

Prof. dr hab. inż. **Andrzej Ambroziak**
Politechnika Wrocławska
Wydział Mechaniczny

Wrocław, 07 lipca 2019 r.

RECENZJA
rozprawy doktorskiej

mgr inż. **Natalii KONIECZNEJ**

pt.: "Spawalność stopu Inconel 617"

opracowana

na podstawie pisma Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii
Politechniki Śląskiej nr RM/334/2018/2019 z dnia 22 maja 2019 r.

1. Charakterystyka ogólna rozprawy

Rozwój przemysłu energetycznego w okresie najbliższych dwóch dziesięcioleci stymulowany będzie budową m.in. budową bloków energetycznych na parametry nadkrytyczne i super nadkrytyczne. W ich budowie krytycznymi elementami są kotły energetyczne, a w nich m. in. ściany szczelne i wymienniki ciepła. Osiągnięcie dużej sprawności netto urządzeń energetycznych jest możliwe przez zastosowanie do ich budowy nowych materiałów, a zwłaszcza stopów na osnowie niklu. Materiały te powinny charakteryzować się oprócz takich właściwości w wysokich temperaturach jak odporność na pełzanie i korozję, także dobrymi właściwościami technologicznymi, w tym spawalnością. Takim materiałem, znajdującym się w fazie badań jest stop niklu Inconel 617. Stopy niklu są spawalne ale, na co zwraca się w uwagę w literaturze, skłonne do pęknięcia gorącego. **Brak jest jednak pełnej wiedzy począwszy od mechanizmu inicjowania pęknięć do informacji dotyczących parametrów technologicznych wykonywania złączy spawanych.** Z tych względów podjęcie się przez Doktorantkę tematyki spawalności stopu Inconel 617 jest więc w pełni uzasadnione i aktualne, w tym także z utylitarne punktu widzenia.

Autorka, na podstawie szeroko przeprowadzonej analizy zagadnienia sformułowała następującą tezę pracy: „*Spawalność stopu niklu Inconel 617 określana jako odporność na pęknięcie na gorące, zależy od zjawisk strukturalnych podczas krystalizacji spoiny w zakresie kruchości wysokotemperaturowej (ZKW), o której decydują czynniki metalurgiczne, konstrukcyjne oraz technologiczne*”

Celami naukowymi sformułowanymi przez Autorkę są m. in.:

- opis zmian zachodzących w strukturze złącza spawanego podczas krystalizacji spoiny,

- określenie zakresu kruchości wysokotemperaturowej oraz wyznaczenie temperatur charakterystycznych dla procesu krystalizacji spoiny,
- ocena spawalności stopu Inconel 617, w tym określenie wpływu energii liniowej łuku elektrycznego na strukturę i właściwości złącza spawanego.

Celem użytecznym badań jest: „*opracowanie wytycznych technologicznych spawania blach ze stopu Inconel 617 metodą TIG (141)*”.

Bardzo pozytywnie oceniam koncepcję badań oraz dobór metod badawczych, które dobrze świadczą o profesjonalnym warsztacie naukowym mgr inż. Natalii Koniecznej. Autorka precyzyjnie określiła program badań, co dowodzi, że gruntownie przemyślała swoją koncepcję, a jej realizację starannie zaplanowała.

2. Układ pracy, ocena ogólna

Rozprawa doktorska mgr inż. Natalii Koniecznej została podzielona na 6 rozdziałów, obejmujących: wprowadzenie, analizę literaturową aktualnego stanu wiedzy związanej z tematem rozprawy (charakterystyka stopów na osnowie niklu w tym stopu Inconel 617, technologia spawania stopu Inconel 617) zakończoną przejrzystym podsumowaniem, następnie badania własne rozpoczynające się od określenia tezy rozprawy, celu i zakresu badań oraz metodyki badań, prezentację badań własnych oraz ich wyników wraz z analizą, wnioski oraz wykaz cytowanej literatury.

