste w porównaniu do drobnoziarnistych charakteryzuje tendencja do przesuwania temperatury początku spiekania w kierunku wyższej wartości. Większą kinetykę zmian związanych z procesem zagęszczania w trakcie spiekania wykazują części wykonane z proszków drobnoziarnistych.
- Spiekanie wydruków z nieregularnego proszku aluminium w średniej próżni pozwalało na uzyskanie części o wyższej gęstości niż w przypadku zastosowania atmosfery argonu lub wodoru.
- Spiekanie w wysokiej próżni powodowało przenikanie na powierzchnię elementu tworzącej się wewnątrz próbki fazy ciekłej w formie sfer o srebrzystej barwie. Zastosowanie większej szybkości nagrzewania materiału dodatkowo skutkowało powstawaniem pęknięć wzdłuż nakładanych warstw.

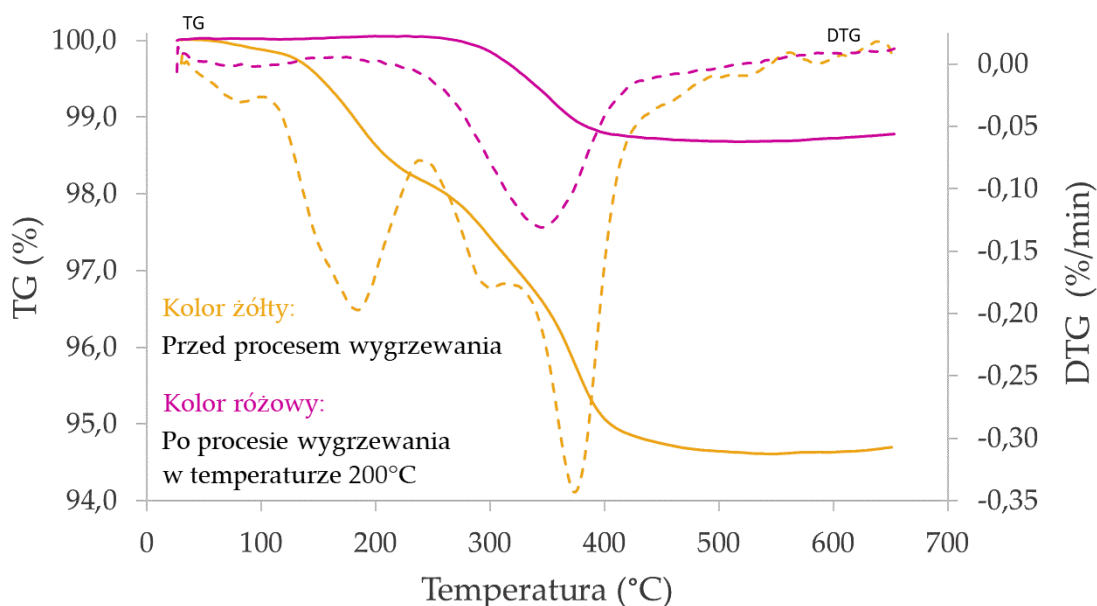
Cel niniejszej rozprawy doktorskiej zrealizowano, zaś uzyskane w ramach badań rezultaty potwierdzają zasadność postawionej tezy naukowej. Potwierdzono możliwość skutecznego zastosowania nieregularnego proszku aluminiowego do wytwarzania części metodą Binder Jetting. Otwiera to perspektywy na produkcję precyzyjnych części do zastosowań m.in. w elektronice. Oferowana przez metodę Binder Jetting możliwość wykorzystania do druku cząstek proszku o nieregularnym kształcie pozwala na istotne obniżenie kosztów produkcji przy jednoczesnej możliwości skorzystania z pełni zalet proponowanych przez technologie przyrostowe. Należy do nich wytwarzanie elementów o złożonej geometrii, projektowanych w ramach unikatowych zastosowań. W ramach pracy udowodniono, że zastosowanie niededykowanego proszku aluminium do druku w technologii Binder Jetting umożliwia skuteczne wytwarzanie elementów, które ze względu na właściwości użytego materiału oraz łatwość precyzyjnego modelowania ich geometrii mogą pełnić funkcję jako radiatory zdolne do wydajnego rozpraszania ciepła.

## 11. KIERUNKI PRZYSZŁYCH BADAŃ

Przyszłe badania powinny koncentrować się na przeprowadzeniu optymalizacji procesu spiekania, aby możliwe było otrzymanie mniej porowatych części bez defektów i zniekształcenia geometrii.

Kolejnym kierunkiem dalszych badań możliwym do realizacji jest analiza wpływu innego środka wiążącego na właściwości drukowanych części. W ramach niniejszej pracy jako lepiszcze stosowano wodny środek wiążący typu rozpuszczalnikowego (Aqueous Binder, identyfikator: BA005). Jednakże firma ExOne w swojej ofercie posiada także spoiwo o nazwie handlowej CleanFuse™ zawierające w składzie n-propanol. Jest to spoiwo, które nie pozostawia śladu węglowego i dobrze współpracuje z materiałami metalowymi, na które węgiel ma negatywny wpływ [254]. Co więcej, aktualnie trwają także badania nad stworzeniem wersji lepiszcza CleanFuse do przetwarzania materiałów reaktywnych, takich jak aluminium i tytan [255].

W niniejszym rozdziale przedstawiono wyniki uzyskane z ramach przeprowadzonych badań pilotażowych dotyczących spoiwa CleanFuse™. Wykonano analizę termogravimetryczną wraz z identyfikacją produktów gazowych wydzielanych podczas degradacji termicznej materiału. Do badań przygotowano próbkę proszku aluminium ALC100 wymieszaną ze spoiwem CleanFuse™, niepoddaną obróbce termicznej. Drugi wariant badanej próbki zawierał ten sam typ lepiszcza, jednak po wydrukowaniu próbkę metodą Binder Jetting poddano ją wygrzaniu w temperaturze 200°C. Wyniki analizy termogravimetrycznej przedstawiono na Rysunku 87. Charakterystyczne wartości temperatur, w których następował ubytek masy zestawiono w Tabeli 40. Badania przeprowadzono na próbkach wykonanych z proszku ALC100.



**Rysunek 87.** Krzywe TG i DTG próbek z proszku ALC100 wytworzonych z zastosowaniem spoiwa CleanFuse™ analizowanych: 1) przed wygrzewaniem oraz 2) po wygrzaniu w temperaturze 200°C

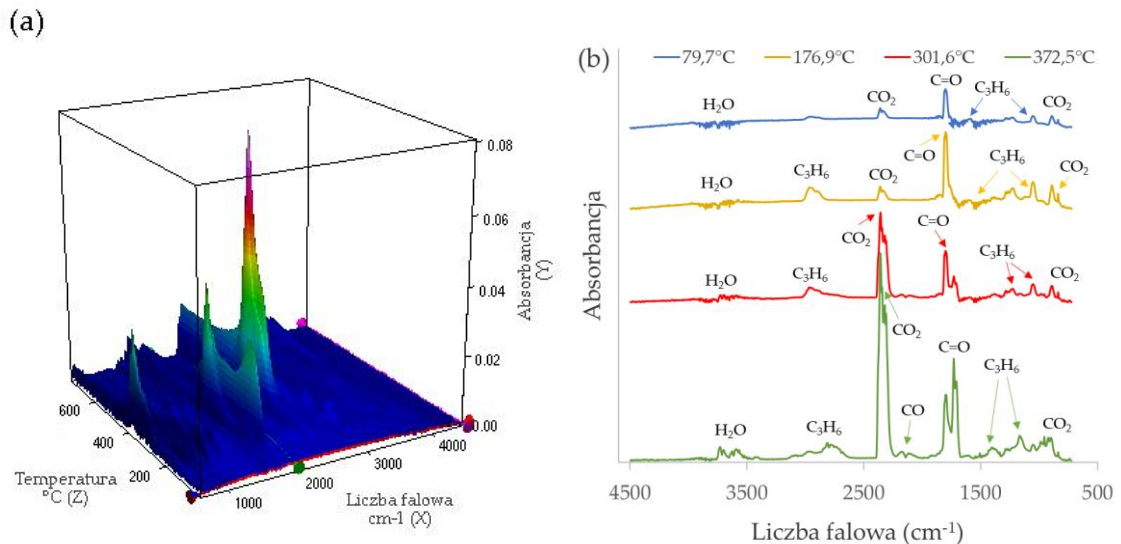


Porównując uzyskane wyniki zaobserwowano o 75% mniejszy całkowity ubytek masy dla próbki po wygrzaniu w odniesieniu do próbki bez etapu wygrzewania. Proces degradacji termicznej fazy polimerowej dla niewygrzanego lepiszcza złożony był z czterech etapów, z czego dwa pierwsze ubytki masy w temperaturach blisko 80°C i 177°C wynoszące odpowiednio 0,10% i 1,47% spowodowane były odparowaniem wody i wilgoci. Dla wygrzanej próbki w podobnym zakresie temperaturowym wystąpił jeden ubytek masy (w 87°C) wynoszący wyłącznie 0,01%. Prawdopodobnie wynika to z faktu, że woda z próbki została odparowana już na etapie wygrzewania w temperaturze 200°C. Rozkład termiczny składników organicznych dla niewygrzanej próbki na krzywej widoczny był w postaci trzeciego i czwartego efektu, odpowiednio w zakresie temperatur od 270°C do 313°C oraz od 362°C do 394°C. W temperaturze 302°C odnotowano ubytek masy na poziomie 1,28%. Zaś największy ubytek masy (2,55%) nastąpił w temperaturze około 373°C. Dla próbki z wygrzanym spoiwem degradacja termiczna spoiwa wystąpiła w zakresie od 300°C do 390°C. Ekstremum wskazujące na gwałtowny rozkład materii organicznej odnotowano w temperaturze 348°C. Odpowiada to termicznemu rozkładowi spoiwa, w tym związków zawierających węgiel, tworzących pochodne aldehydów i polienowe związki wielkocząsteczkowe [26]. Całkowity ubytek masy dla niewygrzanej próbki wyniósł 5,40%, zaś dla wygrzanej zaledwie 1,35%. Zamiana spoiwa wodnego (Rysunek 20 i Tabela 8) na CleanFuse™ skutkuje przesunięciem efektów związanych z jego usuwaniem z wydruków w zakres niższych temperatur. Efekt ten jest bardzo korzystny w szczególności dla spiekania materiałów o niskiej temperaturze topnienia, przykładowo takich jak aluminium, gdyż pozwala to na usunięcie spoiwa z całej objętości próbki przed rozpoczęciem procesów dyfuzyjnych. Tym samym sprzyjając uzyskaniu spieków bez wad.

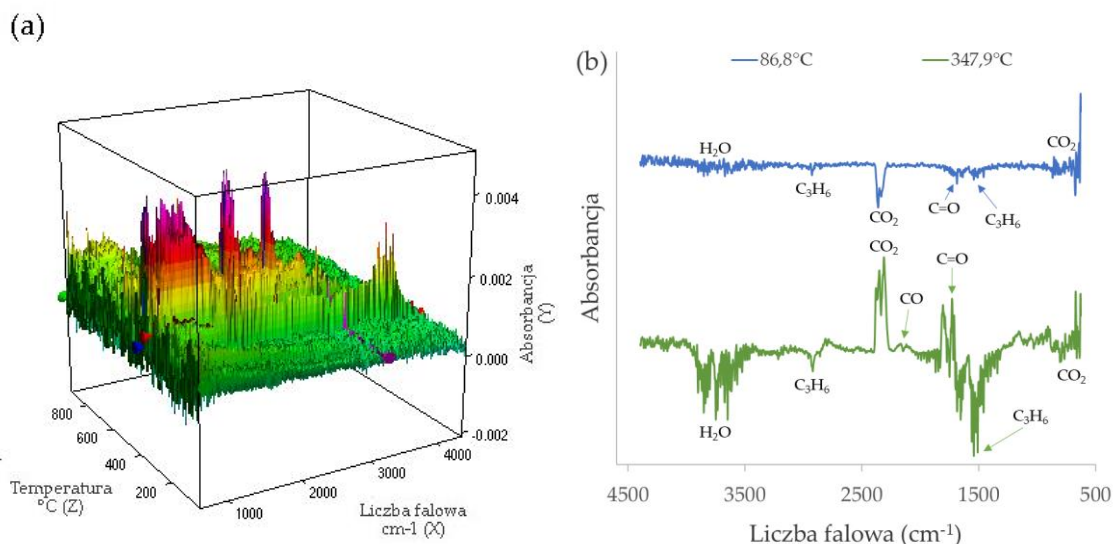
*Tabela 40. Wartości temperatur i zmian masy odczytane w charakterystycznych punktach krzywych TG i DTG dla próbek drukowanych z nieregularnego proszku aluminium przy zastosowaniu spoiwa CleanFuse™*

Oznaczenie	Efekt	Krzywa TG			Krzywa DTG
		Początek przemiany (°C)	Koniec przemiany (°C)	Zmiana masy (%)	Temperatura w maksimum piku (°C)
<b>Próbka przed procesem wygrzewania</b>	1	60,3	86,6	-0,10	79,7
	2	142,7	212,7	-1,47	176,9
	3	270,0	313,2	-1,28	301,6
	4	361,5	393,5	-2,55	372,5
<b>Próbka po etapie wygrzewania w 200°C</b>	1	68,0	91,2	-0,01	86,8
	2	299,3	390,7	-1,34	347,9

Przeprowadzono również identyfikację produktów gazowych wydzielanych podczas degradacji termicznej materiału. Trójwymiarowe widma FT-IR przedstawiono na Rysunkach 88a i 89a. Zaś dwuwymiarowe widma w podczerwieni z produktami gazowymi dla różnych temperatur zaprezentowano na Rysunkach 88b i 89b.



**Rysunek 88.** Widma FT-IR gazów wydzielonych podczas degradacji termicznej próbki wydrukowanej z nieregularnego proszku aluminium ze spoiwem CleanFuse™ przed procesem wygrzewania, gdzie (a) trójwymiarowe widmo FT-IR, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 79,7°C, 176,9°C, 301,6°C oraz 372,5°C



**Rysunek 89.** Widma FT-IR gazów wydzielonych podczas degradacji termicznej próbki wydrukowanej z nieregularnego proszku aluminium ze spoiwem CleanFuse™ po procesie wygrzewania w 200°C, gdzie (a) trójwymiarowe widmo FT-IR, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 86,8°C oraz 347,9°C

Zakresy liczb falowych odpowiadające kolejnym produktom gazowym przedstawiono w Tabeli 41. Silniejszy pik absorpcyjności odpowiadał wyższemu względnemu stężeniu składników lotnych [191]. Położenie oraz intensywność poszczególnych efektów odpowiadających produktom rozkładu ulegały zmianie wraz ze wzrostem temperatury. Dla analizowanych dwuwymiarowych widm FT-IR w zakresie 4000–3500  $\text{cm}^{-1}$  wystąpiły efekty od wody obecnej w lepszczu. Zaś piki od  $\text{CO}_2$  wstąpiły we wszystkich widmach przy liczbie falowej około 2360  $\text{cm}^{-1}$  oraz 650  $\text{cm}^{-1}$ . Wraz ze wzrostem temperatury efekty te charakteryzowały się wyższą intensywnością. Widma od węglowodorów ( $\text{C}_3\text{H}_6$ ) zarejestrowano w zakresie 1600–950  $\text{cm}^{-1}$  oraz przy liczbie falowej około 3000  $\text{cm}^{-1}$ . Dla próbki przed etapem wygrzewania, w temperaturze





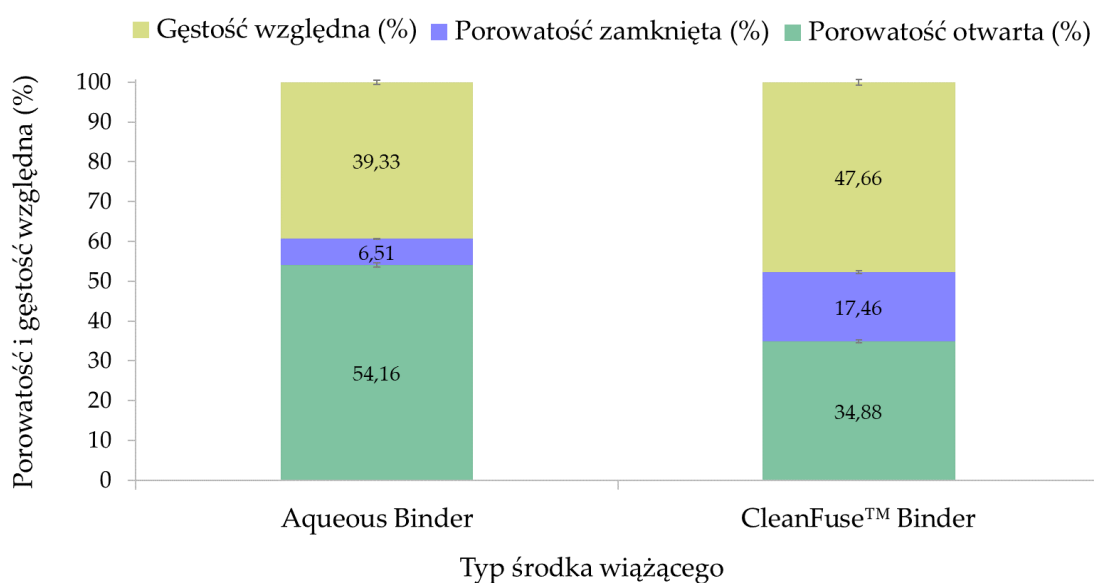
80°C pik od  $C_3H_6$  3000  $cm^{-1}$  charakteryzował się bardzo niską absorbancją, która wzrastała wraz ze wzrostem temperatury. Uwalnianie CO nastąpiło w wyniku tworzenia się reakcji organicznej określanej jako dekarbonylacja [192]. Widma od CO wystąpiły w zakresie 2220–2000  $cm^{-1}$ . Dla próbki przed wygrzewaniem w temperaturze 373°C, zaś po wygrzewaniu w temperaturze 348°C. Tworzenie się CO związane jest z redukcją dwutlenku węgla [193]. Związki karbonylowe (C=O) zarejestrowano we wszystkich widmach w zakresie 1900–1600  $cm^{-1}$ . Dla próbki przed obróbką cieplną w temperaturach 302°C i 373°C efekt ten wystąpił w postaci podwójnego piku.

