

**Recenzja rozprawy doktorskiej**  
**Mgr inż. Tadeusza JÓŹWIKA**  
**"Zmiana trwałości resztkowej stali Cr-Mo-V długotrwale**  
**eksploatowanej w warunkach pełzania poddanej regenerującej**  
**obróbce cieplnej"**

**Promotor rozprawy: dr hab. inż. Janusz Dobrzański, prof. nzw.**

**Promotor pomocniczy: dr inż. Hanna Purzyńska**

Podstawą formalną opracowania recenzji jest zlecenie Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej z dnia 18.06.2019 r.

**A OCENA TEMATYKI PODJĘTYCH BADAŃ**

Z analizy obecnej sytuacji w polskiej energetyce wynika, że bloki o mocy 200 MW stanowią około 28% mocy zainstalowanej. Te bloki przekroczyły już znacznie trwałość obliczeniową i eksploatacyjną. Dodatkowo w ostatnich latach pracują one w systemie regulacyjnym zależnie od uwarunkowań wytwarzania energii elektrycznej ze źródeł OZE – wiatru i słońca. Pojawia się więc konieczność intensyfikacji prac modernizacyjnych i remontowych w eksploatowanych elektrowniach, bo tylko one w najbliższym okresie gwarantują utrzymanie względnego poziomu dostaw energii elektrycznej. Prace modernizacyjne i remontowe w wielu przypadkach wymagają stosowania procesów technologicznych, które dotyczą wytworzonych elementów instalacji ze stali o długim czasie eksploatacji i często o niewystarczających pod względem konstrukcyjnym, właściwościach mechanicznych utraconych w wyniku długotrwałej eksploatacji.

Na rurociągi parowe wytwarzane od lat 70 tych powszechnie stosowało się stale z grupy chromowo-molibdenowych (Cr-Mo) oraz chromowo-molibdenowo-wanadowych (Cr-Mo-V). Szczególne zastosowanie znalazły trzy gatunki stali żarowytrzymałych: 13HMF (14MoV6-3), 10H2M (10CrMo9-10) i 15HM (13CrMo4-5). Stale te posiadają odporność na działanie podwyższonej temperatury pracy, na zmienne i stałe obciążenia pochodzące od ciśnienia. Są również odporne na korozyjne działanie transportowanego czynnika oraz charakteryzują się żarowytrzymałością. Pełzanie obok zmęczenia mechanicznego i zmęczenia cieplno - mechanicznego jest podstawowym procesem wpływającym na trwałość eksploatacyjną. Stopień zaawansowania procesów degradacji stanowi podstawę oceny stanu materiału i jego wyczerpania i w konsekwencji szacowania trwałości resztkowej i resztkowej trwałości rozporządzalnej.

Stal 14MoV6-3 należy do grupy stali 6.1 wg klasyfikacji CEN ISO/TR 1508. Materiały z tej grupy są obecnie bardzo trudno dostępne na rynku. Stale z tej grupy są natomiast zastępowane stalą 16Mo3 do temperatury roboczej około 500°C lub stalami 13CrMo4-5 oraz 10CrMo9-10 do temperatury roboczej około 580°C. Dla temperatur wyższych od 600°C stosowana jest stal X8CrNi19-11. Materiały 14MoV6-3 i 13CrMo4-5 są stalami, które można spawać ze sobą bez większych problemów.

Nieznajomość sposobu postępowania z długo eksploatowanymi elementami instalacji energetycznych często powoduje, że wszelkiego rodzaju zabiegi prowadzone podczas prac modernizacyjnych lub remontowych mogą dodatkowo wspomniane właściwości mechaniczne jeszcze pogorszyć.

Zagadnienia oceny trwałości materiałowej eksploatowanych urządzeń energetycznych są tematem wielu aktualnie prowadzonych prac. Recenzowana praca, w której przeprowadzono badania eksperymentalne w celu oceny trwałości resztkowej stali 13HMF długotrwale eksploatowanej w warunkach pełzania oraz zaproponowano regeneracyjną obróbkę cieplną w celu poprawy właściwości tej stali wpisuje się zatem w nurt w/w tematyki. Podjęcie tych badań należy zatem uznać za uzasadnione. Należy również podkreślić, że jest ona kolejnym rozwinięciem i rozszerzeniem badań w zakresie szeroko rozumianej oceny trwałości i prognozowania dalszej bezpiecznej pracy w warunkach pełzania prowadzonych w Instytucie Metalurgii Żelaza w Gliwicach.