Objętość rozprawy wynosi 178 stron, w tym 86 rysunków i 30 tabel. Wykaz cytowanej literatury obejmuje 236 pozycji, przy czym Autorka powołuje się na 6 prac ze swoim udziałem. Dobór źródeł literaturowych obejmujących książki, aktualne artykuły z czasopism naukowo-technicznych i referatów konferencyjnych, normy, należy uznać za pełny i prawidłowy. Cytowane materiały źródłowe dotyczą tematyki rozprawy i pochodzą w znacznej części z ostatnich 10 lat.

Rozprawa doktorska mgr inż. Natalii Koniecznej jest pracą o charakterze eksperymentalnym poprzedzoną analizą literaturową. Układ pracy jest typowy dla prac doktorskich i nie budzi ogólnie zastrzeżeń. Po analizie literatury związanej z tematem rozprawy (rozdziały 1-2) i jej podsumowaniu (rozdz. 3), następuje sformułowanie celu i zakresu badań (rozdz.4.1). W kolejnych rozdziałach Autorka przedstawia metodykę i materiały zastosowane w badaniach (rozdz. 4.2-4.3), wyniki poszczególnych badań (rozdz. 4.4-4.7) wraz z ich analizą (rozdz. 5) oraz wnioski (rozdz. 6).

W przeglądzie aktualnego stanu wiedzy, przedstawionym w rozdziale 2, Doktorantka scharakteryzowała dość obszernie nikiel, jego stopy, następnie stop Inconel 617 oraz ich spawalność, a całość zakończyła podsumowaniem literatury.

Na podstawie przeprowadzonej analizy literatury, Autorka w rozdziale 4.1 przedstawiła tezę i cele swojej pracy doktorskiej.

Część eksperymentalną rozprawy rozpoczyna Autorka od szczegółowego przedstawienia zastosowanej metodyki badań oraz materiału do badań. Do badań wykorzystywała blachy ze stopu Inconel 617 o grubości 1, 3 i 5 mm. Doktorantka weryfikowała skład chemiczny materiałów (metodą XRF), ale ich właściwości wytrzymałościowe oraz skład chemiczny spoiw pobrała z norm. Weryfikowała także wielkości ziarna na mikroskopie świetlnym oraz przeprowadziła badania strukturalne na mikroskopie skaningowym wraz z mikroanalizą składu chemicznego EDS, oraz identyfikację faz metodą XRD oraz TEM.

Zakres przeprowadzonych w rozprawie badań Autorka podzieliła na 3 następujące po sobie etapy:

- określenie **krytycznej temperatury zakresu kruchości wysokotemperaturowej dla stopu Inconel 617**. Badania poprzedzono wyznaczeniem charakterystycznych temperatur podczas krystalizacji stopu za pomocą termicznej analizy różnicowej (DTA), a następnie określano na symulatorze cieplno-mechanicznym temperaturę: utraty plastyczności (NDT), odzyskania plastyczności (DRT), utraty wytrzymałości (NST) oraz wyznaczenie zakresu kruchości wysokotemperaturowej i współczynnika odporności na pękanie. Badania te uzupełniono dokumentacją metalograficzną.
- określenie odporności na pękanie gorące spoin w próbach Houldcrofta, Fisco i Transvarenstraint,
- określenie wpływu parametrów technologicznych procesu spawania na strukturę złącza spawanego (badania makro- i mikroskopowe, statyczna próba rozciągania złączy, technologiczna próba zginania, pomiary twardości).

Uzyskane wyniki przeprowadzonych badań pozwoliły na wskazanie parametrów technologicznych spawania stopu Inconel 617 i przeprowadzenia kwalifikacji tej technologii poprzez badania (opracowano WPS-y).

Podsumowując część badawczą chcę jeszcze raz podkreślić szeroki zakres wykonanych badań, przejrzysty i jasny opis badań i uzyskanych wyników oraz bardzo staranną dokumentację wyników badań.

Wnioski jednoznacznie stwierdzają osiągnięcie tezy postawionej w pracy.