**Tabela 41.** Zakresy liczb falowych odpowiadające produktom gazowym [191], [256]

Liczba falowa ( $cm^{-1}$ )	Grupa funkcyjna	Związek
4000 – 3500	O-H	H <sub>2</sub> O
3200 – 2700 1600 – 950	C-H	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>
2400 – 2230 650 – 630	C = O	CO <sub>2</sub>
2220 – 2000	C-O	CO
1900 – 1600	C = O	związki karbonylowe

Zauważono, że w wyższych temperaturach absorbancja H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, C=O i C<sub>3</sub>H<sub>6</sub> była wyższa, co oznacza że nastąpiła większa emisja tych produktów gazowych [194]. CO<sub>2</sub> może powstawać w wyniku reakcji dekarboksylacji, która prowadzi do eliminacji atomu węgla z łańcucha węglowego [192]. Uwalnianie węglowodorów w postaci propylenu (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>) wynika z obecności n-propanolu w składzie mieszanki spoiwa.

Dodatkowo z mieszanki proszku 50  $\mu m$ :20  $\mu m$  wydrukowano części z zastosowaniem spoiwa CleanFuse™. Próbki wydrukowano przy takich samych parametrach jak części ze spoiwem na bazie wody (saturacja – 80%, prędkość przesuwu rolki – 10 mm/s i grubość warstwy – 120  $\mu m$ ) w celu możliwości porównania wyników gęstości i porowatości (Rysunek 90).



**Rysunek 90.** Wpływ rodzaju środka wiążącego na gęstość i porowatość wydruków z nieregularnego proszku aluminium



---

Spoiwo CleanFuse™ sprzyja uzyskaniu wyższej o około 8% gęstości części drukowanych w porównaniu z lepiszczem na bazie wody. W obydwu wariantach próbek dominowała porowatość otwarta, jednak dla części z lepiszczem CleanFuse™ była ona niższa o 20%. Natomiast udział porowatości zamkniętej był większy o około 11%.

Miyajani i in. [179] zaobserwowali, że rodzaj stosowanego spoiwa ma duże znaczenie w kontekście gęstości spieku. Spoiwo typu rozpuszczalnikowego pozwoliło na uzyskanie wyższej o 6% gęstości spieku w odniesieniu do wodnego lepiszcza. Co więcej, próbki wykonane przy użyciu spoiwa na bazie wody posiadały niższą wytrzymałość na rozciąganie i większe wydłużenie ze względu na niższą gęstość spieku. Różnicę w gęstości części w zależności od rodzaju stosowanego spoiwa można wyjaśnić zawartością tlenu w tych środkach wiążących. Wyższa zawartość tlenu w spoiwie na bazie wody tworzy więcej pary wodnej niż spoiwo na bazie rozpuszczalnika. Cząsteczki pary wodnej, które powstają podczas procesu spiekania trudniej również usunąć, co skutkuje utrudnionym zagęszczaniem części [257].

Zaprezentowane powyżej wyniki badań wstępnych dotyczących środka wiążącego CleanFuse™ sugerują wysoki potencjał tego typu spoiwa do wytwarzania części o obniżonej porowatości. Rezultaty te mogą stanowić kierunek do przyszłych badań nad możliwością rozwoju druku części w technologii Binder Jetting z zastosowaniem dedykowanego proszku aluminium spoiwa.



## STRESZCZENIE

W ostatnich latach nastąpił dynamiczny rozwój technologii wytwarzania przyrostowego oraz wzrost zainteresowania wykorzystaniem technik druku 3D do zastosowań przemysłowych, ponieważ stanowią one doskonałą alternatywę dla tradycyjnych metod produkcji. Wśród szerokiej gamy dostępnych technik wytwarzania addytywnego znaczny potencjał aplikacyjny oferuje proces określany jako Binder Jetting, w którym płynne spoiwo jest selektywnie osadzone w złożu materiału proszkowego równomiernie rozproszanego na powierzchni stołu roboczego. Aktualnie prowadzone są badania nad oceną wpływu poszczególnych parametrów druku na jakość wytwarzanych części. W technologii zwykle stosowane są sproszkowane materiały ceramiczne, metale oraz ich stopy. Jednak przeprowadzona w ramach tej pracy analiza literatury wykazała ograniczone informacje na temat możliwości zastosowania nieregularnych cząstek w procesach druku 3D. Metoda Binder Jetting jako jedna z niewielu oferuje możliwość przeprowadzenia takich analiz. W związku z powyższym podjęto próbę opracowania technologii wytwarzania aluminiowych części poprzez optymalizację parametrów procesu drukowania z wykorzystaniem proszku wsadowego o nieregularnym kształcie i różnym rozkładzie wielkości cząstek.

Działania badawcze podjęte w celu realizacji niniejszej rozprawy doktorskiej podzielono na trzy zasadnicze części. W ramach pierwszego etapu dokonano doboru parametrów technologicznych druku, takich jak poziom nasycenia spoiwem, prędkość przesuwu rolki obrotowej i grubość warstwy, a także atmosfery ochronnej spiekania. Określono ich oddziaływanie na właściwości aluminiowych części. W drugim stadium badań przeprowadzono ocenę wpływu rozkładu wielkości cząstek nieregularnego proszku Al na jakość wytwarzanych części. W tym celu przygotowano mieszanki proszkowe w udziale masowym frakcji proszku gruboziarnistego do drobnoziarnistego wynoszącym 73:27 lub 27:73. Próbkę drukowano przy zastosowaniu parametrów zoptymalizowanych w pierwszej części pracy. Natomiast w ramach trzeciego etapu badań dokonano analizy wpływu warunków procesu spiekania, takich jak szybkość nagrzewania, docelowa temperatura spiekania i poziom próżni, na właściwości produkowanych części. Kompleksową analizę właściwości wytworzonych elementów przeprowadzono z zastosowaniem takich metod badawczych jak: skaningowa mikroskopia elektronowa, metoda ważenia hydrostatycznego, bezstykowy pomiar chropowatości, analiza dylatometryczna, statyczna próba ściskania, spektrometria fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją energii, dyfraktometria rentgenowska, analiza termogravimetryczna sprzężona ze spektroskopią w podczerwieni z transformacją Fouriera oraz rentgenowska mikrotomografia komputerowa.

Na podstawie analizy rezultatów uzyskanych w ramach przeprowadzonych badań wywnioskowano, że odpowiednia konfiguracja kolejnych parametrów technologicznych druku ma decydujący wpływ na poprawę właściwości wytwarzanych części. Prawidłowy poziom nasycenia spoiwem podnosi gęstość i wytrzymałość mechaniczną wytwarzanych elementów. Odgrywa także decydującą rolę w kwestii stabilności wymiarowej części. Zarówno prędkość przesuwu rolki obrotowej, jak i grubość drukowanej warstwy istotnie wpływają na zagęszczenie oraz jakość wykończenia powierzchni. Drukowane części aluminiowe charakteryzuje gęstość względna w zakresie od 36% do 50% gęstości teoretycznej oraz dosyć wysoka porowatość



ogólna, co może wynikać z faktu, że w technologii Binder Jetting nie stosuje się dodatkowej siły nacisku. Wykorzystanie do procesu drukowania odpowiednio przygotowanych mieszanek proszkowych o właściwym udziale frakcji proszku gruboziarnistego do drobnoziarnistego wpływa na zmniejszenie chropowatości powierzchni wytwarzanych części. Mniejsze cząstki proszku wypełniają puste przestrzenie pomiędzy cząstkami o większej średnicy, co sprzyja uzyskaniu gładziej powierzchni. Na stopień zagęszczenia części istotny wpływ mają zarówno cechy geometryczne aplikowanego materiału proszkowego, jak i dobrane parametry technologiczne druku oraz warunki cyklu spiekania. Spiekanie wytworzonych elementów w obecności średniej próżni przyczynia się do uzyskania wyższej gęstości w porównaniu z wykorzystaniem atmosfery ochronnej argonu lub wodoru. Zastosowanie wysokiej próżni powodowało powstanie wydzielań powierzchniowych oraz międzywarstwowych w postaci sfer o srebrzystej barwie, zaś zwiększenie szybkości nagrzewania materiału skutkowało propagacją pęknięć wzdłuż aplikowanych warstw, co w efekcie prowadzi do deformacji spieków. Na podstawie uzyskanych wyników badań wywnioskowano, że uzyskanie odpowiednich właściwości przy jednocześnie wysokiej jakości powierzchni zapewnia stosowanie proszków drobnoziarnistych. W niniejszej pracy najkorzystniejsze rezultaty uzyskano dla proszku ALC100 drukowanego z zastosowaniem poziomego nasycenia spoiwem równego 80%, prędkości przesuwu rolki wynoszącej 10 mm/s i grubości warstwy równej 60  $\mu\text{m}$ , stanowiącej dwukrotność maksymalnej wielkości cząstek proszku.

Ponadto, w celu wskazania możliwych zastosowań dla części wytwarzanych w technologii Binder Jetting podjęto próbę wydrukowania radiatorów o znacznym potencjalnie aplikacyjnym w przemyśle elektronicznym. Aluminium to doskonały przewodnik, co pretenduje go do stosowania jako materiał na komponenty służące do odprowadzania ciepła generowanego przez obwody elektroniczne. Na zdolność radiatorów do odprowadzania ciepła wpływa nie tylko rodzaj materiału, z jakiego zostały wyprodukowane, ale także sama konstrukcja detalu. W tym celu zaprojektowano, wydrukowano i porównano dwa modele radiatora, o zróżnicowanej liczbie i układzie żeber.

Przeprowadzone w ramach niniejszej pracy badania potwierdzają możliwość skutecznego zastosowania nieregularnego proszku aluminium do wytwarzania części w technologii Binder Jetting. Wykazano również, że możliwość zastosowania proszku o nieregularnej morfologii cząstek pozwala na znaczną redukcję kosztów produkcji.



## SUMMARY

In recent years, there has been a dynamic development of additive manufacturing technologies and an increase in interest in the use of 3D printing techniques for industrial applications, as they offer an excellent alternative to traditional production methods. Among the wide range of available additive manufacturing techniques, significant application potential is offered by a process referred to as Binder Jetting, in which a liquid binder is selectively deposited in a bed of powder material evenly distributed over the surface of the build table. Current research focuses on evaluating the impact of specific printing parameters on the quality of manufactured parts. The technology usually uses powdered ceramic materials, metals and their alloys. However, the literature analysis conducted as part of this work revealed limited information on the applicability of irregular particles in 3D printing processes. The Binder Jetting method is one of the few that offers the possibility of conducting such analyses. Therefore, an attempt was made to develop a technology for manufacturing aluminum parts by optimizing the parameters of the printing process using irregularly shaped feedstock powder and different particle size distribution.

The research activities undertaken to complete this doctoral dissertation were divided into three main parts. As part of the first stage, the printing technological parameters were selected, such as binder saturation, roller traverse speed and layer thickness, as well as the sintering protective atmosphere. Their impact on the properties of aluminum parts was determined. In the second stage of the research, the effect of the particle size distribution of irregular Al powder on the quality of manufactured parts was evaluated. For this purpose, powder mixtures were prepared at coarse to fine powder fraction mass ratio of 73:27 or 27:73. The samples were printed using the parameters optimized in the first part of the work. Meanwhile, as part of the third stage of the research, the impact of the sintering process conditions, such as heating rate, target sintering temperature and vacuum level, on the properties of manufactured parts was analyzed. A comprehensive analysis of the properties of the fabricated parts was carried out using such research methods as scanning electron microscopy, hydrostatic weighing, non-contact surface roughness measurement, dilatometry, static compression test, energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry, X-ray diffractometry, thermogravimetric analysis coupled to Fourier transform infrared spectroscopy and X-ray computed microtomography.

Based on the analysis of the results obtained as part of the research, it was concluded that the appropriate configuration of subsequent printing technological parameters has a decisive impact on improving the properties of the manufactured parts. Proper binder saturation level increases the density and mechanical strength of fabricated samples. It also plays a decisive role in the dimensional stability of the part. Both the roller traverse speed and the printed layer thickness significantly affect the density and quality of the surface finish. Printed aluminum parts are characterized by a relative density in the range of 36% to 50% of the theoretical density and quite high overall porosity, which may be due to the fact that no additional pressure is used in the Binder Jetting technology. The use of properly prepared powder mixtures with the appropriate proportion of coarse to fine powder fractions for the printing process reduces the surface roughness of manufactured parts. Smaller powder particles fill the voids between the larger diameter particles, which promotes obtaining a smoother surface. The degree of densification of the parts is significantly influenced by both the geometric features of the applied powder material,



as well as the selected printing technological parameters and the sintering process cycle. Sintering the manufactured parts in the presence of a medium vacuum contributes to obtaining a higher density compared to the use of a protective atmosphere of argon or hydrogen. The use of high vacuum resulted in the formation of surface and interlayer precipitates in the form of silver-colored spheres while increasing the material heating rate resulted in the propagation of cracks along the applied layers, which ultimately leads to the deformation of the sinters. Based on the obtained research results, it was concluded that obtaining appropriate properties with high surface quality is ensured by the use of fine-grained powders. In this work, the most favorable results were obtained for ALC100 powder printed using a binder saturation level of 80%, a roller traverse speed of 10 mm/s and a layer thickness of 60  $\mu\text{m}$ , which is twice the maximum particle size of the powder.

In addition, to indicate possible applications for parts manufactured using Binder Jetting technology, an attempt was made to print heat sinks with significant application potential in the electronics industry. Aluminum is an excellent conductor, which makes it suitable for use as a material for components used to dissipate heat generated by electronic circuits. The ability of heat sinks to dissipate heat is affected not only by the type of material it is made of but also by the design of the detail. For this purpose, two heat sink models with different numbers and arrangements of fins were designed, printed and compared.

The research conducted within the framework of this work confirms the possibility of the effective use of irregular aluminum powder for manufacturing parts using Binder Jetting technology. It has also been shown that the possibility of using powder with irregular particle morphology allows for a significant reduction in production costs.



## LITERATURA

- [1] H. Jayawardane, I. J. Davies, J. R. Gamage, M. John, and W. K. Biswas, “Sustainability perspectives – a review of additive and subtractive manufacturing,” *Sustain. Manuf. Serv. Econ.*, vol. 2, p. 100015, 2023, doi: 10.1016/j.smse.2023.100015.
- [2] M. Armstrong, H. Mehrabi, and N. Naveed, “An overview of modern metal additive manufacturing technology,” *J. Manuf. Process.*, vol. 84, pp. 1001–1029, 2022, doi: 10.1016/j.jmapro.2022.10.060.
- [3] H. Hegab, N. Khanna, N. Monib, and A. Salem, “Design for sustainable additive manufacturing: A review,” *Sustain. Mater. Technol.*, vol. 35, p. e00576, 2023, doi: 10.1016/j.susmat.2023.e00576.
- [4] C. Gao, S. Wolff, and S. Wang, “Eco-friendly additive manufacturing of metals: Energy efficiency and life cycle analysis,” *J. Manuf. Syst.*, vol. 60, pp. 459–472, 2021, doi: 10.1016/j.jmsy.2021.06.011.
- [5] A. E. O. Daraban *et al.*, “A deep look at metal additive manufacturing recycling and use tools for sustainability performance,” *Sustain.*, vol. 11, no. 19, 2019, doi: 10.3390/su11195494.
- [6] M. Gebler, A. J. M. Schoot Uiterkamp, and C. Visser, “A global sustainability perspective on 3D printing technologies,” *Energy Policy*, vol. 74, no. C, pp. 158–167, 2014, doi: 10.1016/j.enpol.2014.08.033.
- [7] R. Lakshmanan, P. Nyamekye, V. M. Virolainen, and H. Piili, “The convergence of lean management and additive manufacturing: Case of manufacturing industries,” *Clean. Eng. Technol.*, vol. 13, p. 100620, 2023, doi: 10.1016/j.clet.2023.100620.
- [8] A. Wiberg, J. Persson, and J. Ölvander, “Design for additive manufacturing – a review of available design methods and software,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 25, no. 6, pp. 1080–1094, 2019, doi: 10.1108/RPJ-10-2018-0262.
- [9] C. Tan *et al.*, “Review on field assisted metal additive manufacturing,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 189, p. 104032, 2023, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2023.104032.
- [10] A. Gisario, M. Kazarian, F. Martina, and M. Mehrpouya, “Metal additive manufacturing in the commercial aviation industry: A review,” *J. Manuf. Syst.*, vol. 53, pp. 124–149, 2019, doi: 10.1016/j.jmsy.2019.08.005.
- [11] M. Pelanconi *et al.*, “New, 3D binder-jetted carbons with minimal periodic surface structures,” *Carbon N. Y.*, vol. 213, p. 118252, 2023, doi: 10.1016/j.carbon.2023.118252.
- [12] M. Ziaee and N. B. Crane, “Binder jetting: A review of process, materials, and methods,” *Addit. Manuf.*, vol. 28, pp. 781–801, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.05.031.
- [13] A. Mostafaei *et al.*, “Binder jet 3D printing—Process parameters, materials, properties, modeling, and challenges,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 119, p. 100707, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100707.
- [14] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Q. Nguyen, and D. Hui, “Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 143, pp. 172–196, 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.02.012.
- [15] A. Bhatia and A. K. Sehgal, “Additive manufacturing materials, methods and applications: A review,” *Mater. Today Proc.*, May 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.04.379.
- [16] M. Srivastava, S. Rathee, V. Patel, A. Kumar, and P. G. Koppad, “A review of various