## B. CHARAKTERYSTYKA PRACY

Recenzowana praca doktorska liczy 160 stron i została podzielona na 15 rozdziałów, jeden załącznik oraz spis literatury.

W pierwszym rozdziale pracy Autor omawia strukturę wytwarzania energii elektrycznej w Polsce oraz politykę energetyczną do 2040 roku. Zwraca uwagę na podstawowe kryterium rozwoju krajowej energetyki, którym jest zapewnienie bezpieczeństwa energetycznego kraju. W rozdziale drugim opisano dotychczasowy stan badań dla stali Cr-Mo-V. Rozdział trzeci przedstawia stan wiedzy w zakresie analizy stanu materiału oraz wyznaczania trwałości resztkowej i eksploatacyjnej elementu konstrukcyjnego pracującego w warunkach pełzania.

W rozdziale czwartym Autor uzasadnia wybór tematu pracy a w rozdziale piątym precyzuje główny cel pracy, którym jest "... określenie parametrów obróbki cieplnej .... jakie należy stosować w przypadku uzasadnionych potrzeb rewitalizacji elementów rurociągów eksploatowanych długotrwale w warunkach pełzania dobieranych w zależności od stanu mikrostruktury oraz odpowiadającego jej stopnia wyczerpania i trwałości resztkowej. " Formułuje również cel poznawczy i praktyczny. Celem poznawczym jest sporządzenie opisu procesu degradacji materiału podczas długotrwałej eksploatacji w warunkach pełzania oraz zmian w materiale po eksploatacji i regenerującej obróbce cieplnej. Natomiast celem praktycznym jest możliwość wykorzystania uzyskanej wiedzy w obszarze obejmującym przeprowadzanie niezbędnych napraw i prac modernizacyjnych instalacji eksploatowanych znacznie poza obliczeniowym czasem pracy.

W kolejnych rozdziałach przedstawiono szczegółowy opis zrealizowanych badań. W rozdziale szóstym opisano przyjęty materiał. Stanowiły go wycinki głównych rurociągów pary pierwotnej (świeżej) bloków energetycznych pracujących w polskich elektrowniach węglowych wykonane z niskostopowej trójskładnikowej stali typu Cr-Mo-V w gatunku 14MoV6-3 (13HMF). Wycinki pobrane zostały w cyklu remontowym lub w wyniku napraw poawaryjnych. Do badań wytypowano dwa kolana głównego rurociągu pary świeżej o wymiarach  $\phi$  355,6 x 47 mm o promieniu gięcia  $R_g = 1500$  mm, kącie gięcia  $\alpha = 45^\circ$  po 127 tys. godzin pracy w temperaturze roboczej  $t_r = 540^\circ\text{C}$ , i przy ciśnieniu roboczym  $p_r = 18,4$  MPa. W rozdziałach siódmym i ósmym opisano program oraz metodykę badań. Badania mikrostruktury prowadzono na mikroskopach świetlnych OLYMPUS DSX500ix, Epityp 2 i Neophot 21 (LM) oraz skaningowym mikroskopie elektronowym Inspect F (SEM). Badania dylatometryczne wykonano za pomocą dylatometru DIL805A/D/C z nagrzewaniem w próżni do zadanej temperatury austenizacji. Rentgenowska analiza składu fazowego wydzielen została przeprowadzona za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego Empyrean firmy Panalytical. Badania właściwości wytrzymałościowych w statycznej próbie rozciągania