Za szczególne istotne osiągnięcie naukowe Doktorantki uważam:

- określenie zakresu kruchości wysokotemperaturowej dla stopu Inconel 617 ,
- zbadanie wpływu warunków zmiennego odkształcenia oraz zmiennej sztywności złącza (w próbach technologicznych) na spawalność stopu Inconel 617.

Cennym jest, że Autorka dokonywała opisu zjawisk strukturalnych poprzez dodatkowe obserwacje metalograficzne i fraktograficzne, uzupełniające przeprowadzane standardowe próby.

W przeprowadzanych w rozprawie badaniach Autorka stosowała nowoczesną metodykę badawczą, w tym TEM, analizy DTA, symulator ciepłno-mechaniczny, oraz próby technologiczne. Praca ma charakter interdyscyplinarny, gdyż zawiera także aspekty z zakresu dyscypliny inżynieria mechaniczna (technologia spawania), ale rozpatrywane z punktu widzenia inżynierii materiałowej.

Uzyskane wyniki, a w szczególności określenie parametrów technologicznych i właściwości mechanicznych złączy spawanych metodą TIG stopu Inconel 617, przy zastosowanej przez Autorkę technologii spawania (opracowane WPS-y) mają zdolność do bezpośredniego wdrożenia do praktyki przemysłowej, a także mogą stanowić wytyczne dla opracowań technologii ich spawania dla innych grubości i metod.

Pomimo poprawności i przejrzystości opracowania rozprawy, zarówno pod względem merytorycznym jak i edytorskim, to jej lektura skłania jednak do zgłoszenia uwag i pytań, w tym również o charakterze ogólnym:

1. Zawartość eksperymentalna rozprawy dotyczy badań skłonności stopu Inconel 617 do pęknięć na gorąco, których wyniki posłużyły Autorce jako wytyczne do przyjęcia takich parametrów procesu spawania w których zjawisko pęknięć na gorąco nie wystąpi, co udowodniła na przykładzie doczołowych złączy spawanych o grubości 1,0, 3,0 i 5,0 mm. Jest to najbardziej istotne z punktu widzenia technologicznego.

Jednak pojęcie spawalności obejmuje całość zagadnień z otrzymaniem poprawnego złącza. Autorka w części literaturowej rozprawy zauważa, że stop Inconel 617 ma zastosowanie na elementy kotłów o nadkrytycznych i supernadkrytycznych parametrach pracy, szczególnie w warunkach pełzania w wysokiej temperaturze oraz w warunkach korozji wysokotemperaturowej. Zachodzi pytanie jak proces spawania, według danych literaturowych wpłynie na te właściwości?

2. Autorka do badań rozkładu twardości w złączach spawanych stosowała, zgodnie z normą PN-EN ISO 9015-1 metodę Vickersa przy obciążeniu wgłębnika 10 kG (98,1 N). Zastosowanie próby twardości HV10 tj. przy obciążeniu 10 kG, chociaż jest to zgodne z normą, nie pozwala jednak na zidentyfikowanie dokładnego rozkładu twardości, a w szczególności szerokości poszczególnych stref, zwłaszcza gdy rozpatrywano spawane złącze stali z blach o grubości 1 mm. Moim zdaniem należało rozszerzyć te badania o wyniki przy znacznie mniejszym obciążeniu (tj. o badania mikrotwardości).

Praca jest napisana bardzo starannie pod względem edytorskim. Zauważone uwagi szczegółowe, to:

- 1) s. 15- rysunek 2.1.3: podpis „Zastosowanie czystego niklu w przemyśle” nie jest ścisły, gdyż monety są wytwarzane ze stopów niklu
- 2) s. 39 – rysunek 2.2.1: w podpisie Autorka podaje powiększenia (tylko dla rys. a i b), podczas gdy one są także naniesione na zdjęcia.
- 3) s. 72- rysunek 4.21: podano schemat określający miejsce pobrania próbek do badań metalograficznych, ale bez konkretnych wymiarów. Sformułowanie w tekście: „W takim przypadku próbki należy pobrać z miejsca oddalonego od przegrzania o co najmniej 20 mm wzdłuż kierunku spawania” nie jest ścisłe. Brak jest zaznaczonych miejsc pobrania próbek na konkretnych widokach złączy: jaką metodą wycinano próbki.
- 4) s. 85- sformułowanie „...blachy chłodzono powietrzem przez 144 s...” nie jest ścisłe: tj. na powietrzu czy z nadmuchem powietrza?
- 5) s. 86 – rys. 4.3.2: są widoczne różnice w wielkości ziarn poszczególnych blach. Brakuje wyjaśnienia dlaczego?
- 6) s. 91- rys. 4.3.9: w podpisie jest „Rozkład powierzchniowy pierwiastków w węgliku chromu $M_{23}C_6$. Może należało pominąć słowo „chromu”?
- 7) s. 92 -94: przedstawiono wyniki badań temperatury podczas krystalizacji stopu Inconel 617. Pytanie: z którego materiału blach pobierano próbki?
- 8) s. 94 rozdział 4.4.2: temperaturę utraty wytrzymałości (NST) stopu Inconel 617 badano „ na próbkach w kształcie walca o wymiarach Φ 6 x 90 mm. Z jakiego materiału uzyskano takie próbki, jeżeli blachy były o grubościach 1, 3 i 5 mm?
- 9) s. 136: Autorka porównuje otrzymane rozkłady temperatury w czasie przetapiania płyt (spawania) z rozkładem badanym na symulatorze ciepłno-mechanicznym Gleeble, stwierdzając niewielkie różnice. Natomiast czas przebywania materiału w zakresie 1300 – 430°C podczas spawania wynosi ok. 10 s (jak wynika z rys. 4.6.3), a na symulatorze 100 s. Proszę o wyjaśnienie jakie stąd można wysunąć wnioski co do odporności na pęknięcia krystalizacyjne określane w obu metodach badań.
- 10) s. 137-139 rozdział 4.6.3: Autorka przedstawia wyniki statycznej próby rozciągania złączy spawanych, podając że pęknięcie następowało poza złączem. Pytanie gdzie? Czy w SWC, w jakiej odległości od spoiny? Dlaczego wytrzymałość złącza dla blach o grubości 5 mm była taka wysoka?
- 11) s. 141 rys. 4.6.5: proszę o wyjaśnienie dlaczego twardość złącza w materiale rodzimym dla próbki TIG 1/5/Y jest bardzo wysoka, w porównaniu do próbki TIG 1/1/1?

12) s. 149: w analizie wyników Autorka podaje, że średnica ziarna dla blachy o grubości 5 mm wynosiła średnio 74 μm , a dla blach o grubości 3 mm - 85-90 μm – czy jest tak w rzeczywistości (rys. 4.32)?

Powyższe uwagi są dyskusyjne i nie wpływają zasadniczo na ocenę strony merytorycznej pracy. Stwierdzam, że Autorka zrealizowała postawioną tezę pracy i osiągnęła założone cele poznawcze i utylitarne.

4. Podsumowanie

Po szczegółowym zapoznaniu się z przedstawioną mi do oceny rozprawą doktorską mgr inż. Natalii Koniecznej pt.: „Spawalność stopu Inconel 617” stwierdzam, że Doktorantka wykazała się w niej umiejętnością formułowania i samodzielnego rozwiązywania problemów naukowych na bardzo dobrym poziomie badawczym. Uważam, że niniejsza rozprawa stanowi oryginalny i istotny wkład w wyjaśnienie roli **krytycznej temperatury zakresu kruchości wysokotemperaturowej** i jej określenie dla stopu niklu Inconel 617, przez co wnosi wiedzę do rozwoju technologii spawania stopów niklu i mieści się w obszarze dyscypliny inżynieria materiałowa, a osiągnięte wyniki mają zarówno znaczenie naukowe jak i duże znaczenie praktyczne.

Reasumując stwierdzam, że rozprawa **mgr inż. Natalii Koniecznej** spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim w ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym z dnia 14 marca 2003r. (Dz. U. nr 65 poz. 595) z późniejszymi zmianami i zwracam się do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej z wnioskiem o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

A. Aulowicz