- materials for additive manufacturing: Recent trends and processing issues,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 21, pp. 2612–2641, 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.10.015.
- [17] *ASTM F2792-12a: Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies*. 2013. doi: 10.1520/F2792-12A.2.
- [18] C. Fiał and M. Pieknik, “Druk 3D jako technologia przyszłości – część 1,” *Technol. i Jakość Wyr.*, vol. 65, pp. 92–105, 2020.
- [19] T. F. Babuska, B. A. Krick, D. F. Susan, and A. B. Kustas, “Comparison of powder bed fusion and directed energy deposition for tailoring mechanical properties of traditionally brittle alloys,” *Manuf. Lett.*, vol. 28, pp. 30–34, 2021, doi: 10.1016/j.mfglet.2021.02.003.
- [20] S. Rouf *et al.*, “Additive manufacturing technologies: Industrial and medical applications,” *Sustain. Oper. Comput.*, vol. 3, pp. 258–274, 2022, doi: 10.1016/j.susoc.2022.05.001.
- [21] N. Zhao *et al.*, “Direct additive manufacturing of metal parts for automotive applications,” *J. Manuf. Syst.*, vol. 68, pp. 368–375, 2023, doi: 10.1016/j.jmsy.2023.04.008.
- [22] F. Calignano *et al.*, “Overview on additive manufacturing technologies,” *Proc. IEEE*, vol. 105, no. 4, pp. 593–612, 2017, doi: 10.1109/JPROC.2016.2625098.
- [23] T. DebRoy *et al.*, “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 92, pp. 112–224, 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.
- [24] J. A. Gonzalez, J. Mireles, S. W. Stafford, M. A. Perez, C. A. Terrazas, and R. B. Wicker, “Characterization of Inconel 625 fabricated using powder-bed-based additive manufacturing technologies,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 264, pp. 200–210, 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2018.08.031.
- [25] Y. Wang, Z. Xu, D. Wu, and J. Bai, “Current status and prospects of polymer powder 3D printing technologies,” *Materials (Basel)*, vol. 13, no. 10, 2020, doi: 10.3390/ma13102406.
- [26] S. Manotham, S. Channasanon, P. Nanthananon, S. Tanodekaew, and P. Tesavibul, “Photosensitive binder jetting technique for the fabrication of alumina ceramic,” *J. Manuf. Process.*, vol. 62, pp. 313–322, 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2020.12.011.
- [27] Z. Zhou, A. Lennon, F. Buchanan, H. O. McCarthy, and N. Dunne, “Binder jetting additive manufacturing of hydroxyapatite powders: Effects of adhesives on geometrical accuracy and green compressive strength,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101645, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101645.
- [28] D. Lowke, E. Dini, A. Perrot, D. Weger, C. Gehlen, and B. Dillenburger, “Particle-bed 3D printing in concrete construction – Possibilities and challenges,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 112, pp. 50–65, 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2018.05.018.
- [29] S. Borandeh, B. van Bochove, A. Teotia, and J. Seppälä, “Polymeric drug delivery systems by additive manufacturing,” *Adv. Drug Deliv. Rev.*, vol. 173, pp. 349–373, 2021, doi: 10.1016/j.addr.2021.03.022.
- [30] Z. Wang *et al.*, “Innovative color jet 3D printing of levetiracetam personalized paediatric preparations,” *Asian J. Pharm. Sci.*, vol. 16, no. 3, pp. 374–386, 2021, doi: 10.1016/j.ajps.2021.02.003.
- [31] P. Rodríguez-González, A. I. Fernández-Abia, M. A. Castro-Sastre, and J. Barreiro, “Heat treatments for improved quality binder jetted molds for casting aluminum alloys,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101524, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101524.





- [32] T. Pasang *et al.*, “Additive manufacturing of titanium alloys – Enabling re-manufacturing of aerospace and biomedical components,” *Microelectron. Eng.*, vol. 270, p. 111935, 2023, doi: 10.1016/j.mee.2022.111935.
- [33] E. A. Rojas-Nastrucci, J. T. Nussbaum, N. B. Crane, and T. M. Weller, “Ka-Band Characterization of Binder Jetting for 3-D Printing of Metallic Rectangular Waveguide Circuits and Antennas,” *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.*, vol. 65, no. 9, pp. 3099–3108, 2017, doi: 10.1109/TMTT.2017.2730839.
- [34] S. Holland, T. Foster, W. MacNaughtan, and C. Tuck, “Design and characterisation of food grade powders and inks for microstructure control using 3D printing,” *J. Food Eng.*, vol. 220, pp. 12–19, 2018, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2017.06.008.
- [35] J. Ingaglio, J. Fox, C. J. Naito, and P. Bocchini, “Material characteristics of binder jet 3D printed hydrated CSA cement with the addition of fine aggregates,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 206, pp. 494–503, 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.02.065.
- [36] A. Lores, N. Azurmendi, I. Agote, and E. Zuza, “A review on recent developments in binder jetting metal additive manufacturing: materials and process characteristics,” *Powder Metall.*, vol. 62, no. 5, pp. 267–296, 2019, doi: 10.1080/00325899.2019.1669299.
- [37] M. Atapour, X. Wang, M. Persson, I. Odnevall Wallinder, and Y. S. Hedberg, “Corrosion of Binder Jetting Additively Manufactured 316L Stainless Steel of Different Surface Finish,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 167, no. 13, p.131503, 2020, doi: 10.1149/1945-7111/abb6cd.
- [38] P. Nandwana, A. M. Elliott, D. Siddel, A. Merriman, W. H. Peter, and S. S. Babu, “Powder bed binder jet 3D printing of Inconel 718: Densification, microstructural evolution and challenges☆,” *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, vol. 21, no. 4, pp. 207–218, 2017, doi: 10.1016/j.cossms.2016.12.002.
- [39] R. K. Enneti, K. C. Prough, T. A. Wolfe, A. Klein, N. Studley, and J. L. Trasorras, “Sintering of WC-12%Co processed by binder jet 3D printing (BJ3DP) technology,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 71, pp. 28–35, 2017, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2017.10.023.
- [40] X. Lv, F. Ye, L. Cheng, S. Fan, and Y. Liu, “Binder jetting of ceramics: Powders, binders, printing parameters, equipment, and post-treatment,” *Ceram. Int.*, vol. 45, no. 10, pp. 12609–12624, 2019, doi: 10.1016/j.ceramint.2019.04.012.
- [41] W. Du, X. Ren, C. Ma, and Z. Pei, “Binder Jetting Additive Manufacturing of Ceramics: a Literature Review,” in *Proceedings of the ASME 2017 International Mechanical Engineering Congress and Exposition, IMECE2017*, 2017, vol. IMECE2017-, pp. 1–12. [Online]. Available: <http://www.asme.org/about-asme/terms-of-use>
- [42] W. Du, X. Ren, C. Ma, and Z. Pei, “Ceramic binder jetting additive manufacturing: Particle coating for increasing powder sinterability and part strength,” *Mater. Lett.*, vol. 234, pp. 327–330, 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2018.09.118.
- [43] A. Mostafaei, E. T. Hughes, C. Hilla, E. L. Stevens, and M. Chmielus, “Data on the densification during sintering of binder jet printed samples made from water- and gas-atomized alloy 625 powders,” *Data Br.*, vol. 10, pp. 116–121, 2017, doi: 10.1016/j.dib.2016.11.078.
- [44] T. Do, P. Kwon, and C. S. Shin, “Process development toward full-density stainless steel parts with binder jetting printing,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 121, pp. 50–60, 2017, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2017.04.006.
- [45] S. Mirzababaei and S. Pasebani, “A review on binder jet additive manufacturing of 316L



- stainless steel,” *J. Manuf. Mater. Process.*, vol. 3, no. 3, pp. 8–12, 2019, doi: 10.3390/jmmp3030082.
- [46] F. Güngör and N. Ay, “The effect of particle size of body components on the processing parameters of semi transparent porcelain,” *Ceram. Int.*, vol. 44, no. 9, pp. 10611–10620, 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2018.03.086.
- [47] W. J. Sames, F. A. List, S. Pannala, R. R. Dehoff, and S. S. Babu, “The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing,” *Int. Mater. Rev.*, vol. 61, no. 5, pp. 315–360, 2016, doi: 10.1080/09506608.2015.1116649.
- [48] N. N. Kumbhar and A. V. Mulay, “Post Processing Methods used to Improve Surface Finish of Products which are Manufactured by Additive Manufacturing Technologies: A Review,” *J. Inst. Eng. Ser. C*, vol. 99, no. 4, pp. 481–487, 2018, doi: 10.1007/s40032-016-0340-z.
- [49] B. Utela, D. Storti, R. Anderson, and M. Ganter, “A review of process development steps for new material systems in three dimensional printing (3DP),” *J. Manuf. Process.*, vol. 10, no. 2, pp. 96–104, 2008, doi: 10.1016/j.jmappro.2009.03.002.
- [50] Y. Bai, C. Wall, H. Pham, A. Esker, and C. B. Williams, “Characterizing Binder-Powder Interaction in Binder Jetting Additive Manufacturing Via Sessile Drop Goniometry,” *J. Manuf. Sci. Eng. Trans. ASME*, vol. 141, no. 1, 2019, doi: 10.1115/1.4041624.
- [51] S. Bafaluy Ojea, J. Torrents-Barrena, M. T. Pérez-Prado, R. Muñoz Moreno, and F. Sket, “Binder jet green parts microstructure: advanced quantitative analysis,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 23, pp. 3974–3986, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.02.051.
- [52] A. Butscher, M. Bohner, S. Hofmann, L. Gauckler, and R. Müller, “Structural and material approaches to bone tissue engineering in powder-based three-dimensional printing,” *Acta Biomater.*, vol. 7, no. 3, pp. 907–920, 2011, doi: 10.1016/j.actbio.2010.09.039.
- [53] C. Schmutzler, T. H. Stiehl, and M. F. Zaeh, “Empirical process model for shrinkage-induced warpage in 3D printing,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 25, no. 4, pp. 721–727, 2019, doi: 10.1108/RPJ-04-2018-0098.
- [54] K. M. Rahman, A. Wei, H. Miyanaji, and C. B. Williams, “Impact of binder on part densification: Enhancing binder jetting part properties through the fabrication of shelled geometries,” *Addit. Manuf.*, vol. 62, p. 103377, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2022.103377.
- [55] R. K. Enneti and K. C. Prough, “Effect of binder saturation and powder layer thickness on the green strength of the binder jet 3D printing (BJ3DP) WC-12%Co powders,” *Int. J. Refract. Met. Hard Mater.*, vol. 84, p. 104991, 2019, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2019.104991.
- [56] H. Miyanaji, N. Momenzadeh, and L. Yang, “Effect of powder characteristics on parts fabricated via binder jetting process,” *Rapid Prototyp. J.*, vol. 25, no. 2, pp. 332–342, 2019, doi: 10.1108/RPJ-03-2018-0069.
- [57] H. Miyanaji, S. Zhang, and L. Yang, “A new physics-based model for equilibrium saturation determination in binder jetting additive manufacturing process,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 124, pp. 1–11, 2018, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2017.09.001.
- [58] K. Sen, T. Mehta, S. Sansare, L. Sharifi, A. W. K. Ma, and B. Chaudhuri, “Pharmaceutical applications of powder-based binder jet 3D printing process – A review,” *Adv. Drug Deliv. Rev.*, vol. 177, p. 113943, 2021, doi: 10.1016/j.addr.2021.113943.
- [59] N. D. Parab *et al.*, “Real time observation of binder jetting printing process using high-speed X-ray imaging,” *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–10, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-38862-7.



- [60] R. Ravel *et al.*, “Combining experiments and modelling to predict the competition between liquid spreading and impregnation in porous media for Metal Binder Jetting applications,” *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 666, p. 131347, 2023, doi: 10.1016/j.colsurfa.2023.131347.
- [61] S. Shrestha and G. Manogharan, “Optimization of Binder Jetting Using Taguchi Method,” *Jom*, vol. 69, no. 3, pp. 491–497, 2017, doi: 10.1007/s11837-016-2231-4.
- [62] E. J. R. Parteli and T. Pöschel, “Particle-based simulation of powder application in additive manufacturing,” *Powder Technol.*, vol. 288, pp. 96–102, 2016, doi: 10.1016/j.powtec.2015.10.035.
- [63] R. C. Hidalgo, H. J. Herrmann, E. J. R. Parteli, and F. Kun, “Force chains in granular packings,” in *The Physics of Complex Systems*, Proceeding., no. 155, F. Mallamace and H. Stanley, Eds. Amsterdam: IOS Press, 2004, pp. 153–171. doi: 10.3254/978-1-61499-011-6-153.
- [64] H. Miyanaji, N. Momenzadeh, and L. Yang, “Effect of printing speed on quality of printed parts in Binder Jetting Process,” *Addit. Manuf.*, vol. 20, pp. 1–10, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2017.12.008.
- [65] H. Miyanaji and L. Yang, “Equilibrium saturation in binder jetting additive manufacturing processes: Theoretical model vs. Experimental observations,” *Solid Free. Fabr. 2016 Proc. 27th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. - An Addit. Manuf. Conf. SFF 2016*, vol. i, pp. 1945–1959, 2016.
- [66] G. Miao, M. Moghadasi, W. Du, Z. Pei, and C. Ma, “Experimental investigation on the effect of roller traverse and rotation speeds on ceramic binder jetting additive manufacturing,” *J. Manuf. Process.*, vol. 79, pp. 887–894, 2022, doi: 10.1016/j.jmapro.2022.05.039.
- [67] G. Miao, W. Du, Z. Pei, and C. Ma, “A literature review on powder spreading in additive manufacturing,” *Addit. Manuf.*, vol. 58, p. 103029, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.103029.
- [68] W. Nan, M. Pasha, and M. Ghadiri, “Numerical simulation of particle flow and segregation during roller spreading process in additive manufacturing,” *Powder Technol.*, vol. 364, pp. 811–821, 2020, doi: 10.1016/j.powtec.2019.12.023.
- [69] J. Zhang, Y. Tan, T. Bao, Y. Xu, X. Xiao, and S. Jiang, “Discrete element simulation of the effect of roller-spreading parameters on powder-bed density in additive manufacturing,” *Materials (Basel)*, vol. 13, no. 10, 2020, doi: 10.3390/ma13102285.
- [70] M. Moghadasi, G. Miao, M. Li, Z. Pei, and C. Ma, “Combining powder bed compaction and nanopowders to improve density in ceramic binder jetting additive manufacturing,” *Ceram. Int.*, vol. 47, no. 24, pp. 35348–35355, 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.09.077.
- [71] M. Ziaee, R. Hershman, A. Mahmood, and N. B. Crane, “Fabrication of demineralized bone matrix/polycaprolactone composites using large area projection sintering (LAPS),” *J. Manuf. Mater. Process.*, vol. 3, no. 2, 2019, doi: 10.3390/jmmp3020030.
- [72] H. Miyanaji, *Binder jetting additive manufacturing process fundamentals and the resultant influences on part quality*, Paper 3058. Electronic Theses and Dissertations, ThinkIR: The University of Louisville’s Institutional Repository, 2018. doi: 10.18297/etd/3058.
- [73] M. Vaezi and C. K. Chua, “Effects of layer thickness and binder saturation level parameters on 3D printing process,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 53, no. 1–4, pp. 275–284, 2011, doi: 10.1007/s00170-010-2821-1.



- [74] Y. Bai and C. B. Williams, "An exploration of binder jetting of copper," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 21, no. 2, pp. 177–185, 2015, doi: 10.1108/RPJ-12-2014-0180.
- [75] C. Bergmann *et al.*, "3D printing of bone substitute implants using calcium phosphate and bioactive glasses," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 30, no. 12, pp. 2563–2567, 2010, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2010.04.037.
- [76] A. Simchi, "The role of particle size on the laser sintering of iron powder," *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 35, no. 5, pp. 937–948, 2004, doi: 10.1007/s11663-004-0088-3.
- [77] K. Lu and W. T. Reynolds, "3DP process for fine mesh structure printing," *Powder Technol.*, vol. 187, no. 1, pp. 11–18, 2008, doi: 10.1016/j.powtec.2007.12.017.
- [78] B. R. Utela, D. Storti, R. L. Anderson, and M. Ganter, "Development process for custom three-dimensional printing (3DP) material systems," *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 132, no. 1, pp. 0110081–0110089, 2010, doi: 10.1115/1.4000713.
- [79] Z. Zhou, C. A. Mitchell, F. J. Buchanan, and N. J. Dunne, "Effects of Heat Treatment on the Mechanical and Degradation Properties of 3D-Printed Calcium-Sulphate-Based Scaffolds," *ISRN Biomater.*, pp. 1–10, 2013, doi: 10.5402/2013/750720.
- [80] A. Cooke and J. Slotwinski, *Properties of metal powders for additive manufacturing: A review of the state of the art of metal powder property testing*. National Institute of Standards and Technology, 2015. doi: 10.6028/NIST.IR.7873.
- [81] H. Chen and Y. F. Zhao, "Process parameters optimization for improving surface quality and manufacturing accuracy of binder jetting additive manufacturing process," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 22, no. 3, pp. 527–538, 2016, doi: 10.1108/RPJ-11-2014-0149.
- [82] Y. Zhou, Y. Tang, T. Hoff, M. Garon, and F. Y. Zhao, "The Verification of the Mechanical Properties of Binder Jetting Manufactured Parts by Instrumented Indentation Testing," *Procedia Manuf.*, vol. 1, pp. 327–342, 2015, doi: 10.1016/j.promfg.2015.09.038.
- [83] Y. Bai and C. B. Williams, "The effect of inkjetted nanoparticles on metal part properties in binder jetting additive manufacturing," *Nanotechnology*, vol. 29, pp. 0–15, 2018, doi: 10.1088/1361-6528/aad0bb Manuscript.
- [84] M. Salehi, M. Gupta, S. Maleksaeedi, and N. M. L. Sharon, *Inkjet Based 3D Additive Manufacturing of Metals*. Materials Research Forum LLC, 2018.
- [85] M. Vlasea, R. Pilliar, and E. Toyserkani, "Control of structural and mechanical properties in bioceramic bone substitutes via additive manufacturing layer stacking orientation," *Addit. Manuf.*, vol. 6, pp. 30–38, 2015, doi: 10.1016/j.addma.2015.03.001.
- [86] S. Li and S. Cao, "Print parameters influence on parts' quality and calibration with 3DP-part I: Print parameters influence on parts' surface topography," *Adv. Mater. Res.*, vol. 399–401, pp. 1639–1645, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.399-401.1639.
- [87] M. Castilho *et al.*, "Fabrication of computationally designed scaffolds by low temperature 3D printing," *Biofabrication*, vol. 5, no. 3, 2013, doi: 10.1088/1758-5082/5/3/035012.
- [88] M. Asadi-Eydivand, M. Solati-Hashjin, A. Farzad, and N. A. Abu Osman, "Effect of technical parameters on porous structure and strength of 3D printed calcium sulfate prototypes," *Robot. Comput. Integr. Manuf.*, vol. 37, pp. 57–67, 2016, doi: 10.1016/j.rcim.2015.06.005.
- [89] M. Asadi-Eydivand, M. Solati-Hashjin, and N. A. Abu Osman, "Mechanical behavior of calcium sulfate scaffold prototypes built by solid free-form fabrication," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 24, no. 8, pp. 1392–1400, 2018, doi: 10.1108/RPJ-06-2015-0077.



- [90] A. Mostafaei, E. L. Stevens, E. T. Hughes, S. D. Biery, C. Hilla, and M. Chmielus, "Powder bed binder jet printed alloy 625: Densification, microstructure and mechanical properties," *Mater. Des.*, vol. 108, pp. 126–135, 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.06.067.
- [91] L. C. Capozzi, A. Sivo, and E. Bassini, "Powder spreading and spreadability in the additive manufacturing of metallic materials: A critical review," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 308, p. 117706, 2022, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2022.117706.
- [92] A. B. Spierings, M. Voegtlin, T. Bauer, and K. Wegener, "Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing," *Prog. Addit. Manuf.*, vol. 1, no. 1–2, pp. 9–20, 2016, doi: 10.1007/s40964-015-0001-4.
- [93] J. A. Slotwinski, E. J. Garboczi, P. E. Stutzman, C. F. Ferraris, S. S. Watson, and M. A. Peltz, "Characterization of metal powders used for additive manufacturing," *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, vol. 119, pp. 460–493, 2014, doi: 10.6028/jres.119.018.
- [94] R. Freeman, "Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders - A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell," *Powder Technol.*, vol. 174, no. 1–2, pp. 25–33, 2007, doi: 10.1016/j.powtec.2006.10.016.
- [95] M. Güden, E. Çelik, A. Hizal, M. Altindiş, and S. Çetiner, "Effects of compaction pressure and particle shape on the porosity and compression mechanical properties of sintered Ti6Al4V powder compacts for hard tissue implantation," *J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater.*, vol. 85, no. 2, pp. 547–555, 2008, doi: 10.1002/jbm.b.30978.
- [96] S. Haeri, Y. Wang, O. Ghita, and J. Sun, "Discrete element simulation and experimental study of powder spreading process in additive manufacturing," *Powder Technol.*, vol. 306, pp. 45–54, 2017, doi: 10.1016/j.powtec.2016.11.002.
- [97] J. Peter R. Baker, "Three dimensional printing with fine powder," *Massachusetts Inst. Technol.*, 1997.
- [98] A. Butscher *et al.*, "Printability of calcium phosphate powders for three-dimensional printing of tissue engineering scaffolds," *Acta Biomater.*, vol. 8, no. 1, pp. 373–385, 2012, doi: 10.1016/j.actbio.2011.08.027.
- [99] X. Xie and V. M. Puri, "Powder deposition in three parallel-oriented dies of cylindrical and e shapes," *Adv. Powder Technol.*, vol. 23, no. 1, pp. 1–7, 2012, doi: 10.1016/j.appt.2010.11.005.
- [100] T. O. Althaus and E. J. Windhab, "Characterization of wet powder flowability by shear cell measurements and compaction curves," *Powder Technol.*, vol. 215–216, pp. 59–65, 2012, doi: 10.1016/j.powtec.2011.09.007.
- [101] M. I. Zainuddin, M. Yasuda, Y. H. Liu, H. Maruyama, and S. Matsusaka, "Development of vibration shear tube method for powder flowability evaluation," *Powder Technol.*, vol. 217, pp. 548–553, 2012, doi: 10.1016/j.powtec.2011.11.013.
- [102] L. G. Li, H. X. Zhuo, J. Zhu, and A. K. H. Kwan, "Packing density of mortar containing polypropylene, carbon or basalt fibres under dry and wet conditions," *Powder Technol.*, vol. 342, pp. 433–440, 2019, doi: 10.1016/j.powtec.2018.10.005.
- [103] A. Mostafaei, P. Rodriguez De Vecchis, I. Nettleship, and M. Chmielus, "Effect of powder size distribution on densification and microstructural evolution of binder-jet 3D-printed alloy 625," *Mater. Des.*, vol. 162, pp. 375–383, 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2018.11.051.
- [104] K. P. Hapgood, J. D. Litster, S. R. Biggs, and T. Howes, "Drop penetration into porous powder beds," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 253, no. 2, pp. 353–366, 2002, doi: 10.1006/jcis.2002.8527.



- [105] K. Lu, M. Hiser, and W. Wu, “Effect of particle size on three dimensional printed mesh structures,” *Powder Technol.*, vol. 192, no. 2, pp. 178–183, 2009, doi: 10.1016/j.powtec.2008.12.011.
- [106] S. Spath, P. Drescher, and H. Seitz, “Impact of particle size of ceramic granule blends on mechanical strength and porosity of 3D printed scaffolds,” *Materials (Basel)*, vol. 8, no. 8, pp. 4720–4732, 2015, doi: 10.3390/ma8084720.
- [107] J. H. Tan, W. L. E. Wong, and K. W. Dalgarno, “An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process,” *Addit. Manuf.*, vol. 18, pp. 228–255, 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.10.011.
- [108] Q. Chen, E. Juste, M. Lasgorceix, F. Petit, and A. Leriche, “Binder jetting process with ceramic powders: Influence of powder properties and printing parameters,” *Open Ceram.*, vol. 9, p. 100218, 2022, doi: 10.1016/j.oceram.2022.100218.
- [109] Z. Yang, Y. Zhang, and W. Yan, “High-fidelity modeling of binder – powder interactions in binder jetting: Binder flow and powder dynamics,” *Acta Mater.*, vol. 260, 2023.
- [110] C. G. Inkley, J. E. Lawrence, and N. B. Crane, “Impact of controlled prewetting on part formation in binder jet additive manufacturing,” *Addit. Manuf.*, vol. 72, p. 103619, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2023.103619.
- [111] W. Du, M. Li, Z. Pei, and C. Ma, “Roller-compaction-assisted binder jetting with different granulated zirconia powders,” *Manuf. Lett.*, vol. 35, pp. 576–582, 2023, doi: 10.1016/j.mfglet.2023.08.031.
- [112] W. Tillmann, N. F. Lopes Dias, D. Stangier, C. Schaak, and S. Höges, “Coatability of diamond-like carbon on 316L stainless steel printed by binder jetting,” *Addit. Manuf.*, vol. 44, p. 102064, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102064.
- [113] P. D. Enrique, E. Marzbanrad, Y. Mahmoodkhani, Z. Jiao, E. Toyserkani, and N. Y. Zhou, “Surface modification of binder-jet additive manufactured Inconel 625 via electrospark deposition,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 362, pp. 141–149, 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.01.108.
- [114] M. Kwiatkowski, J. Marczyk, P. Putyra, M. Kwiatkowski, S. Przybyła, and M. Hebda, “Influence of Alumina Grade on Sintering Properties and Possible Application in Binder Jetting Additive Technology,” *Materials (Basel)*, vol. 16, no. 10, 2023, doi: 10.3390/ma16103853.
- [115] M. Kwon *et al.*, “Optimization of inorganic powder properties for manufacturing ceramic filter using binder jetting process,” *Addit. Manuf.*, vol. 70, p. 103564, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2023.103564.
- [116] H. Elsayed, F. Gobbin, M. Picicco, A. Italiano, and P. Colombo, “Additive manufacturing of inorganic components using a geopolymer and binder jetting,” *Addit. Manuf.*, vol. 56, p. 102909, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102909.
- [117] P.-J. Chiang, K. P. Davidson, J. M. Wheeler, A. Ong, K. Erickson, and M. Seita, “Site-specific alloying through binder jet 3D printing,” *Mater. Des.*, vol. 235, p. 112384, 2023, doi: 10.1016/j.matdes.2023.112384.
- [118] F. Wang, X. Cui, Q. Yang, H. Song, and D. Li, “Fabrication and posttreatment for inorganic binder jetting sand molds for casting,” *Addit. Manuf.*, vol. 73, p. 103690, 2023, doi: 10.1016/j.addma.2023.103690.
- [119] J. P. Kelly *et al.*, “Binder jet additive manufacturing of ceramic heat exchangers for concentrating solar power applications with thermal energy storage in molten chlorides,” *Addit. Manuf.*, vol. 56, p. 102937, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102937.



- [120] K. Kreft, Z. Lavrič, T. Stanić, P. Perhavec, and R. Dreu, “Influence of the Binder Jetting Process Parameters and Binder Liquid Composition on the Relevant Attributes of 3D-Printed Tablets,” *Pharmaceutics*, vol. 14, no. 8, pp. 1–21, 2022, doi: 10.3390/pharmaceutics14081568.
- [121] Y. Wang, A. Müllertz, and J. Rantanen, “Structured approach for designing drug-loaded solid products by binder jetting 3D printing,” *Eur. J. Pharm. Sci.*, vol. 178, p. 106280, 2022, doi: 10.1016/j.ejps.2022.106280.
- [122] “International Aluminium Institute. Global Aluminium Cycle,” 2023. <https://alucycle.international-aluminium.org/public-access/>
- [123] J. L. Cann *et al.*, “Sustainability through alloy design: Challenges and opportunities,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 117, p. 100722, 2021, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100722.
- [124] D. Raabe *et al.*, “Making sustainable aluminum by recycling scrap: The science of ‘dirty’ alloys,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 128, 2022, doi: 10.1016/j.pmatsci.2022.100947.
- [125] M. E. Schlesinger, *Aluminum Recycling*. 2013. doi: 10.1201/b16192-7.
- [126] M. Bertram *et al.*, “A regionally-linked, dynamic material flow modelling tool for rolled, extruded and cast aluminium products,” *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 125, pp. 48–69, 2017, doi: 10.1016/j.resconrec.2017.05.014.
- [127] K. Liu *et al.*, “Location dependence of microstructure and mechanical properties of Cu-Al alloy fabricated by dual wire CMT,” *Mater. Res. Express*, vol. 6, no. 12, p. 126567, 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab583e.
- [128] A. Kumar Sinha, S. Pramanik, and K. P. Yagati, “Research progress in arc based additive manufacturing of aluminium alloys – A review,” *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 200, no. July, p. 111672, 2022, doi: 10.1016/j.measurement.2022.111672.
- [129] M. Aamir, K. Giasin, M. Tolouei-Rad, and A. Vafadar, “A review: drilling performance and hole quality of aluminium alloys for aerospace applications,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 9, no. 6, pp. 12484–12500, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.09.003.
- [130] A. Azarniya, A. K. Taheri, and K. K. Taheri, “Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective,” *J. Alloys Compd.*, vol. 781, pp. 945–983, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.11.286.
- [131] M. Zanchini, D. Longhi, S. Mantovani, F. Puglisi, and M. Giacalone, “Fatigue and failure analysis of aluminium and composite automotive wheel rims: Experimental and numerical investigation,” *Eng. Fail. Anal.*, vol. 146, p. 107064, 2023, doi: 10.1016/j.engfailanal.2023.107064.
- [132] W. Guan, G. Gao, J. Li, and Y. Yu, “Crushing analysis and multi-objective optimization of a cutting aluminium tube absorber for railway vehicles under quasi-static loading,” *Thin-Walled Struct.*, vol. 123, pp. 395–408, 2018, doi: 10.1016/j.tws.2017.11.031.
- [133] O. F. Hosseinabadi and M. R. Khedmati, “A review on ultimate strength of aluminium structural elements and systems for marine applications,” *Ocean Eng.*, vol. 232, p. 109153, 2021, doi: 10.1016/j.oceaneng.2021.109153.
- [134] A. Ćirović, A. Ćirović, D. Nikolić, A. Ivanovski, and P. Ivanovski, “The adjuvant aluminum fate – Metabolic tale based on the basics of chemistry and biochemistry,” *J. Trace Elem. Med. Biol.*, vol. 68, pp. 1–5, 2021, doi: 10.1016/j.jtemb.2021.126822.
- [135] Y. J. Choi, K. Ryu, H. L. Lee, and S. J. Moon, “Influence of current density on constant current electric field enhanced aluminum induced crystallization of amorphous silicon thin films,” *Thin Solid Films*, vol. 779, p. 139919, 2023, doi: 10.1016/j.tsf.2023.139919.



- [136] N. T. Aboulkhair, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, and R. Hague, "3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 106, p. 100578, 2019, doi: 10.1016/j.pmatsci.2019.100578.
- [137] Z. Zhu *et al.*, "Recent progress on the additive manufacturing of aluminum alloys and aluminum matrix composites: Microstructure, properties, and applications," *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 190, p. 104047, 2023, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2023.104047.
- [138] P. Ashwath, M. A. Xavior, A. Batako, P. Jeyapandiarajan, and J. Joel, "Selective laser melting of Al–Si–10Mg alloy: microstructural studies and mechanical properties assessment," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 17, pp. 2249–2258, 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.01.135.
- [139] H. Hyer *et al.*, "Composition-dependent solidification cracking of aluminum-silicon alloys during laser powder bed fusion," *Acta Mater.*, vol. 208, p. 116698, 2021, doi: 10.1016/j.actamat.2021.116698.
- [140] C. L. Cramer, A. M. Elliott, J. O. Kiggans, B. Haberl, and D. C. Anderson, "Processing of complex-shaped collimators made via binder jet additive manufacturing of B4C and pressureless melt infiltration of Al," *Mater. Des.*, vol. 180, p. 107956, 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2019.107956.
- [141] S. Li *et al.*, "Fabrication of 3D-SiC/aluminum alloy interpenetrating composites by DIW and pressureless infiltration," *Ceram. Int.*, 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.05.147.
- [142] "<https://www.exone.com/en-US/Ford-and-ExOne-Achieve-Scientific-Breakthrough>." <https://www.exone.com/en-US/Ford-and-ExOne-Achieve-Scientific-Breakthrough>
- [143] M. Millogo, S. Bernard, and P. Gillard, "Combustion characteristics of pure aluminum and aluminum alloys powders," *J. Loss Prev. Process Ind.*, vol. 68, 2020, doi: 10.1016/j.jlp.2020.104270.
- [144] Q. Li, K. Wang, Y. Zheng, X. Mei, and B. Lin, "Explosion severity of micro-sized aluminum dust and its flame propagation properties in 20 L spherical vessel," *Powder Technol.*, vol. 301, pp. 1299–1308, 2016, doi: 10.1016/j.powtec.2016.08.012.
- [145] J. Zhang, P. Xu, L. Sun, W. Zhang, and J. Jin, "Factors influencing and a statistical method for describing dust explosion parameters: A review," *J. Loss Prev. Process Ind.*, vol. 56, pp. 386–401, 2018, doi: 10.1016/j.jlp.2018.09.005.
- [146] J. Zhang, L. Sun, T. Sun, and H. Zhou, "Study on explosion risk of aluminum powder under different dispersions," *J. Loss Prev. Process Ind.*, vol. 64, p. 104042, 2020, doi: 10.1016/j.jlp.2019.104042.
- [147] J. H. Martin *et al.*, "Grain refinement mechanisms in additively manufactured nano-functionalized aluminum," *Acta Mater.*, vol. 200, pp. 1022–1037, 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.09.043.
- [148] H. Yang *et al.*, "Defects control of aluminum alloys and their composites fabricated via laser powder bed fusion: A review," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 319, p. 118064, 2023, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2023.118064.
- [149] T. Gu, B. Chen, C. Tan, and J. Feng, "Microstructure evolution and mechanical properties of laser additive manufacturing of high strength Al-Cu-Mg alloy," *Opt. Laser Technol.*, vol. 112, no. November 2018, pp. 140–150, 2019, doi: 10.1016/j.optlastec.2018.11.008.
- [150] J. Marczyk, K. Ostrowska, and M. Hebda, "Influence of binder jet 3D printing process parameters from irregular feedstock powder on final properties of Al parts," *Adv. Powder Technol.*, vol. 33, no. 11, p. 103768, 2022, doi: 10.1016/j.apt.2022.103768.