zrealizowano zgodnie z normą PN-EN-10002-1+AC1 dla prób rozciągania w temperaturze pokojowej oraz zgodnie z normą PN-EN-10002-5 dla prób rozciągania w temperaturze podwyższonej [ $R_m$ ,  $R_e$ , ( $R_{p0,2}$ ),  $A$ ,  $Z$ ] na próbkach cylindrycznych z główkami. Próby udarności na młocie Charpy'ego (KV) typ PSd 300/150 przeprowadzono w temperaturze pokojowej oraz w innych poziomach temperatury badania, dobieranych w zależności od stanu materiału, umożliwiających wyznaczenie temperatury przejścia w stan kruchy. Pomiar twardości wykonano metodą Vickersa przy użyciu stacjonarnego twardościomierza Swiss Max 300. Pomiar twardości metodą Vickersa: HV 1-HV 100 zrealizowano zgodnie z normą PN-EN ISO 6507-1. Próby pełzania przeprowadzono na maszynach jednopróbkowych produkcji własnej Instytutu Metalurgii Żelaza. Maszyny umożliwiają prowadzenie badań w zakresie do 1000°C przy obciążeniu do 6 kN. Posiadają one układ pomiaru, regulacji i rejestracji zarówno temperatury jak i pomiaru i rejestracji wydłużenia w czasie trwania próby. Stałość temperatury badania na długości pomiarowej próbki 50 mm i w czasie trwania próby z dokładnością  $\pm 0,4^\circ\text{C}$  w temperaturze badania do 1000°C zapewnia układ regulacji z wykorzystaniem sterownika PLC.

Jednym z głównych rozdziałów pracy jest rozdział dziewiąty poświęcony analizie stanu materiału badanych elementów rurociągów ze stali 13HMF po długotrwałej eksploatacji poza obliczeniowym czasem pracy. Dokładnie opisano miejsce pobrania próbek, ich ilość oraz ich oznaczenie: 2E po 228 tys. godzin eksploatacji oraz 1PE i 1LE po eksploatacji przez 127 tys. godzin. Obserwowana struktura próbek o oznaczeniu 2E analizowana skaningowym mikroskopem elektronowym charakteryzuje się nieznacznym lub częściowym rozpadem obszarów bainitycznych, w których widoczne są liczne drobne wydzielienia w miarę równomiernie rozmieszczone. Na granicach ziarn ferrytu zaobserwowano wydzielienia, niektóre znacznej wielkości. Wewnątrz ziarn ferrytu zauważono natomiast liczne bardzo drobne wydzielienia dość równomiernie rozmieszczone, widoczne przy powiększeniach powyżej ok. 3000 x. Ponadto nie stwierdzono występowania zapoczątkowania wewnętrznych uszkodzeń nawet w postaci pojedynczych pustek. Zgodnie z klasyfikacją struktur po eksploatacji w warunkach pełzania stan rozpadu bainitu/perlitu oszacowano na klasę I. Stopień rozwoju wydzieleni oceniono na klasę a, a stan uszkodzeń wewnętrznych na klasę O. Tym klasom składowym odpowiada główna klasa struktury 1/2, a jej oszacowany stopień wyczerpania  $t_r/t_f = \text{ok. } 0,2-0,3$ . Ujawnionej strukturze odpowiada twardość 150 HV. W podobny sposób analizowano i oceniono próbki oznaczone jako 1LE i 1PE, dla których uzyskano stopnie wyczerpania o wartościach 0,3-0,4 oraz 0,5. Zmiany w strukturze powodują obniżenie właściwości mechanicznych. Zmierzone wartości granicy plastyczności  $R_e$  w temperaturze pokojowej dla próbek 1LE i 1PE po eksploatacji są niższe od wymaganej wartości minimalnej dla stanu wyjściowego niezależnie od stopnia wyczerpania. Miarą zdolności materiału do odkształceń w warunkach dynamicznych obciążeń w praktyce inżynierskiej jest udarność. Uzyskane wyniki pracy łamania na próbkach z karbem V pokazują, że już od zmian w strukturze definiowanych stopniem wyczerpania na poziomie ok. 0,2-0,3 jest ona znacznie niższa od minimalnej wymaganej dla stanu wyjściowego i z jego wzrostem jeszcze maleje. Skrócone próby pełzania materiału badanego wycinka rurociągu pary świeżej ze stali 13HMF po 127 000 godzin eksploatacji w warunkach pełzania ozn. 1LE przeprowadzono przy stałym poziomie naprężenia badania  $\sigma_b = 55 \text{ MPa}$ . Wyznaczona trwałość resztkowa materiału wycinka po długotrwałej eksploatacji przez 127 000 godzin, dla przyjętej temperatury dalszej eksploatacji  $T_r = 540^\circ\text{C}$  i naprężenia roboczego  $\sigma_r = 55 \text{ MPa}$  wynosi 125 900 godzin. Natomiast oszacowana na tej podstawie rozporządzalna trwałość resztkowa tego materiału dla przyjętych parametrów dalszej eksploatacji  $T_r = 540^\circ\text{C}$   $\sigma_r = 55 \text{ MPa}$  wynosi 75 500 godzin i jest ona prognozowanym czasem dalszej bezpiecznej eksploatacji.

Kolejnymi ważnymi rozdziałami pracy są rozdziały dziesiąty i jedenasty poświęcone analizie przemian fazowych i doborowi parametrów regenerującej obróbki cieplnej. Opisano

w nich dwuzabiegową obróbkę cieplną, na którą składa się wyżarzanie normalizujące („hartowanie”) oraz wysokie odpuszczanie. Na podstawie uzyskanych wyników badań dylatometrycznych oraz zaleceń dotyczących parametrów obróbki cieplnej zawartych w normach przedmiotowych dobrano parametry dwuzabiegowej regenerującej obróbki cieplnej, a w szczególności: temperaturę austenitacji równą 960°C z odchyłką 10°C oraz temperaturę odpuszczania równą 730°C z odchyłką 10°C. Równocześnie założono, że do temperatury ok. 300°C nie zostanie określona szybkość nagrzewania, natomiast powyżej tej temperatury szybkość nagrzewania do wymienionych poziomów temperatury normalizowania i odpuszczania była ograniczona przez 2,5 K/min. Do badań przyjęto cztery warianty wygrzewania w procesie normalizacji, a mianowicie: 30 minut, 60 minut, 90 minut i 120 minut przy identycznych pozostałych parametrach odpuszczania (730°C/150’spokojne powietrze).

W rozdziale 12 opisano badania charakterystyki struktury i właściwości użytkowych elementów rurociągów po regenerującej obróbce cieplnej. Zastosowano taką samą metodykę badań jak przy analizie stanu materiału po długotrwałej eksploatacji poza obliczeniowym czasem pracy, która opisana jest w rozdziale dziewiątym. Obserwacje struktury wybranych materiałów po eksploatacji w warunkach pełzania i przeprowadzonej regenerującej dwuzabiegowej obróbce cieplnej świadczące o niepełnym „odzyskaniu” struktury spowodowały zaproponowanie zmodyfikowanej wersji regenerującej obróbki cieplnej. Zaproponowano zmodyfikowany wariant tej obróbki polegający na wprowadzeniu dodatkowego wstępnego wyżarzania ujednorodniającego (1050°C/30’/spokojne powietrze) z następnym normalizowaniem (960°C/50’/spokojne powietrze) i odpuszczaniem (720°C/150’/spokojne powietrze).

Zestawienie wyników badań, ich podsumowanie, a także wnioski końcowe zawiera rozdział trzynasty, czternasty i piętnasty. Porównanie trwałości resztkowej i resztkowej rozporządzałnej materiału po eksploatacji o stopniu wyczerpania  $t_e/t_r$ =ok. 0,3-0,4 oraz tego materiału po eksploatacji i dodatkowo dwuzabiegowej regenerującej obróbce cieplnej wykazało, że bezpieczny czas dalszej eksploatacji w zdefiniowanych warunkach temperaturowo-naprężeniowych, w wyniku zmian w strukturze, został zwiększony ponad 2,5 krotnie.

### C. UWAGI DYSKUSYJNE

#### Pytania do pracy

- a) Zmierzona granica plastyczności w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 550°C dla badanych odcinków prostych kolan po eksploatacji w warunkach pełzania poza czasem obliczeniowym dla próbek oznaczonych jako 2E jest wyższa niż dla stanu wyjściowego. Dla wszystkich pozostałych próbek przyjmuje wartości niższe niż dla stanu wyjściowego. Jednocześnie Autor pisze w rozdziale 9.3: wszystkie uzyskane wartości  $R_e$  w temperaturze pokojowej są niższe od wymaganej wartości minimalnej dla stanu wyjściowego niezależnie od stopnia wyczerpania oraz daje się zauważyć wyraźną korelację pomiędzy poziomem  $R_e$ <sup>550</sup> a stopniem wyczerpania. Gdzie popełniono błąd?
- b) Jak wyznaczono naprężenie robocze równe 55 MPa na str. 75, 119 oraz 141? Z danych, które pokazano w Tabeli 6.1:  $p_r=18,4$  MPa,  $\phi=355,6$  mm,  $g=47$  mm wynika, że naprężenie obwodowe w środku grubości ścianki będzie równe 60,4 MPa.
- c) Nieprawidłowości w utwierdzeniu rurociągów mogą doprowadzić do powstania dodatkowych obciążeń, które zwiększają stopień wyczerpania materiału. Czy analizowano podczas badań takie przypadki?
- d) Dlaczego w przeglądzie literatury zamieszczono tylko pięć prac obcojęzycznych? Tylko dwie z nich opublikowano w czasopiśmie o zasięgu międzynarodowym. Tymczasem wiele cennych informacji w obszarze podjętych badań można znaleźć w czasopiśmie takich jak

np: International Journal of Materials Research, Materials Testing lub HTM Journal of Heat Treatment and Materials.