- [151] J. Marczyk and M. Hebda, “Effect of the Particle Size Distribution of Irregular Al Powder on Properties of Parts for Electronics Fabricated by Binder Jetting,” *Electronics*, vol. 12, no. 12, p. 2733, 2023, doi: 10.3390/electronics12122733.
- [152] S. Y. Zhou, Y. Su, H. Wang, J. Enz, T. Ebel, and M. Yan, “Selective laser melting additive manufacturing of 7xxx series Al-Zn-Mg-Cu alloy: Cracking elimination by co-incorporation of Si and TiB<sub>2</sub>,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101458.
- [153] The ExOne Company, “Safety Data Sheet, BA005 (7100037CL, 7110015) Aqueous Binder, US-QA-ST-001, Rev.2,” 2018.
- [154] J. A. Gonzalez, J. Mireles, Y. Lin, and R. B. Wicker, “Characterization of ceramic components fabricated using binder jetting additive manufacturing technology,” *Ceram. Int.*, vol. 42, no. 9, pp. 10559–10564, 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.03.079.
- [155] S. Huang, C. Ye, H. Zhao, and Z. Fan, “Additive manufacturing of thin alumina ceramic cores using binder-jetting,” *Addit. Manuf.*, vol. 29, p. 100802, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100802.
- [156] M. Mariani, R. Beltrami, P. Brusa, C. Galassi, R. Ardito, and N. Lecis, “3D printing of fine alumina powders by binder jetting,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 41, no. 10, pp. 5307–5315, 2021, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2021.04.006.
- [157] W. Du, X. Ren, Z. Pei, and C. Ma, “Ceramic Binder Jetting Additive Manufacturing: A Literature Review on Density,” *J. Manuf. Sci. Eng. Trans. ASME*, vol. 142, no. 4, pp. 1–19, 2020, doi: 10.1115/1.4046248.
- [158] B. Charmas, *Zastosowanie metod termicznych i kalorymetrycznych do badania wybranych układów porowatych*. Lublin: Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie, 2015.
- [159] B. Charmas and J. Skubiszewska-Zięba, “Application of differential scanning calorimetry to study porous structure of hydrothermally modified silicas,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 129, no. 1, pp. 23–32, 2017, doi: 10.1007/s10973-017-6126-6.
- [160] L. Wojnar, K. J. Kurzydłowski, and J. Szala, *Praktyka analizy obrazu*. Polskie Towarzystwo Stereologiczne, WIMiM AGH, Kraków, 2002.
- [161] I. Koutiri, E. Pessard, P. Peyre, O. Amlou, and T. De Terris, “Influence of SLM process parameters on the surface finish, porosity rate and fatigue behavior of as-built Inconel 625 parts,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 255, pp. 536–546, 2018, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2017.12.043.
- [162] A. Thompson, N. Senin, C. Giusca, and R. Leach, “Topography of selectively laser melted surfaces: A comparison of different measurement methods,” *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 66, no. 1, pp. 543–546, 2017, doi: 10.1016/j.cirp.2017.04.075.
- [163] Z. Zhu, S. Lou, and C. Majewski, “Characterisation and correlation of areal surface texture with processing parameters and porosity of High Speed Sintered parts,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101402, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101402.
- [164] M. Merola, A. Ruggiero, J. S. De Mattia, and S. Affatato, “On the tribological behavior of retrieved hip femoral heads affected by metallic debris. A comparative investigation by stylus and optical profilometer for a new roughness measurement protocol,” *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 90, pp. 365–371, 2016, doi: 10.1016/j.measurement.2016.05.003.
- [165] W. Grzesik, “Wpływ topografii powierzchni na właściwości eksploatacyjne części maszyn,” *Mechanik*, no. 8–9, pp. 587–593, 2015, doi: 10.17814/mechanik.2015.8-9.493.
- [166] “ISO 4287 - Geometrical Product Specification (GPS) - Surface Texture: Profile Method



- Terms, Definitions and Surface Texture Parameters,” 2009. <https://landingpage.bsigroup.com/LandingPage/Standard?UPI=00000000030167230>
- [167] S. Lee, B. Rasoolian, D. F. Silva, J. W. Pegues, and N. Shamsaei, “Surface roughness parameter and modeling for fatigue behavior of additive manufactured parts: A non-destructive data-driven approach,” *Addit. Manuf.*, vol. 46, p. 102094, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102094.
- [168] L. Newton *et al.*, “Areal topography measurement of metal additive surfaces using focus variation microscopy,” *Addit. Manuf.*, vol. 25, pp. 365–389, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2018.11.013.
- [169] E. S. Gadelmawla, M. M. Koura, T. M. A. Maksoud, I. M. Elwa, and H. H. Soliman, “Roughness parameters,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 123, pp. 133–145, 2002, doi: 10.1016/S0924-0136(02)00060-2.
- [170] A. Townsend, N. Senin, L. Blunt, R. K. Leach, and J. S. Taylor, “Surface texture metrology for metal additive manufacturing: a review,” *Precis. Eng.*, vol. 46, pp. 34–47, 2016, doi: 10.1016/j.precisioneng.2016.06.001.
- [171] R. Leach, *Characterisation of areal surface texture*, vol. 9783642364. 2013. doi: 10.1007/978-3-642-36458-7.
- [172] N. Bulaha and J. Rudzitis, “Calculation Possibilities of 3D Parameters for Surfaces with Irregular Roughness,” *Latv. J. Phys. Tech. Sci.*, vol. 55, no. 4, pp. 70–79, 2018, doi: 10.2478/lpts-2018-0030.
- [173] M. D. Abràmoff, P. J. Magalhães, and S. J. Ram, “Image Processing with ImageJ,” *Biophotonics Int.*, vol. 11, no. 7, pp. 36–43, 2005.
- [174] J. Stec, J. Tarasiuk, S. Wroński, P. Kubica, J. Tomala, and R. Filipek, “Investigation of molten metal infiltration into micropore carbon refractory materials using x-ray computed tomography,” *Materials (Basel)*, vol. 14, no. 12, pp. 1–14, 2021, doi: 10.3390/ma14123148.
- [175] “Innovent+TM 3D Material Printing System,” vol. 01. The ExOne Company, North Huntingdon, PA, p. 167, 2018.
- [176] A. Mostafaei, S. H. V. R. Neelapu, C. Kisailus, L. M. Nath, T. D. B. Jacobs, and M. Chmielus, “Characterizing surface finish and fatigue behavior in binder-jet 3D-printed nickel-based superalloy 625,” *Addit. Manuf.*, vol. 24, pp. 200–209, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.09.012.
- [177] A. Mostafaei, P. Rodriguez De Vecchis, E. L. Stevens, and M. Chmielus, “Sintering regimes and resulting microstructure and properties of binder jet 3D printed Ni-Mn-Ga magnetic shape memory alloys,” *Acta Mater.*, vol. 154, pp. 355–364, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.05.047.
- [178] A. Yegyan Kumar, Y. Bai, A. Eklund, and C. B. Williams, “The effects of Hot Isostatic Pressing on parts fabricated by binder jetting additive manufacturing,” *Addit. Manuf.*, vol. 24, pp. 115–124, 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.09.021.
- [179] H. Miyajima, K. M. Rahman, M. Da, and C. B. Williams, “Effect of fine powder particles on quality of binder jetting parts,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101587, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101587.
- [180] A. T. Sutton, C. S. Kriewall, M. C. Leu, and J. W. Newkirk, “Powders for additive manufacturing processes: Characterization techniques and effects on part properties,” *Proc. 27th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp. - An Addit. Manuf. Conf. SFF 2016*, pp. 1004–1030, 2016.



- [181] D. Gilmer *et al.*, “An in-situ crosslinking binder for binder jet additive manufacturing,” *Addit. Manuf.*, vol. 35, p. 101341, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101341.
- [182] A. Butscher, M. Bohner, N. Doebelin, L. Galea, O. Loeffel, and R. Müller, “Moisture based three-dimensional printing of calcium phosphate structures for scaffold engineering,” *Acta Biomater.*, vol. 9, no. 2, pp. 5369–5378, 2013, doi: 10.1016/j.actbio.2012.10.009.
- [183] H. Miyanaji, M. Orth, J. M. Akbar, and L. Yang, “Process development for green part printing using binder jetting additive manufacturing,” *Front. Mech. Eng.*, vol. 13, no. 4, pp. 504–512, 2018, doi: 10.1007/s11465-018-0508-8.
- [184] H. Miyanaji, S. Zhang, A. Lassell, A. Zandinejad, and L. Yang, “Process Development of Porcelain Ceramic Material with Binder Jetting Process for Dental Applications,” *Jom*, vol. 68, no. 3, pp. 831–841, 2016, doi: 10.1007/s11837-015-1771-3.
- [185] M. Li, X. Wei, Z. Pei, and C. Ma, “Binder jetting additive manufacturing: observations of compaction-induced powder bed surface defects,” *Manuf. Lett.*, vol. 28, pp. 50–53, 2021, doi: 10.1016/j.mfglet.2021.04.003.
- [186] J. Zhang, N. Amini, D. A. V. Morton, and K. P. Hapgood, “Binder jetting of well-controlled powder agglomerates for breakage studies,” *Adv. Powder Technol.*, vol. 32, no. 1, pp. 19–29, 2021, doi: 10.1016/j.apt.2020.11.012.
- [187] A. Antic, J. Zhang, N. Amini, D. A. V. Morton, and K. P. Hapgood, “Screening pharmaceutical excipient powders for use in commercial 3D binder jetting printers,” *Adv. Powder Technol.*, vol. 32, no. 7, pp. 2469–2483, 2021, doi: 10.1016/j.apt.2021.05.014.
- [188] Y. Mao, J. Li, W. Li, D. Cai, and Q. Wei, “Binder jetting additive manufacturing of 316L stainless-steel green parts with high strength and low binder content: Binder preparation and process optimization,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 291, p. 117020, 2021, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2020.117020.
- [189] Q. Chen *et al.*, “A study on biosafety of HAP ceramic prepared by SLA-3D printing technology directly,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 98, pp. 327–335, 2019, doi: 10.1016/j.jmbbm.2019.06.031.
- [190] F. Farivar, P. Lay Yap, R. U. Karunagaran, and D. Losic, “Thermogravimetric Analysis (TGA) of Graphene Materials: Effect of Particle Size of Graphene, Graphene Oxide and Graphite on Thermal Parameters,” *C*, vol. 7, no. 2, p. 41, 2021, doi: 10.3390/c7020041.
- [191] M. Wu, J. Jin, C. Cai, J. Shi, X. Xing, and J. Cai, “Effects of impregnation combined heat treatment on the pyrolysis behavior of poplar wood,” *PLoS One*, vol. 15, no. 3, pp. 1–15, 2020, doi: 10.1371/journal.pone.0229907.
- [192] R. K. Mishra, M. Misra, and A. K. Mohanty, “Value-Added Bio-carbon Production through the Slow Pyrolysis of Waste Bio-oil: Fundamental Studies on Their Structure-Property-Processing Co-relation,” *ACS Omega*, vol. 7, no. 2, pp. 1612–1627, 2022, doi: 10.1021/acsomega.1c01743.
- [193] M. Chen *et al.*, “Effect of exogenous softwood on thermal decomposition of reconstituted tobacco sheet,” *J. Therm. Anal. Calorim.*, vol. 117, no. 2, pp. 893–900, 2014, doi: 10.1007/s10973-014-3832-1.
- [194] C. Bo *et al.*, “Cardanol derived P, Si and N based precursors to develop flame retardant phenolic foam,” *Sci. Rep.*, vol. 10, no. 1, pp. 1–13, 2020, doi: 10.1038/s41598-020-68910-6.
- [195] Y. Bai, G. Wagner, and C. B. Williams, “Effect of particle size distribution on powder packing and sintering in binder jetting additive manufacturing of metals,” *J. Manuf. Sci.*



- Eng. Trans. ASME*, vol. 139, no. 8, pp. 1–6, 2017, doi: 10.1115/1.4036640.
- [196] H. Cho, J. M. Park, J. Rho, and S. J. Park, “Warping of Powder Injection Molded Copper Structure,” *Met. Mater. Int.*, vol. 27, no. 5, pp. 1131–1137, 2019, doi: 10.1007/s12540-019-00492-z.
- [197] J. H. Dudas and C. B. Thompson, “Improved Sintering Procedures for Aluminum P/M Parts,” *Mod. Dev. Powder Metall.*, pp. 19–36, 1971, doi: 10.1007/978-1-4615-8963-1\_2.
- [198] A. Mostafaei, P. R. De Vecchis, A. K. Katerina, D. Elhassid, and M. Chmielus, “Effect of binder saturation and drying time on microstructure and resulting properties of sinter-HIP binder-jet 3D-printed WC-Co composites,” *Addit. Manuf.*, vol. 46, p. 102128, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102128.
- [199] Y. Wang and Y. F. Zhao, “Investigation of Sintering Shrinkage in Binder Jetting Additive Manufacturing Process,” *Procedia Manuf.*, vol. 10, pp. 779–790, 2017, doi: 10.1016/j.promfg.2017.07.077.
- [200] D. M. Solis, A. V. Silva, N. Volpato, and L. F. Berti, “Reaction-bonding of aluminum oxide processed by binder jetting,” *J. Manuf. Process.*, vol. 41, pp. 267–272, 2019, doi: 10.1016/j.jmapro.2019.04.008.
- [201] A. Farzadi, M. Solati-Hashjin, M. Asadi-Eydivand, and N. A. A. Osman, “Effect of layer thickness and printing orientation on mechanical properties and dimensional accuracy of 3D printed porous samples for bone tissue engineering,” *PLoS One*, vol. 9, no. 9, pp. 1–14, 2014, doi: 10.1371/journal.pone.0108252.
- [202] H. Miyanaji, D. Ma, M. A. Atwater, K. A. Darling, V. H. Hammond, and C. B. Williams, “Binder jetting additive manufacturing of copper foam structures,” *Addit. Manuf.*, vol. 32, no. July 2019, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2019.100960.
- [203] A. Kumar, Y. Bai, A. Eklund, and C. B. Williams, “Effects of Hot Isostatic Pressing on Copper Parts Fabricated via Binder Jetting,” *Procedia Manuf.*, vol. 10, pp. 935–944, 2017, doi: 10.1016/j.promfg.2017.07.084.
- [204] M. Zago, N. F. M. Lecis, M. Vedani, and I. Cristofolini, “Dimensional and geometrical precision of parts produced by binder jetting process as affected by the anisotropic shrinkage on sintering,” *Addit. Manuf.*, vol. 43, p. 102007, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102007.
- [205] M. Hotta, A. Shimamura, N. Kondo, and T. Ohji, “Powder layer manufacturing of alumina ceramics using water spray bonding,” *J. Ceram. Soc. Japan*, vol. 124, no. 6, pp. 750–752, 2016, doi: 10.2109/jcersj2.16041.
- [206] C. Zheng, A. Mostafaei, P. R. de Vecchis, I. Nettleship, and M. Chmielus, “Microstructure evolution for isothermal sintering of binder jet 3D printed alloy 625 above and below the solidus temperature,” *Addit. Manuf.*, vol. 47, p. 102276, 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102276.
- [207] N. Lecis *et al.*, “Effects of process parameters, debinding and sintering on the microstructure of 316L stainless steel produced by binder jetting,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 828, p. 142108, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2021.142108.
- [208] S. M. Gaytan *et al.*, “Fabrication of barium titanate by binder jetting additive manufacturing technology,” *Ceram. Int.*, vol. 41, no. 5, pp. 6610–6619, 2015, doi: 10.1016/j.ceramint.2015.01.108.
- [209] G. B. Schaffer, B. J. Hall, S. J. Bonner, S. H. Huo, and T. B. Sercombe, “The effect of the atmosphere and the role of pore filling on the sintering of aluminium,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 1, pp. 131–138, 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.08.032.



- [210] R. Frykholm, Y. Takeda, B. G. Andersson, and R. Carlstrom, "Solid state sintered 3-D printing component by using inkjet (binder) method," *Funtai Oyobi Fummatsu Yakin/Journal Japan Soc. Powder Powder Metall.*, vol. 63, no. 7, pp. 421–426, 2016, doi: 10.2497/jjspm.63.421.
- [211] H. Dębecka and M. Hebda, "Influence of powder particles shape and size on the sintered austenitic stainless steel," *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, vol. 58, no. 1, pp. 85–101, 2019, doi: 10.1504/IJMPT.2019.096932.
- [212] F. Liang *et al.*, "Pore Structure in Shale Tested by Low Pressure N<sub>2</sub> Adsorption Experiments: Mechanism, Geological Control and Application," *Energies*, vol. 15, no. 13, 2022, doi: 10.3390/en15134875.
- [213] C. Sangwichien, G. L. Aranovich, and M. D. Donohue, "Density functional theory predictions of adsorption isotherms with hysteresis loops," *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 206, no. 1–3, pp. 313–320, 2002, doi: 10.1016/S0927-7757(02)00048-1.
- [214] M. Muttakin, S. Mitra, K. Thu, K. Ito, and B. B. Saha, "Theoretical framework to evaluate minimum desorption temperature for IUPAC classified adsorption isotherms," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 122, pp. 795–805, 2018, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.01.107.
- [215] S. B. Bhosale *et al.*, "Development of binder-free , amorphous nickel vanadate cathodes by SILAR method for hybrid supercapacitors: Exploiting surface area by monitoring growth rate," *J. Energy Storage*, vol. 72, p. 108417, 2023, doi: 10.1016/j.est.2023.108417.
- [216] M. Iza, S. Woerly, C. Danumah, S. Kaliaguine, and M. Bousmina, "Determination of pore size distribution for mesoporous materials and polymeric gels by means of DSC measurements: Thermoporometry," *Polymer (Guildf.)*, vol. 41, no. 15, pp. 5885–5893, 2000, doi: 10.1016/S0032-3861(99)00776-4.
- [217] B. Charnas, K. Kucio, V. Sydoruk, S. Khalameida, M. Zięzio, and A. Nowicka, "Characterization of multimodal silicas using TG/DTG/DTA, Q-TG, and DSC methods," *Colloids and Interfaces*, vol. 3, no. 1, 2018, doi: 10.3390/colloids3010006.
- [218] B. Whip, L. Sheridan, and J. Gockel, "The effect of primary processing parameters on surface roughness in laser powder bed additive manufacturing," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 103, no. 9–12, pp. 4411–4422, 2019, doi: 10.1007/s00170-019-03716-z.
- [219] W. Liao, Y. Luo, and T. Chen, "Thermal-hydraulic performance analysis of outward convex corrugated tubes based on skewness and kurtosis," *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 165, p. 106970, 2021, doi: 10.1016/j.ijthermalsci.2021.106970.
- [220] A. T. Sidambe, "Three dimensional surface topography characterization of the electron beam melted Ti6Al4V," *Met. Powder Rep.*, vol. 72, no. 3, pp. 200–205, 2017, doi: 10.1016/j.mprp.2017.02.003.
- [221] M. Hebda, *Spiekana niskostopowa stal Astaloy CrL o podwyższonych właściwościach mechanicznych modyfikowana krzemem i węglem*, Mechanika., no. ISSN 0860-097X. Kraków: Politechnika Krakowska, 2016.
- [222] Y. Bai, G. Wagner, and C. B. Williams, "Effect of bimodal powder mixture on powder packing density and sintered density in binder jetting of metals," in *Proceedings of the 2015 International Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, TX, USA, 10–12 August 2015; The University of Texas at Austin: Austin, Texas, USA*, 2015, pp. 758–771.
- [223] J. Zheng, W. B. Carlson, and J. S. Reed, "The packing density of binary powder mixtures," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 15, no. 5, pp. 479–483, 1995, doi: 10.1016/0955-2219(95)00001-B.



- [224] N. N. Mahmud, F. 'Atiqah Abdul Azam, M. I. Ramli, F. M. Foudzi, K. Ameyama, and A. B. Sulong, "Rheological properties of irregular-shaped titanium-hydroxyapatite bimodal powder composite moulded by powder injection moulding," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 11, pp. 2255–2264, 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.02.016.
- [225] H. Ö. Gülsoy, N. Gülsoy, and R. Calişici, "Particle morphology influence on mechanical and biocompatibility properties of injection molded Ti alloy powder," *Biomed. Mater. Eng.*, vol. 24, no. 5, pp. 1861–1873, 2014, doi: 10.3233/BME-140996.
- [226] G. Wypych, "3.2.3 - Metal powders – Aluminum powder," in *Databook of Antistatics*, Toronto, ON, Canada: ChemTec Publishing, 2014, pp. 288–298. doi: <https://doi.org/10.1016/C2012-0-06181-9>.
- [227] Z. Yan, S. Hara, and N. Shikazono, "Effect of powder morphology on the microstructural characteristics of La<sub>0.6</sub>Sr<sub>0.4</sub>Co<sub>0.2</sub>Fe<sub>0.8</sub>O<sub>3</sub> cathode: A Kinetic Monte Carlo investigation," *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 42, no. 17, pp. 12601–12614, 2017, doi: 10.1016/j.ijhydene.2017.03.136.
- [228] M. Hebda, M. Nykiel, and A. Szewczyk-Nykiel, *Inżynieria spieków metalicznych i kompozytów*. Kraków: Politechnika Krakowska, 2013.
- [229] S. Kumar and A. Vedrtnam, "Experimental and numerical study on effect of constrained groove pressing on mechanical behaviour and morphology of aluminium and copper," *J. Manuf. Process.*, vol. 67, pp. 478–486, 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2021.05.008.
- [230] S. Wu *et al.*, "Study on powder particle behavior in powder spreading with discrete element method and its critical implications for binder jetting additive manufacturing processes," *Virtual Phys. Prototyp.*, vol. 18, no. 1, pp. 1–26, 2023, doi: 10.1080/17452759.2022.2158877.
- [231] R. Onler, A. S. Koca, B. Kirim, and E. Soylemez, "Multi-objective optimization of binder jet additive manufacturing of Co-Cr-Mo using machine learning," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 119, no. 1–2, pp. 1091–1108, 2022, doi: 10.1007/s00170-021-08183-z.
- [232] C. S. Shin *et al.*, "A comparative study on mechanical properties of fully dense 420 stainless steel parts produced by modified binder jet printing," *Mater. Des.*, vol. 224, p. 111343, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.111343.
- [233] J. Cai, B. Zhang, and X. Qu, "Microstructure evolution and mechanical behavior of SS316L alloy fabricated by a non-toxic and low residue binder jetting process," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 616, p. 156589, 2023, doi: 10.1016/j.apsusc.2023.156589.
- [234] M. Jamalkhani *et al.*, "Deciphering microstructure-defect-property relationships of vacuum-sintered binder jetted fine 316 L austenitic stainless steel powder," *Addit. Manuf.*, vol. 59, p. 103133, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.103133.
- [235] S. Sadeghi Borujeni, A. Shad, K. Abburi Venkata, N. Günther, and V. Ploshikhin, "Numerical simulation of shrinkage and deformation during sintering in metal binder jetting with experimental validation," *Mater. Des.*, vol. 216, p. 110490, 2022, doi: 10.1016/j.matdes.2022.110490.
- [236] Y. Mao *et al.*, "Effect of sintering temperature on binder jetting additively manufactured stainless steel 316L: densification, microstructure evolution and mechanical properties," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 22, pp. 2720–2735, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.12.096.
- [237] M. Yang, M. K. Keshavarz, M. Vlasea, A. Molavi-Kakhki, and M. Laher, "Supersolidus liquid phase sintering of water-atomized low-alloy steel in binder jetting additive manufacturing," *Heliyon*, vol. 9, no. 3, p. e13882, 2023, doi: 10.1016/j.heliyon.2023.e13882.



- [238] A. Yegyan Kumar, J. Wang, Y. Bai, S. T. Huxtable, and C. B. Williams, “Impacts of process-induced porosity on material properties of copper made by binder jetting additive manufacturing,” *Mater. Des.*, vol. 182, p. 108001, 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2019.108001.
- [239] D. S. Devadasan, M. A. Baker, and J. F. Watts, “Quantitative atomic force microscopy: A statistical treatment of high-speed AFM data for quality control applications,” *Ultramicroscopy*, vol. 239, p. 113546, 2022, doi: 10.1016/j.ultramic.2022.113546.
- [240] M. Niemczewska-Wójcik, M. Madej, J. Kowalczyk, and K. Piotrowska, “A comparative study of the surface topography in dry and wet turning using the confocal and interferometric modes,” *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 204, 2022, doi: 10.1016/j.measurement.2022.112144.
- [241] T. Colton, C. Inkley, A. Berry, and N. B. Crane, “Impact of inkjet printing parameters and environmental conditions on formation of 2D and 3D binder jetting geometries,” *J. Manuf. Process.*, vol. 71, pp. 187–196, 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2021.09.024.
- [242] T. Dahmen, C. G. Klingaa, S. Baier-Stegmaier, A. Lapina, D. B. Pedersen, and J. H. Hattel, “Characterization of channels made by laser powder bed fusion and binder jetting using X-ray CT and image analysis,” *Addit. Manuf.*, vol. 36, p. 101445, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101445.
- [243] D. Walczak, J. B. Krolczyk, R. Chudy, M. K. Gupta, C. Pruncu, and G. M. Krolczyk, “Role of optical measurement systems in analysing the surface topography of an industry standard component,” *Optik (Stuttg.)*, vol. 283, p. 170919, 2023, doi: 10.1016/j.ijleo.2023.170919.
- [244] S. Gądek, M. Hebda, and J. Kazior, “Advantage of dilatometric research in industry presented for ferritic stainless steel AISI 434L powder,” *Tech. Trans. Mech.*, vol. 109, no. 26, pp. 77–87, 2012.
- [245] B. Kozub, J. Kazior, and A. Szewczyk-Nykiel, “Sintering kinetics of austenitic stainless steel AISI 316L modified with nanographite particles with highly developed BET specific surface area,” *Materials (Basel)*, vol. 13, no. 20, pp. 1–21, 2020, doi: 10.3390/ma13204569.
- [246] M. Skaloń, M. Hebda, B. Schrode, R. Resel, J. Kazior, and C. Sommitsch, “In Situ Formation of TiB<sub>2</sub> in Fe-B System with Titanium Addition and Its Influence on Phase Composition, Sintering Process and Mechanical Properties,” *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 24, 2019, doi: 10.3390/MA12244188.
- [247] M. Salehi, K. X. Kuah, J. H. Ho, S. X. Zhang, H. L. Seet, and M. L. S. Nai, “Towards Binder Jetting and Sintering of AZ91 Magnesium Powder,” *Crystals*, vol. 13, no. 2, pp. 1–17, 2023, doi: 10.3390/cryst13020286.
- [248] N. H. Naqiuddin, L. H. Saw, M. C. Yew, M. K. Yew, and F. Yusof, “Numerical study of the geometrically graded micro-channel heat sink for high heat flux application,” *Energy Procedia*, vol. 142, pp. 4016–4021, 2017, doi: 10.1016/j.egypro.2017.12.319.
- [249] *ISO 14040: Environmental management — Life cycle assessment — Principles and framework*. International Organization for Standardization, 1998.
- [250] B. S. Linke, G. J. Corman, D. A. Dornfeld, and S. Tönissen, “Sustainability indicators for discrete manufacturing processes applied to grinding technology,” *J. Manuf. Syst.*, vol. 32, no. 4, pp. 556–563, 2013, doi: 10.1016/j.jmsy.2013.05.005.
- [251] S. Meteyer, X. Xu, N. Perry, and Y. F. Zhao, “Energy and material flow analysis of binder-jetting additive manufacturing processes,” *Procedia CIRP*, vol. 15, pp. 19–25, 2014, doi: 10.1016/j.procir.2014.06.030.



- 
- [252] Y. Tang, K. Mak, and Y. F. Zhao, “A framework to reduce product environmental impact through design optimization for additive manufacturing,” *J. Clean. Prod.*, vol. 137, pp. 1560–1572, 2016, doi: 10.1016/j.jclepro.2016.06.037.
- [253] *USTAWA z dnia 27 października 2022 r. o środkach nadzwyczajnych mających na celu ograniczenie wysokości cen energii elektrycznej oraz wsparciu niektórych odbiorców w 2023 roku.* 2022, pp. 1–27.
- [254] “<https://www.exone.com/en-US/Resources/News/ExOne-Announces-Exclusive-New-CleanFuse-Binder-for>,” *dostęp: 14.09.2023 r.*
- [255] “[https://www.exone.com/en-US/Resources/News/ExOne\\_Fraunhofer\\_IFAM\\_Deepen\\_Relationship\\_Material](https://www.exone.com/en-US/Resources/News/ExOne_Fraunhofer_IFAM_Deepen_Relationship_Material),” *dostęp: 14.09.2023 r.*
- [256] T. Huu Pham, M. Adamowska, P. Da Costa, J.-M. Cormier, and A. Khacef, “Pulsed DBD - Catalyst Hybrid Reactor for Environmental Clean-Up: Vocs Oxidation in Air At Low Temperature,” in *20th International Conference on Gas Discharges and their Applications*, 2014, pp. 1–4.
- [257] T. Y. Chan, M. S. Chuang, and S. T. Lin, “Injection moulding of oxide reduced copper powders,” *Powder Metall.*, vol. 48, no. 2, pp. 129–133, 2005, doi: 10.1179/003258905X37710.





## SPIS RYSUNKÓW

<b>Rysunek 1.</b> Klasyfikacja metod wytwarzania przyrostowego (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [17], [20]).....	13
<b>Rysunek 2.</b> Schemat procesu drukowania w technologii Binder Jetting: (1) przygotowanie surowców, (2) osadzanie oraz zagęszczanie proszku na złożu proszkowym, (3) selektywne nanoszenie ciekłego spoiwa, (4) ogrzewanie warstwy proszku i spoiwa, (5) budowa detalu poprzez powtórzenie kroków 2-4, (6) wygrzewanie, (7) odseparowywanie części od niezwiązanego proszku, (8) spiekanie, (9) gotowy wyrób (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [11], [26], [36]).....	15
<b>Rysunek 3.</b> Schemat penetracji kropli spoiwa w złożu proszkowym (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [2]) .....	18
<b>Rysunek 4.</b> Schemat obrazujący kierunek obrotu rolki względem kierunku jej przesuwu: (a) przeciwbieżny, (b) współbieżny (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [67])....	20
<b>Rysunek 5.</b> Wpływ grubości warstwy na rozdzielczość wymiarową w przypadku, gdy grubość warstwy jest (a) mniejsza lub (b) większa niż wielkość cząstek proszku (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [13]) .....	22
<b>Rysunek 6.</b> Diagram Ishikawy obrazujący parametry wpływające na właściwości proszków (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [92]).....	24
<b>Rysunek 7.</b> Publikacje naukowe oryginalne oraz przeglądowe dotyczące wytwarzania przyrostowego Al i jego stopów (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [137]) .	29
<b>Rysunek 8.</b> Uproszczony schemat obiektu badań w ramach etapu pierwszego obejmującego analizę wpływu parametrów druku na właściwości części wytwarzanych metodą Binder Jetting .....	36
<b>Rysunek 9.</b> Uproszczony schemat obiektu badań w ramach etapu drugiego obejmującego analizę wpływu rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na właściwości części wytwarzanych metodą Binder Jetting .....	37
<b>Rysunek 10.</b> Uproszczony schemat obiektu badań w ramach etapu trzeciego obejmującego analizę wpływu warunków procesu spiekania na właściwości części wytwarzanych z nieregularnego proszku aluminium metodą Binder Jetting.....	39
<b>Rysunek 11.</b> Fotografie SEM cząstek proszku bazowego aluminium o oznaczeniu ALC100 wykonane przy powiększeniu: (a) 500×, oraz (b) 1000×.....	40
<b>Rysunek 12.</b> Fotografie SEM cząstek proszku bazowego aluminium o oznaczeniu AL160 wykonane przy powiększeniu: (a) 500×, oraz (b) 1000×.....	41
<b>Rysunek 13.</b> Profil temperaturowy spiekania próbek drukowanych metodą Binder Jetting.....	43
<b>Rysunek 14.</b> Schemat modelu drukowanego w technologii Binder Jetting, na którym płaszczyznę XY oznaczono kolorem czerwonym, XZ – żółtym i YZ - zielonym.....	48



<b>Rysunek 15.</b> Zestaw sit zasobnika drukarki Innovent+ o oznaczeniach S1, S2, S3 i S4 (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [175]).....	51
<b>Rysunek 16.</b> Reprezentatywny widok próbek wydrukowanych z proszku ALC100 przy zmiennym poziomie nasycenia spoiwem, od lewej: 15%, 25%, 35%, 45%, 55%, 65%, 75%, 80%, 85%, 95% i 100%; stałej prędkości przesuwu rolki równej 10 mm/s i grubości warstwy 60 $\mu\text{m}$ .....	57
<b>Rysunek 17.</b> Reprezentatywny widok próbek wydrukowanych w proszku ALC100 przy zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej, od lewej: 10 mm/s, 50 mm/s i 110 mm/s, stałym nasyceniu spoiwem wynoszącym 55% i grubości warstwy 60 $\mu\text{m}$ .....	57
<b>Rysunek 18.</b> Reprezentatywny widok próbek wydrukowanych z proszku ALC100 przy zmiennej grubości warstwy, od lewej: 30 $\mu\text{m}$ , 60 $\mu\text{m}$ i 90 $\mu\text{m}$ , stałym nasyceniu spoiwem wynoszącym 55% i prędkości przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s.....	58
<b>Rysunek 19.</b> Reprezentatywny widok powierzchni bocznej (YZ) próbek wydrukowanych z proszku ALC100 przy grubości warstwy wynoszącej: (a) 30 $\mu\text{m}$ , (b) 60 $\mu\text{m}$ i (c) 90 $\mu\text{m}$ .....	58
<b>Rysunek 20.</b> Krzywe TG i DTG próbek drukowanych z zastosowaniem spoiwa na bazie wody oraz proszku (a) ALC100 poddanych analizie przed i po wygrzewaniu w temperaturze 200°C, oraz (b) ALC100 i AL160 poddanych analizie po wygrzewaniu w temperaturze 200°C.....	59
<b>Rysunek 21.</b> Widma FT-IR produktów gazowych wydzielonych z próbki drukowanej z zastosowaniem spoiwa na bazie wody i proszku ALC100 poddane analizie przed wygrzewaniem w temperaturze 200°C, gdzie: (a) trójwymiarowe widmo FT-IR w funkcji temperatury, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 67,2°C, 152,0°C oraz 433,5°C .....	62
<b>Rysunek 22.</b> Widma FT-IR produktów gazowych wydzielonych z próbki drukowanej z zastosowaniem spoiwa na bazie wody i proszku ALC100 poddane analizie po wygrzaniu w temperaturze 200°C, gdzie: (a) trójwymiarowe widmo FT-IR w funkcji temperatury, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 75,4°C oraz 421,6°C .....	62
<b>Rysunek 23.</b> Widma FT-IR produktów gazowych wydzielonych z próbki drukowanej z zastosowaniem spoiwa na bazie wody i proszku AL160 poddane analizie po wygrzaniu w temperaturze 200°C, gdzie: (a) trójwymiarowe widmo FT-IR w funkcji temperatury, (b) dwuwymiarowe widma TG-FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 62,6°C oraz 431,1°C .....	63
<b>Rysunek 24.</b> Reprezentatywne mikrografie próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60 $\mu\text{m}$ , spiekanych w: (a) próżni, (b) argonie i (c) wodorze.....	69



<b>Rysunek 25.</b> Dyfraktogramy próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60 μm, spiekanych w próżni, argonie i wodorze .....	70
<b>Rysunek 26.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia, (b) prędkości przesuwu rolki i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie drukowania oraz wygrzewania .....	71
<b>Rysunek 27.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w próżni (obliczone w odniesieniu do wymiarów uzyskanych po procesie drukowania) .....	73
<b>Rysunek 28.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w atmosferze argonu (obliczone w odniesieniu do wymiarów po procesie drukowania).....	74
<b>Rysunek 29.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w wodorze (obliczone w odniesieniu do wymiarów po procesie drukowania) .....	75
<b>Rysunek 30.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w próżni (obliczone w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD).....	77
<b>Rysunek 31.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po spiekaniu w atmosferze argonu (obliczone w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD).....	78
<b>Rysunek 32.</b> Wpływ (a) poziomu nasyceniu spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na zmiany wymiarowe i gęstość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w wodorze (obliczone w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD) .....	79
<b>Rysunek 33.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na gęstość względną próbek z proszku ALC100 po procesie drukowania oraz spiekania.....	81
<b>Rysunek 34.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po wygrzewaniu, przed procesem spiekania .....	83
<b>Rysunek 35.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po spiekaniu w próżni .....	84
<b>Rysunek 36.</b> Wpływ (a) poziomu nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w atmosferze argonu .....	85



<b>Rysunek 37.</b> Wpływ (a) poziomego nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej i (c) grubości warstwy na porowatość próbek z proszku ALC100 po procesie spiekania w atmosferze wodoru .....	86
<b>Rysunek 38.</b> Izotermy adsorpcji i desorpcji azotu dla spieków z proszku ALC100 wytworzonych przy zmiennym: (a) nasyceniu spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej, (c) grubości warstwy oraz (d) atmosferze spiekania .....	92
<b>Rysunek 39.</b> Zmiany strumienia ciepła zarejestrowane podczas procesu krystalizacji oraz topnienia wody zawartej wewnątrz porowatości spieku wykonanego z proszku ALC100 .....	94
<b>Rysunek 40.</b> Zależność pomiędzy temperaturą a zmianami promienia porów przy zastosowaniu wody jako środka wypełniającego porowatość spieku .....	95
<b>Rysunek 41.</b> Krzywe rozkładu wielkości porów uzyskane z metody termoporometrii i BJH... ..	95
<b>Rysunek 42.</b> Wpływ (a-b) poziomego nasycenia spoiwem, (c-d) prędkości przesuwu rolki obrotowej, (e-f) grubości warstwy i (g-h) atmosfery spiekania na chropowatość powierzchni; gdzie: powierzchnia górna oznacza płaszczyznę XY, a powierzchnia boczna płaszczyznę YZ ..	96
<b>Rysunek 43.</b> Wytrzymałość na ściskanie spiekanych próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennym: (a) poziomie nasycenia spoiwem, (b) prędkości przesuwu rolki obrotowej, (c) grubości warstwy, oraz (d) atmosferze spiekania. Siłę ścisającą przykładano w kierunku równoległym (niebieskie słupki na wykresach) oraz prostopadłym (zielone słupki na wykresach) względem kierunku drukowania części .....	103
<b>Rysunek 44.</b> Widok spiekanych próbek wykonanych z proszku ALC100 po przeprowadzonej próbie ściskania, podczas której siła ścisająca skierowana była: (a) równolegle, oraz (b) prostopadle do kierunku drukowania obiektu .....	104
<b>Rysunek 45.</b> Kompozycje proszkowe utworzone z poszczególnych frakcji proszku aluminium w udziałach 73:27% mas. oraz proszki bazowe ALC100 i AL160 .....	107
<b>Rysunek 46.</b> Histogramy rozkładu wielkości cząstek dla proszków: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$ , (d) 70 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$ , (e) AL160:ALC100, (f) AL160 .....	108
<b>Rysunek 47.</b> Morfologia cząstek proszków bazowych oraz mieszanek proszkowych: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$ , (d) 70 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$ , (e) AL160:ALC100, (f) AL160 .....	110
<b>Rysunek 48.</b> Powierzchnia właściwa BET nieregularnych aluminiowych proszków bazowych oraz przygotowanych mieszanek proszkowych .....	111
<b>Rysunek 49.</b> Dyfraktogramy rentgenowskiej analizy fazowej utworzonych mieszanek proszkowych .....	112
<b>Rysunek 50.</b> Widok próbek drukowanych z proszku AL160 przy zmiennej grubości warstwy, od lewej: 60 $\mu\text{m}$ , 90 $\mu\text{m}$ , 120 $\mu\text{m}$ , 150 $\mu\text{m}$ , 180 $\mu\text{m}$ , 200 $\mu\text{m}$ i 240 $\mu\text{m}$ , stałej saturacji wynoszącej 80% i prędkości przesuwu rolki obrotowej równej 10 mm/s.....	114
<b>Rysunek 51.</b> Wpływ grubości warstwy na gęstość i porowatość spieków z proszku AL160..	114



<b>Rysunek 52.</b> Wpływ poziomu saturacji na gęstość spiekanych próbek wytwarzanych z proszku ALC100 i AL160 .....	115
<b>Rysunek 53.</b> Widok próbek wydrukowanych z mieszanek proszkowych przy stałych parametrach druku: poziom nasycenia spoiwem – 80%, prędkość przesuwu rolki obrotowej – 10 mm/s oraz grubość warstwy – 120 $\mu\text{m}$ .....	115
<b>Rysunek 54.</b> Mikrostruktura próbek wydrukowanych z mieszanek proszku Al: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$ , (d) 70 $\mu\text{m}$ :20 $\mu\text{m}$ , (e) AL160:ALC100 oraz (f) AL160; proszki z wariantów (b) – (e) zmieszano w stosunku masowym 73:27 .....	116
<b>Rysunek 55.</b> Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na zmiany wymiarowe części (a) drukowanych - obliczonych w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD, (b) spiekanych - obliczonych w odniesieniu do wymiarów uzyskanych po procesie drukowania, oraz (c) spiekanych - obliczonych w odniesieniu do wymiarów nominalnych modelu CAD ..	118
<b>Rysunek 56.</b> Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na gęstość względną próbek po procesie drukowania oraz spiekania.....	119
<b>Rysunek 57.</b> Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na porowatość części: (a) drukowanych oraz (b) spiekanych .....	121
<b>Rysunek 58.</b> Izotermy adsorpcji i desorpcji azotu spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek .....	124
<b>Rysunek 59.</b> Wpływ rozkładu wielkości cząstek proszku aluminium na chropowatość powierzchni spieków: (a) górną (płaszczyzna XY) oraz (b) boczną (płaszczyzna YZ) .....	126
<b>Rysunek 60.</b> Schemat wyznaczania zmian wymiarowych na poszczególnych etapach procesu spiekania, gdzie odcinek: A – rozszerzalność cieplna (pęcznienie) podczas etapu nagrzewania, B – skurcz podczas etapu nagrzewania, C – skurcz podczas etapu izotermicznego spiekania, D - skurcz podczas etapu chłodzenia, E – skurcz całkowity.....	130
<b>Rysunek 61.</b> Krzywe dylatometryczne wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek .....	130
<b>Rysunek 62.</b> Kinetyka procesu spiekania wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek .....	132
<b>Rysunek 63.</b> Wpływ grubości warstwy proszku ALC100:AL160 na: (a) geometrię, oraz (b) gęstość i porowatość części.....	133
<b>Rysunek 64.</b> Wpływ rozkładu wielkości cząstek mieszanki proszkowej na gęstość i porowatość części drukowanych przy grubości warstwy wynoszącej (a) 60 $\mu\text{m}$ , oraz (b) 120 $\mu\text{m}$ .....	133
<b>Rysunek 65.</b> Wpływ (a) średniej ( $2 \times 10^{-3}$ mbar) oraz (b) wysokiej ( $10^{-6}$ mbar) próżni na geometrię spiekanych części z proszku bazowego AL160. Profil temperaturowy spiekania zaprezentowano na Rysunku 13.....	135



<b>Rysunek 66.</b> Widok części wydrukowanych z proszku AL160 i spieczonych zgodnie z profilem temperaturowym zaprezentowanym na Rysunku 13 z szybkością nagrzewania wynoszącą: (a) 1°C/min, oraz (b) 10°C/min .....	136
<b>Rysunek 67.</b> Widok próbek wydrukowanych z proszku AL160 i spiekanych w temperaturze wynoszącej: (a) 560°C, (b) 580°C, (c) 600°C, oraz (d) 620°C. Profil temperaturowy spiekania zaprezentowano na Rysunku 13.....	136
<b>Rysunek 68.</b> Zdjęcia mikroskopowe próbek wydrukowanych z mieszanek proszku: (a) ALC100, (b) ALC100:AL160, (c) 50 µm:20 µm, (d) 70 µm:20 µm, (e) AL160:ALC100 oraz (f) AL160; gdzie warianty mieszanek (b) – (e) utworzono w stosunku masowym 73:27, a następnie spiekanych w wysokiej próżni w temperaturze 580°C .....	137
<b>Rysunek 69.</b> Zdjęcia mikroskopowe wydruków mieszanek proszku aluminium utworzonych w stosunku masowym 73:27 gdzie: (a) 70 µm:20 µm, (b) AL160:ALC100, oraz (c) AL160 wygrzewanych w powietrzu w temperaturze 450°C, a następnie spiekanych w wysokiej próżni w temperaturze 580°C.....	138
<b>Rysunek 70.</b> Trójwymiarowe wizualizacje: (a) próbki po procesie drukowania, oraz próbek spiekanych w temperaturze 620°C przy szybkości nagrzewania 1°C/min w próżni: (b) średniej ( $2 \times 10^{-3}$ mbar), oraz (c) wysokiej ( $10^{-6}$ mbar).....	138
<b>Rysunek 71.</b> Trójwymiarowe wizualizacje: (a) próbki po procesie drukowania, oraz próbek spiekanych w wysokiej próżni przy szybkości nagrzewania: (b) 1°C/min, (c) 10°C/min.....	138
<b>Rysunek 72.</b> Trójwymiarowe wizualizacje: (a) próbki po procesie drukowania, oraz próbek spiekanych w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar), przy szybkości nagrzewania 1°C/min, w temperaturze: (b) 580°C, oraz (c) 620°C .....	139
<b>Rysunek 73.</b> Przekroje próbki wydrukowanej w technologii Binder Jetting przed procesem spiekania, wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ .....	139
<b>Rysunek 74.</b> Przekroje próbki spiekanej w średniej próżni ( $2 \times 10^{-3}$ mbar), w temperaturze 620°C przy szybkości nagrzewania 1°C/min, wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ .....	139
<b>Rysunek 75.</b> Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar), w temperaturze 580°C przy szybkości nagrzewania 1°C/min, wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ .....	140
<b>Rysunek 76.</b> Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar), w temperaturze 620°C przy szybkości nagrzewania 1°C/min, wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ .....	140
<b>Rysunek 77.</b> Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar), w temperaturze 620°C przy szybkości nagrzewania 10°C/min, wykonane w płaszczyźnie: (a) XY, (b) YZ oraz (c) XZ .....	140



<b>Rysunek 78.</b> Trójwymiarowe wizualizacje rozkładu wydzielen w objętości próbek poddanych spiekaniu w temperaturze 620°C w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar) przy zastosowaniu szybkości nagrzewania: (a) 1°C/min, oraz (b) 10°C/min .....	141
<b>Rysunek 79.</b> Reprezentatywne przekroje próbki spiekanej przy szybkości nagrzewania 10°C/min obrazujące wydzielenia powstałe: (a) pomiędzy warstwami, (b) w centralnej części próbki...	142
<b>Rysunek 80.</b> Trójwymiarowe wizualizacje rozkładu nieciągłości powstałych w objętości próbek spiekanych w temperaturze 620°C w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar) przy szybkości nagrzewania: (a) 1°C/min oraz (b) 10°C/min.....	142
<b>Rysunek 81.</b> Trójwymiarowe wizualizacje rozkładu wydzielen dla próbek spiekanych w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar) przy szybkości nagrzewania 1°C/min, w temperaturze: (a) 580°C i (b) 620°C.....	143
<b>Rysunek 82.</b> Przekroje próbki spiekanej w wysokiej próżni ( $10^{-6}$ mbar) w temperaturze 620°C dla płaszczyzn: (a) XY, (b) YZ, oraz (c) XZ przedstawiające rozkład nieciągłości obecnych w materiale.....	143
<b>Rysunek 83.</b> Rysunek techniczny radiatorów o żeberkach w ilości: (a) 7, oraz (b) 28 sztuk ..	146
<b>Rysunek 84.</b> Zdjęcia drukowanych z nieregularnego proszku aluminium radiatorów o żeberkach w ilości: (a) 7 i (b) 28 sztuk .....	146
<b>Rysunek 85.</b> Zobrazowanie za pomocą mikroskopu optycznego fragmenty radiatorów o zróżnicowanym kształcie i wymiarach żeberek wynoszących: (a) 26 mm × 5 mm × 2 mm oraz (b) 5 mm × 5 mm × 2 mm, wydrukowanych z nieregularnego proszku aluminium.....	147
<b>Rysunek 86.</b> Rozkład temperatury w radiatorze o żeberkach w ilości: (a) 7 i (b) 28 sztuk .....	147
<b>Rysunek 87.</b> Krzywe TG i DTG próbek z proszku ALC100 wytworzonych z zastosowaniem spoiwa CleanFuse™ analizowanych: 1) przed wygrzewaniem oraz 2) po wygrzaniu w temperaturze 200°C.....	158
<b>Rysunek 88.</b> Widma FT-IR gazów wydzielonych podczas degradacji termicznej próbki wydrukowanej z nieregularnego proszku aluminium ze spoiwem CleanFuse™ przed procesem wygrzewania, gdzie (a) trójwymiarowe widmo FT-IR, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 79,7°C, 176,9°C, 301,6°C oraz 372,5°C.....	160
<b>Rysunek 89.</b> Widma FT-IR gazów wydzielonych podczas degradacji termicznej próbki wydrukowanej z nieregularnego proszku aluminium ze spoiwem CleanFuse™ po procesie wygrzewania w 200°C, gdzie (a) trójwymiarowe widmo FT-IR, (b) dwuwymiarowe widma FT-IR dla produktów gazowych w temperaturach 86,8°C oraz 347,9°C .....	160
<b>Rysunek 90.</b> Wpływ rodzaju środka wiążącego na gęstość i porowatość wydruków z nieregularnego proszku aluminium.....	161



## SPIS TABEL

<b>Tabela 1.</b> Wykaz materiałów stosowanych w ramach procesów wytwarzania przyrostowego (opracowanie własne na podstawie pozycji literatury [22]).....	13
<b>Tabela 2.</b> Rozkład wielkości cząstek bazowych proszków aluminium.....	40
<b>Tabela 3.</b> Skład chemiczny bazowych proszków aluminium.....	40
<b>Tabela 4.</b> Właściwości wodnego środka wiążącego BA005 [153] .....	41
<b>Tabela 5.</b> Zestawienie porównawcze ilustrujące wpływ doboru odpowiedniego sita na równomierność rozprowadzania proszku ALC100 na powierzchni stołu roboczego .....	53
<b>Tabela 6.</b> Zestawienie porównawcze ilustrujące zależność doboru odpowiedniego sita na równomierność rozprowadzania proszku AL160 na powierzchni stołu roboczego.....	54
<b>Tabela 7.</b> Wykaz parametrów druku z proszku ALC100, według których wytwarzano kolejne warianty próbek.....	56
<b>Tabela 8.</b> Charakterystyczne wartości odczytane z krzywych TG i DTG zaprezentowanych na Rysunku 20 .....	61
<b>Tabela 9.</b> Zakresy liczb falowych odpowiadające produktom gazowym [191].....	63
<b>Tabela 10.</b> Morfologia reprezentatywnych powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) spiekanych próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy zmiennym poziomie nasycenia spoiwem (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7) .....	65
<b>Tabela 11.</b> Morfologia reprezentatywnych powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) spiekanych próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7).....	66
<b>Tabela 12.</b> Morfologia reprezentatywnych powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) spiekanych próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy zmiennej grubości warstwy (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7) .....	67
<b>Tabela 13.</b> Morfologia powierzchni górnych (XY) i bocznych (YZ) próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60 $\mu$ m, spiekanych w atmosferze argonu, wodorze lub próżni .....	68
<b>Tabela 14.</b> Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennego poziomu nasycenia spoiwem.....	87
<b>Tabela 15.</b> Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej .....	88





<b>Tabela 16.</b> Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennej grubości warstwy .....	89
<b>Tabela 17.</b> Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne spieków wykonanych z proszku ALC100, na podstawie których określona została porowatość oraz geometryczne cechy jej kształtu w zależności od zmiennej atmosfery spiekania.....	90
<b>Tabela 18.</b> Wyniki pomiaru porowatości oraz geometrycznych cech jej kształtu uzyskane dla spieków wykonanych z proszku ALC100, określone za pomocą metod analizy obrazu.....	91
<b>Tabela 19.</b> Wartości parametrów teksturalnych spieków z proszku ALC100 wytworzonych w zależności od zastosowanego nasycenia spoiwem, prędkości przesuwu rolki obrotowej, grubości warstwy oraz atmosfery spiekania.....	93
<b>Tabela 20.</b> Parametry tekstury powierzchni próbek z proszku ALC100 wytworzonych przy zmiennej: saturacji, prędkości przesuwu rolki, grubości warstwy oraz atmosferze spiekania ...	98
<b>Tabela 21.</b> Topografie powierzchni próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennej saturacji .....	99
<b>Tabela 22.</b> Topografie powierzchni próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennej prędkości przesuwu rolki obrotowej (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7) .....	100
<b>Tabela 23.</b> Topografie powierzchni próbek wytworzonych z proszku ALC100 przy zmiennej grubości warstwy (wykaz pozostałych parametrów drukowania zaprezentowano w Tabeli 7)	101
<b>Tabela 24.</b> Topografie powierzchni próbek z proszku ALC100 wydrukowanych przy stałych parametrach: poziom nasycenia 55%, prędkość przesuwu rolki obrotowej 10 mm/s, grubość warstwy 60 $\mu\text{m}$ , spiekanych w przy zmiennej atmosferze ochronnej.....	102
<b>Tabela 25.</b> Parametry charakteryzujące rozkład wielkości cząstek proszków aluminium zastosowanych do utworzenia mieszanek proszkowych.....	106
<b>Tabela 26.</b> Parametry charakteryzujące rozkład wielkości cząstek mieszanek oraz bazowych proszków aluminium.....	109
<b>Tabela 27.</b> Gęstość nasypowa nieregularnych aluminiowych proszków bazowych oraz przygotowanych mieszanek proszkowych.....	112
<b>Tabela 28.</b> Reprezentatywne obrazy cyfrowe i binarne, na podstawie których określono porowatość spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek.....	122
<b>Tabela 29.</b> Wyniki pomiaru porowatości próbek wykonanych z mieszanek proszkowych, wyznaczone z zastosowaniem metod analizy obrazu .....	123
<b>Tabela 30.</b> Analiza parametrów teksturalnych spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek.....	125



---

<b>Tabela 31.</b> Topografie powierzchni XY i YZ spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium .....	128
<b>Tabela 32.</b> Parametry tekstury powierzchni spieków wykonanych z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek .....	129
<b>Tabela 33.</b> Zmiany wymiarowe podczas procesu spiekania wydruków z mieszanek proszku aluminium o różnych rozkładach wielkości cząstek .....	131
<b>Tabela 34.</b> Udział objętościowy wydzieleni i nieciągłości obecnych w próbkach nagrzewanych z różną szybkością do temperatury izotermicznego spiekania 620°C i przy zastosowaniu wysokiej próżni .....	141
<b>Tabela 35.</b> Udział objętościowy wydzieleni i nieciągłości obecnych w próbkach spiekanych w wysokiej próżni w różnych temperaturach, nagrzewanych z szybkością 1°C/min.....	143
<b>Tabela 36.</b> Skład chemiczny osnowy i wydzieleni powstałych na powierzchni spiekanych części, zaprezentowanych w podrozdziale 7.3.1. ....	144
<b>Tabela 37.</b> Zużycie energii wyrażone w kWh na poszczególnych etapach wytwarzania 60 szt. części o wymiarach 10 × 10 × 10 mm w technologii Binder Jetting .....	153
<b>Tabela 38.</b> Koszty związane ze zużyciem energii oraz materiałów na poszczególnych etapach wytwarzania 60 szt. części o wymiarach 10 × 10 × 10 mm w technologii Binder Jetting .....	154
<b>Tabela 39.</b> Porównanie kosztów zużycia materiałów podczas produkcji części o wymiarach 10 × 10 × 10 mm z proszku aluminium o zbliżonym rozkładzie wielkości cząstek i nieregularnym oraz sferoidalnym kształcie na przykładzie próbki ALC100 drukowanej przy saturacji wynoszącej 80%, prędkości przesuwu rolki 10 mm/s i grubości warstwy równiej 60 μm .....	155
<b>Tabela 40.</b> Wartości temperatur i zmian masy odczytane w charakterystycznych punktach krzywych TG i DTG dla próbek drukowanych z nieregularnego proszku aluminium przy zastosowaniu spoiwa CleanFuse™ .....	159
<b>Tabela 41.</b> Zakresy liczb falowych odpowiadające produktom gazowym [191], [256] .....	161



## WYKAZ DOROBKU NAUKOWEGO

### *Publikacje naukowe związane z tematyką rozprawy doktorskiej:*

1. Joanna Marczyk, Marek Hebda  
*Effect of the particle size distribution of irregular Al powder on properties of parts for electronics fabricated by Binder Jetting*. Electronics 2023, 12(12), 2733;  
<https://doi.org/10.3390/electronics12122733> (IF: 2,9).
2. Joanna Marczyk, Ksenia Ostrowska, Marek Hebda  
*Influence of binder jet 3D printing process parameters from irregular feedstock powder on final properties of Al parts*. Advanced Powder Technology 2022, 33(11), 103768;  
<https://doi.org/10.1016/j.apr.2022.103768> (IF: 5,2).

### *Pozostałe publikacje naukowe:*

3. Maciej Kwiatkowski, Joanna Marczyk, Piotr Putyra, Michał Kwiatkowski, Szymon Przybyła, Marek Hebda  
*Influence of alumina grade on sintering properties and possible application in Binder Jetting additive technology*. Materials 2023, 16(10), 3853; <https://doi.org/10.3390/ma16103853> (IF: 3,4).
4. Celina Ziejewska, Agnieszka Grela, Michał Łach, Joanna Marczyk, Natalia Hordyńska, Magdalena Szechyńska-Hebda, Marek Hebda  
*Eco-friendly zeolites for innovative purification of water from cationic dye and heavy metal ions*. Journal of Cleaner Production 2023, 406(20), 136947;  
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.136947> (IF: 11,1).
5. Michał Łach, Kinga Pławecka, Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Maria Hebdowska-Krupa, Marek Nykiel, Marek Hebda, Krzysztof Miernik, Dariusz Mierziński, Kinga Korniejenko, Janusz Mikuła, Krzysztof Smoroń  
*Use of diatomite from Polish fields in sustainable development as a sorbent for petroleum substances*. Journal of Cleaner Production 2023, 389(20), 136100;  
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.136100> (IF: 11,1).
6. Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Kinga Korniejenko, Michał Łach, Witold Marzec, Mateusz Góra, Paweł Dziura, Andina Sprince, Magdalena Szechyńska-Hebda, Marek Hebda  
*Properties of 3D printed concrete-geopolymer hybrids reinforced with aramid roving*. Materials 2022, 15(17), 6132; <https://doi.org/10.3390/ma15176132> (IF: 3,4).
7. Izabela Kurek, Emilia Florek, Weronika Gozdur, Celina Ziejewska, Joanna Marczyk, Michał Łach, Kinga Korniejenko, Patrycja Duży, Marta Choińska, Magdalena Szechyńska-Hebda, Marek Hebda  
*Foamed eco-geopolymer modified by perlite and cellulose as a construction material for energy-efficient buildings*. Energies 2022, 15(12), 4297; <https://doi.org/10.3390/en15124297> (IF: 3,2).



8. Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Kinga Pławecka, Agnieszka Bąk, Michał Łach, Kinga Korniejenko, Izabela Hager, Janusz Mikuła, Wei-Ting Lin, Marek Hebda  
*Optimizing the L/S ratio in geopolymers for the production of large-size elements with 3D printing technology*. *Materials* 2022, 15(9), 3362; <https://doi.org/10.3390/ma15093362> (IF: 3,4).
9. Celina Ziejewska, Joanna Marczyk, Kinga Korniejenko, Sebastian Bednarz, Piotr Sroczyk, Michał Łach, Janusz Mikuła, Beata Figiela, Magdalena Szechyńska-Hebda, Marek Hebda  
*3D printing of concrete-geopolymer hybrids*. *Materials* 2022, 15(8), 2819; <https://doi.org/10.3390/ma15082819> (IF: 3,4).
10. Kinga Korniejenko, Beata Figiela, Celina Ziejewska, Joanna Marczyk, Patrycja Bazan, Marek Hebda, Marta Choińska, Wei-Ting Lin  
*Fracture behavior of long fiber reinforced geopolymer composites at different operating temperatures*. *Materials* 2022, 15(2), 482; <https://doi.org/10.3390/ma15020482> (IF: 3,4).
11. Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Szymon Gądek, Kinga Korniejenko, Michał Łach, Mateusz Góra, Izabela Kurek, Neslihan Doğan-Sağlamtimur, Marek Hebda, Magdalena Szechyńska-Hebda  
*Hybrid materials based on fly ash, metakaolin, and cement for 3D printing*. *Materials* 2021, 14(22), 6874; <https://doi.org/10.3390/ma14226874> (IF: 3,748).
12. Kinga Korniejenko, Beata Figiela, Krzysztof Miernik, Celina Ziejewska, Joanna Marczyk, Marek Hebda, An Cheng, Wei-Ting Lin  
*Mechanical and fracture properties of long fiber reinforced geopolymer composites*. *Materials* 2021, 14(18), 5183; <https://doi.org/10.3390/ma14185183> (IF: 3,748).
13. Michał Łach, Reda A. Gado, Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Neslihan Doğan-Sağlamtimur, Janusz Mikuła, Magdalena Szechyńska-Hebda, Marek Hebda  
*Process design for a production of sustainable materials from post-production clay*. *Materials* 2021, 14(4), 953; <https://doi.org/10.3390/ma14040953> (IF: 3,748).
14. Magdalena Szechyńska-Hebda, Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Natalia Hordyńska, Janusz Mikuła, Marek Hebda  
*Optimal Design of pH-neutral Geopolymer Foams for Their Use in Ecological Plant Cultivation Systems*. *Materials* 2019, 12(18), 2999. <https://doi.org/10.3390/ma12182999> (IF: 3,057).
15. Celina Ziejewska, Joanna Marczyk, Aneta Szewczyk-Nykiel, Marek Nykiel, Marek Hebda  
*Influence of size and volume share of WC particles on the properties of sintered metal matrix composites*. *Advanced Powder Technology* 2019, 30(4); <https://doi.org/10.1016/j.appt.2019.01.013> (IF: 4,217).

**Sumaryczny Impact Factor (IF) = 69,018**  
**Indeks Hirscha = 8 (Scopus)**

*Dane aktualne na dzień 12 marca 2024 r.*



### **Publikacje pokonferencyjne:**

1. Smoleń, W.; Marczyk, J.; Łach, M.; Nguyen, T.X.; Korniejenko, K.  
*Effect of microsilica addition on properties of geopolymer composites*. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 2023, 121(1), 46-59;  
<https://doi.org/10.5604/01.3001.0054.3210>.
2. Marczyk, J.; Pławecka, K.; Hebdowska-Krupa, M.; Nykiel, M.; Łach, M.  
*Research on diatomite from Polish deposits and the possibilities of its use*. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 2022, 115(1), 5-15;  
<https://doi.org/10.5604/01.3001.0016.2337>.
3. Magdalena Szechyńska-Hebda, Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Natalia Hordyńska, Janusz Mikuła, Marek Hebda  
*Neutral geopolymer foams reinforced with cellulose studied with the FT-Raman spectroscopy*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 2019, 706, 012017;  
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/706/1/012017>.
4. Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Michał Łach, Kinga Korniejenko, Wei-Ting Lin, Marek Hebda  
*Possibilities of using the 3D printing process in the concrete and geopolymers application*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 2019, 706, 012019;  
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/706/1/012019>.
5. Kinga Korniejenko, Michał Łach, Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Nóra Halyag, Gabor Mucsi  
*Fly ash as a raw material for geopolymerisation-mineralogical composition and morphology*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 2019, 706, 012006;  
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/706/1/012006>.
6. Szymon Gądek, Joanna Marczyk, Celina Ziejewska, Michał Łach  
*The sustainability benefits derived from using additive manufacturing technologies* [w:] Stalij rozvitok Ukraïni, problemi ta šlâhi ih podolannâ: Mižnarodna naukovo-praktična konferenciâ 14-15.11.2019; Priazovs'kij deržavnij tehničnij universitet, Mariupol 2019.
7. Celina Ziejewska, Michał Łach, Dariusz Mierzwiński, Joanna Marczyk, Izabela Hager  
*Development of innovative solutions through the collaboration industry enterprises with research institutions* [w:] Stalij rozvitok Ukraïni, problemi ta šlâhi ih podolannâ: Mižnarodna naukovo-praktična konferenciâ 14-15.11.2019; Priazovs'kij deržavnij tehničnij universitet, Mariupol 2019.
8. Joanna Marczyk, Przemysław Nosal, Marek Hebda  
*Effect of friction stir processing on microstructure and microhardness of Al–TiC composites*. Conference Proceedings, CTU in Prague 2018, ISBN 978-80-01-06421-4.
9. Joanna (Marczyk) Niziołek, Aneta Szewczyk-Nykiel, Marek Hebda  
*Odporność korozyjna kompozytów na osnowie stali Astaloy CrL zbrojonych cząstkami węglika wolframu*. Wiedza i Technologia Motorem Gospodarki, Częstochowa 2017, ISBN: 978-83-943111-4-8.



---

### ***Wystąpienia ustne na konferencjach naukowych:***

1. Joanna Marczyk, Agnieszka Bąk, Beata Figiela, Patrycja Bazan, Michał Łach  
*Effect of the addition of phase change materials on the properties of foamed geopolymers.* 6<sup>th</sup> World Congress on Materials Science Engineering, 18-19.09.2023; Rzym, Włochy.
2. Joanna Marczyk, Marek Hebda  
*3D printing of aluminum powder by Binder Jetting technology.* 2<sup>nd</sup> International Conference on Environment, Technology and Management (ICETEM), 13-15.10.2022; Niğde, Turcja.
3. Joanna Marczyk, Marek Hebda  
*Fabrication of parts by Binder Jet 3D Printing technology.* Ogólnopolska Konferencja Interdyscyplinarna pt.: „COGITO cz. III”, 9-10.06.2022; Kraków, Polska.
4. Joanna Marczyk, Marek Hebda  
*Technologie druku 3D.* Ogólnopolska Konferencja Interdyscyplinarna pt.: „COGITO cz. III”, 9-10.06.2022; Kraków, Polska.
5. Joanna Marczyk, Marek Hebda  
*Effect of binder saturation on quality of Binder Jetting parts.* 3. International Baku Scientific Research Congress, 15-16.10.2021; Baku, Azerbejdżan.
6. Joanna Marczyk, Kinga Korniejenko, Michał Łach, Marek Hebda  
*Development of innovative 3D printing technologies for concrete and geopolymer composites.* TURK-COSE 2020: 2. International Turkic World Congress on Science and Engineering, 14-15.11.2020; Astana, Kazachstan.
7. Joanna Marczyk  
*Kompozyty betonowe i geopolimerowe wytwarzane technologiami addytywnymi.* Ogólnopolska Konferencja Interdyscyplinarna pt. „OMNIBUS cz. III”, 11-12.06.2020; Kraków, Polska.
8. Joanna Marczyk  
*Wytwarzanie, właściwości i zastosowanie kompozytów geopolimerowych wzmocnionych włóknami.* Ogólnopolska Konferencja Młodych Naukowców nt. Nowe trendy w badaniach naukowych – wystąpienie młodego naukowca, 20-21.06.2020; Kraków, Polska.
9. Joanna Marczyk, Przemysław Nosal, Marek Hebda  
*Effect of friction stir processing on microstructure and microhardness of Al–TiC composites.* Student’s Conference STC 2018, 11.04.2018; Praga, Czechy.
10. Joanna (Marczyk) Niziołek, Aneta Szewczyk-Nykiel, Marek Hebda  
*Odporność korozyjna kompozytów na bazie proszku Astaloy CrL zbrojonych cząstkami węgla wolframu.* II Ogólnopolska Konferencja Naukowa: Wiedza i Technologia Motorem Gospodarki, 27.06.2017; Częstochowa, Polska.



### **Udział w projektach badawczych:**

1. M-ERA.NET3/2021/71/MAR-WRECK/2022 (Fundusze Europejskie)  
Temat: *Opracowanie kompozytów geopolimerowych jako materiału do ochrony niebezpiecznych wraków i innych krytycznych konstrukcji podwodnych przed korozją*  
Okres uczestnictwa w projekcie: 01.12.2022 – obecnie.
2. POIR.04.01.04-00-0032/20-00 (Narodowe Centrum Badań i Rozwoju)  
Temat: *Opracowanie i demonstracja technologii wytwarzania wysoko efektywnych sorbentów na bazie diatomitu oraz wypełniaczy diatomitowych*  
Okres uczestnictwa w projekcie: 01.11.2022 – 31.12.2022.
3. LIDER/16/0061/L-11/19/NCBR/2020 (Narodowe Centrum Badań i Rozwoju)  
Temat: *Opracowanie technologii addytywnego wytwarzania przyjaznych dla środowiska i bezpiecznych materiałów izolacyjnych i zdolnych do akumulacji ciepła opartych na alkalicznej aktywacji surowców antropogenicznych*  
Okres uczestnictwa w projekcie: 01.05.2022 – 31.12.2023.
4. POIR.02.01.00-00-0275/16 (Ministerstwo Rozwoju i Finansów)  
Temat: *Utworzenie Centrum Badawczo Rozwojowego Przedsiębiorstwa Budowlano-Produkcyjnego Łęgprzem Sp. z o.o.*  
Okres uczestnictwa w projekcie: 06.05.2019 – 31.03.2022.
5. POIR.04.01.04-00-0096/18 (Narodowe Centrum Badań i Rozwoju)  
Temat: *Opracowanie technologii druku 3D, konstrukcyjnych i elewacyjnych elementów prefabrykowanych wykonywanych z kompozytów betonowych i geopolimerów*  
Okres uczestnictwa w projekcie: 01.03.2019 – 29.01.2022; 01.03.2022 – 30.04.2022.
6. ELAC2015/T02-0721 (Narodowe Centrum Badań i Rozwoju)  
Temat: *Development of eco-friendly composite materials based on geopolymer matrix and reinforced with waste fibers (FIBER)*, program: ERANet-LAC: Latin America, Caribbean and European Union  
Okres uczestnictwa w projekcie: 2018.

### **Certyfikaty:**

1. Certyfikat dla młodego naukowca za wygłoszenie ustnej prezentacji na konferencji międzynarodowej pn. 6<sup>th</sup> World Congress on Materials Science Engineering, 18.09.2023 - 19.09.2023 r.; Rzym, Włochy.
2. PRINCE2 Agile® Foundation, Agile Project Management, PeopleCert®, 10.03.2023 r.
3. Szkolenie „MS Project”, Zespół Ekspertów Manager Pelczar Spółka Jawna, 19.06.2019 r.
4. Obsługa dyfraktometru Aeris, Malvern Panalytical B.V., 17.01.2019 r.
5. Obsługa analizatora sorpcji fizycznej Quantachrome Autosorb iQ-MP, Anton Paar Poland Sp. z o.o., 16.01.2019 r.
6. Inventor Essentials and Fusion, Kompugraf Salon Grafiki Komputerowej S.C., 01.12.2016 r.
7. Studium Menedżerskie, Uniwersytet Ekonomiczny w Krakowie, 15.04.2013 r.



---

### *Aktywność związana z popularyzacją nauki:*

1. Przygotowanie i współprowadzenie zajęć laboratoryjnych w ramach szkoły letniej pn. Geopolymers Summer School (Program SPINAKER – Intensywne Międzynarodowe Programy Kształcenia, nr umowy: POWR.03.03.00-00-PN16/18) organizowanej na Politechnice Krakowskiej im. Tadeusza Kościuszki, 03.07.2023 – 07.07.2023.
2. Wizyta studyjna w University of Malta, Msida, Malta zrealizowana w ramach Programu PROM – Międzynarodowa wymiana stypendialna doktorantów i kadry akademickiej (PPI/PRO/2019/1/00018), NAWA, 22.03.2023 – 31.03.2023.
3. Członkostwo w Komitecie organizacyjnym konferencji pn. 2<sup>nd</sup> International Conference on Environment, Technology and Management (ICETEM), Niğde Ömer Halisdemir University, Niğde, Turcja 13.10.2022 - 15.10.2022.
4. Przygotowanie oraz prezentacja stanowisk laboratoryjnych promujących Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki Politechniki Krakowskiej na Małopolskiej Nocy Naukowców 2022, 30.09.2022 r.
5. Międzynarodowy konkurs „Techno-Bridge”, wygrana w sekcji: „Building the leadership potential of modern students and young people in the European Union and Ukraine”, Politechnika Krakowska, 18.11.2021 – 24.11.2021.
6. Udział w stażu i międzynarodowej konferencji naukowo-praktycznej pn. “Sustainable development of Ukraine, challenges and ways of solution”, Pryazovskyi State Technical University, Ukraina 29.10.2019-03.11.2019.