e) Przy opisie parametrów możliwych wariantów regenerującej dwuzabiegowej i trzyzabiegowej obróbki cieplnej wprowadzono odchyłki tylko dla proponowanych temperatur. Dlaczego nie wprowadzono odchyłek dla pozostałych proponowanych wielkości?

Uwagi redakcyjne

- str. 52 błędny zapis "za pomocą dylatometru DIL805A/D/C z nagrzewanie w próżni"
- str. 64 brak odniesienia do rysunków w Tabeli 9.2
- str. 65 błędny zapis " z obowiązującą klasyfikacją wg [ ] zestawiono w rubryce 5. "
- str. 82 i 83 opis osi na rys. 10.2 i 10.3 powinien być po polsku
- str. 85 błędna wartość temperatury odpuszczania na rys. 11.1
- str. 92 brak odniesienia do rysunków w Tabeli 12.1
- str. 93 błędny zapis " a na ich podstawie główna klasę struktury" oraz " ocena w tabeli 2"
- str. 97 błędne odniesienie do tabel i rysunków " w tabeli 12.2", " w tabeli 12.3", " rys. 12.11"
- str. 99 brak opisu osi na rys. 12.11
- str. 101 brak opisu a) i b) na rys. 12.13
- str. 117 brak odniesienia do Tabeli 12.6 w tekście pracy

#### D. OCENA KOŃCOWA

W recenzowanej rozprawie Doktorant podejmuje bardzo istotną problematykę oceny trwałości materiałowej eksploatowanych urządzeń energetycznych oraz opracowania regenerującej obróbki cieplnej dla elementów, które są wykonane z trudno obecnie dostępnych na rynku materiałów. Praca ma zatem duże walory zarówno teoretyczne jak i użytkowe. Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że w wyniku zaproponowanej dwuzabiegowej regenerującej obróbki cieplnej bezpieczny czas dalszej eksploatacji w zdefiniowanych warunkach temperaturowo-naprężeniowych został zwiększony ponad 2,5 krotnie. Dodatkowo zaproponowano zmodyfikowany wariant tej obróbki polegający na wprowadzeniu dodatkowego wstępnego wyżarzania ujednorodniającego z następnym normalizowaniem i odpuszczaniem. Należy oczekiwać, że trzyzabiegowa regeneracyjna obróbka cieplna dla materiału po eksploatacji o stopniu wyczerpania  $t_c/t_r=ok. 0,5$ , w wyniku zmiany struktury na stabilną ferrytu z górnym bainitem, da wynik podobny lub lepszy niż dwuzabiegowa regeneracyjna obróbka cieplna. Przedstawiony w załączniku 1 do rozprawy projekt „Procedury rewitalizacji ...”, zweryfikowany wynikami badań, ma charakter aplikacyjny i jest propozycją dla inżynierów technologów do wykorzystania w bieżącej praktyce przemysłowej. Opracowana w niniejszej pracy metodologia badawcza dla stali 13HMF może być zastosowana do tworzenia podobnych procedur dla elementów pracujących w warunkach pełzania, które są wykonane z innych gatunków stali stosowanych w ciśnieniowych urządzeniach energetycznych.

Mgr inż. Tadeusz Józwick w ocenianej rozprawie wykazał się szeroką wiedzą w zakresie badań mikrostruktury z wykorzystaniem mikroskopów świetlnych i elektronowych, rentgenowskiej analizy składu fazowego wydzielen, badań dylatometrycznych, badań wytrzymałościowych i badań pełzania. Doktorant zrealizował w całości zakres planowanych badań i osiągnął założone cele.

Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że przedstawiona praca spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim w Ustawie o stopniach i tytule naukowym i wnioskuję do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony.