

Wydział Inżynierii Mechanicznej i Mechatroniki
Katedra Technologii Materiałowych
Dr hab. inż. Agnieszka Kochmańska, Profesor Uczelni

Szczecin, dn. 20.12.2024 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej
pt.: „Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji zmęczenie – pełzanie na
degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach”

Podstawą wydania opinii o rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej jest pismo Dyrektora Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie, Pani dr hab. Joanny Wojewody-Budki Profesora Instytutu, z dnia 31 października 2024 roku (DP.520.2.2024).

1. Charakterystyka pracy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej pt.: „Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji zmęczenie – pełzanie na degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach” dotyczy badania mikrostruktury i właściwości stali 14MoV6-3 poddanej procesom zmęczenia niskocyklowego i pełzania oraz określenia wpływu tych procesów i ich interakcji na żywotność stali.

Rozprawa doktorska liczy 164 strony i została napisana w klasycznym układzie, tj. obejmuje część teoretyczną oraz część doświadczalną, zawierającą opis badań własnych oraz wyniki badań. Dodatkowo z uwagi na wdrożeniowy charakter pracy, końcowy rozdział dotyczy oceny stanu elementów pracujących w warunkach pełzania i zmęczenia niskocyklowego.

W pierwszej części opisującej stan wiedzy, Autorka przedstawiła stan energetyki w Polsce w kontekście tematyki podjętej w pracy doktorskiej. Szeroko opisała procesy

niszczenia materiałów stosowanych na elementy kotłów i rurociągów parowych. W osobnych rozdziałach, Doktorantka opisała zjawisko zmęczenia oraz proces pełzania oraz przedstawiła stan wiedzy dotyczący procedur i oceny jednoczesnego działania pełzania oraz zmęczenia. Szczegółowo opisany został stan wiedzy dotyczący zmian mikrostrukturalnych obserwowanych w wyniku pełzania i zmęczenia przy użyciu technik transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM oraz dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD. Jednocześnie Doktorantka opisała model szacowania żywotności materiału poddanego mechanizmom pełzania oraz zmęczenia, stwierdzając w podsumowaniu, że metoda EBSD stanowi niezwykle wartościowe narzędzie zarówno ilościowe jak i jakościowe umożliwiające precyzyjną analizę zmian mikrostrukturalnych oraz skuteczne określenie żywotności dla materiałów energetycznych.

W kolejnym rozdziale Autorka zdefiniowała żarowytrzymałość, opisała wymagania stawiane materiałom żarowytrzymałym oraz przedstawiła klasyfikacje stali stosowanych w konwencjonalnej energetyce. Opisała również wpływ dodatków stopowych na mikrostrukturę i właściwości stali, szczegółowo przedstawiając zmiany w mikrostrukturze stali 14MoV6-3, która jest przedmiotem badań zaprezentowanych w pracy.

W końcowym rozdziale części teoretycznej rozprawy doktorskiej mgr inż. Magdalena Jakubowska przedstawia wpływ niestabilnych warunków eksploatacji na trwałość użytkową bloków energetycznych, podkreślając, że częste uruchomienia i odstawienia znacząco przyspieszają procesy niszczenia elementów ciśnieniowych bloków energetycznych. W związku z tym, według Doktorantki, konieczne jest prowadzenie szczegółowych analiz cieplno-wytrzymałościowych, które pozwolą na opracowanie strategii mających na celu minimalizację negatywnego wpływu warunków pracy na trwałość użytkową i mogą być wykorzystane do poprawy efektywności eksploatacyjnej i przedłużenia żywotności kotłów parowych w niestabilnych warunkach pracy.

Na początku drugiej części rozprawy związanej z wynikami badań, Autorka stawia tezę i przedstawia cel pracy. Na wstępie stwierdza, że niezależny opis procesu zmęczenia i pełzania nie nastęrcza większych problemów, natomiast ocena współistnienia tych dwóch mechanizmów degradacji jest bardzo złożona. W związku z tym teza postawiona przez Autorkę brzmi: Kompleksowa i systematyczna charakterystyka żarowytrzymałej stali 14MoV6-3 pracującej w zmiennych w czasie obciążeniach mechanicznych i termicznych z wykorzystaniem techniki EBSD stanowi najbardziej perspektywiczne narzędzie do szacowania stopnia degradacji struktury, analizy zachodzących mechanizmów a tym samym zabezpieczenia dostaw energii

oraz efektywnego zarządzania zasobami energetycznymi. Znajomość procesów degradacyjnych na poziomie podstruktury pozwoli na dobór odpowiednich interwałów inspekcyjnych oraz na minimalizację ryzyka katastrofalnych awarii konstrukcyjnych i ich następstw ekonomicznych oraz zagrożeń dla bezpieczeństwa. Autorka stawia sobie za cel określenie wpływu zmian mikrostruktury na żarowytrzymałość niskostopowej stali 14MoV6-3 poddanej działaniu naprężeń w warunkach obciążeń cyklicznie zmiennych i podwyższonej temperatury oraz ocenę przydatności ilościowej i jakościowej analizy EBSD do opisu mechanizmów degradacji mikrostruktury.

Doktorantka założyła realizację celu poprzez: analizę stabilności mikrostruktury i właściwości mechanicznych stali 14MoV6-3 w różnych warunkach eksploatacyjnych; ocenę deformacji materiału oraz badanie procesów zdrowienia i rekrytalizacji w wyniku zmęczenia niskocyklowego i interakcji pełzanie – zmęczenie za pomocą dyfrakcji EBSD; opracowanie modeli i parametrów testów zmęczeniowych uwzględniających uszkodzenia typu pełzanie i zmęczenie; oraz przygotowanie strategii minimalizacji skutków degradacji i procedury decyzyjnej dla Urzędu Dozoru Technicznego.

W części eksperymentalnej w pierwszej kolejności Autorka opisała materiał wykorzystany do badań, sposoby pobierania próbek do badań oraz procedury badawcze dla testów zmęczenia niskocyklowego i pełzania oraz sposoby obrazowania mikrostruktury z użyciem mikroskopii elektronowej (SEM, EBSD, TEM) czy badania z użyciem promieniowania synchrotronowego. Opisała również procedury dla badań mechanicznych, które umożliwiły szczegółową ocenę wytrzymałości.

Rozdział 6 przedstawia wyniki przeprowadzonych analiz. Na początku Autorka dokonała oceny właściwości wytrzymałościowych materiału zarówno w stanie wyjściowym, jak i po długotrwałej eksploatacji. Materiał do badań został pobrany z elektrociepłowni Pątnów z kotła energetycznego typu OP-650 po dwóch czasach eksploatacji w elektrociepłowni 164 000 oraz 302 000 godzin pracy. Dodatkowo materiał do badań został pobrany z odcinka łuku giętego rurociągu (i oznaczony został jako w kolano) oraz z odcinka prostego pary świeżej (i oznaczony jako prostka) pracującego pod ciśnieniem 14,8 MPa. W kolejnych podrozdziałach 6.2 i 6.3, Doktorantka omówiła wpływ czasu eksploatacji na mikrostrukturę oraz skład fazowy pobranych do badań próbek stali 14MoV6-3, co pozwoliło na dokładne określenie zmian mikroodkształceń po eksploatacji. Autorka zastosowała w tym celu metodę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD), która umożliwia szczegółową analizę stopnia deformacji materiału oraz badanie procesów zdrowienia i rekrytalizacji na różnych etapach degradacji badanej stali 14MoV6-3. Zmiany

w strukturze spowodowane wydłużającym się czasem eksploatacji zostały opisane przez Doktorantkę, zarówno jakościowo (jako mapy orientacji, mapy IQ) jak i ilościowo za pomocą parametrów takich jak mapy fazowe oraz parametry analizy mikroodkształcenia: parametr KAM (Kernel Average Misorientation), parametr GND (Geometry Necessary Dislocation) oraz parametr GROD (Grain Reference Orientation Deviation). Dodatkowo Doktorantka wykonała badania gęstości dyslokacji w objętości materiału wykorzystując wysokoenergetyczne promieniowanie synchrotronowe. W podsumowaniu tej części badawczej Doktorantka stwierdza, że uzyskane wyniki odnośnie struktury materiału z określonym stopniem deformacji będą stanowić punkt odniesienia do interpretacji wyników do testów interakcji pełzania - zmęczenia CF w dalszej części rozprawy doktorskiej. Pozwoli to na wytypowanie krytycznych wartości przydatnych do zarządzania trwałością badanego materiału w zmieniających się warunkach eksploatacyjnych w elektrociepłowniach. Kolejne podrozdziały 6.4 i 6.5 koncentrują się na wpływie rodzaju obciążeń na materiał – Doktorantka przeanalizowała w nich zmiany mikrostrukturalne oraz skład fazowy po testach zmęczenia niskocyklowego LCF i pełzanie – zmęczenie CF. Analizując zachowanie materiałów w kontekście cykli do ich awarii, Doktorantka wykazała, że czas do uszkodzenia jest znacznie dłuższy dla materiałów prostki w porównaniu z materiałem kolanka. Z porównania testów CF do LCF wynika, że liczba cykli do awarii ulega kilkukrotnemu zmniejszeniu dla każdego z badanych materiałów. Doktorantka wnioskuje, że okres eksploatacji jak i czas utrzymania obciążenia jest kluczowy dla aktywacji mechanizmu pełzania przy zmiennym obciążeniu powodując znaczne obniżenie trwałości zmęczeniowej.

Wyniki zmian mikrostrukturalnych oraz składu fazowego zostały przez Autorkę podzielone w zależności od stopnia żywotności materiału, co umożliwiło precyzyjną ocenę zachowania stali po trzech etapach żywotności (30%, 60% i 100%).

W podrozdziale 6.6 szczególną uwagę Autorka poświęciła ewolucji defektów mikrostruktury po testach LCF i CF. Zbadała wpływ występowania granic małego oraz dużego kąta, wielkości ziarna, zmian mikroodkształcenia na podstawie badań EBSD i dokonała analizy parametrów: KAM (Kernel Average Misorientation), GROD (Grain Reference Orientation Deviation) oraz gęstości dyslokacji GND (Geometrically Necessary Dislocations) – podobnie jak w rozdziale dotyczącym analizy materiału w stanie wyjściowym i po eksploatacji. Analizę tę dodatkowo prowadzono w funkcji określonej odległości od pęknięcia, gdzie punktem początkowym był obszar pęknięcia próbki, a punktem końcowym odległość 2100 μm w głąb materiału dla próbek po próbie zmęczenia niskocyklowego (LCF). Natomiast dla próbek po próbie pełzanie-

zmęczenie (CF) analizę prowadzono od punktu 0 do 2100 μm , gdzie za punkt początkowy przyjęto miejsce największego przewężenia próbki na przekroju.

Dodatkowo dla próby pełzanie – zmęczenie (CF), Doktorantka przeprowadziła analizy w funkcji żywotności materiału dla trzech etapów: 0,3 Nf, 0,6 Nf oraz Nf.

W podrozdziale 6.7 Autorka scharakteryzowała defekty mikrostruktury z użyciem analizy synchrotronowej, w odniesieniu do odległości od pęknięcia oraz stopnia zużycia materiału.

Ostatecznie, w podrozdziale 6.8, przedstawione zostały wyniki pomiarów twardości HV1, które pozwoliły na ocenę lokalnych zmian twardości materiału po próbach LCF i CF.

Rozdział 7 skupia się na interpretacji uzyskanych wyników. W podrozdziale 7.1 przedstawiono wpływ długotrwałej eksploatacji na degradację strukturalną i właściwości mechaniczne stali 14MoV6-3. Następnie omówiono zmiany strukturalne wynikające z naprężeń zmęczeniowych (7.2). Ostatnia część dyskusji stanowi podsumowanie mechanizmów odpowiedzialnych za zmiany mikrostrukturalne, które towarzyszą procesom pełzania, pełzania ze zmęczeniem oraz zmęczenia niskocyklowego (7.3).

Część wdrożeniowa zawiera praktyczne wnioski płynące z przeprowadzonych badań. W rozdziale 8 przedstawiono ocenę stanu elementów eksploatowanych w warunkach pełzania i zmęczenia niskocyklowego, co może mieć istotne znaczenie dla diagnostyki i projektowania elementów w podobnych warunkach pracy.

W końcowej części pracy zaprezentowano kluczowe wnioski wynikające z przeprowadzonych badań, podsumowując najważniejsze zmiany mikrostrukturalne, mechaniczne oraz wpływ eksploatacji na analizowany materiał.

2. Ocena pracy

Rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej została napisana w układzie klasycznym: zawiera wstęp teoretyczny, cel i tezę pracy oraz wyniki badań, dyskusję wyników oraz wnioski z dodatkowym rozdziałem dotyczącym wdrożenia z uwagi na wdrożeniowy charakter rozprawy doktorskiej. Na początku pracy znajduje się również wykaz skrótów i oznaczeń. Struktura pracy jest przejrzysta, spójna i logiczna. Tytuł przedstawionej do recenzji pracy został zdefiniowany poprawnie i odpowiada przedstawionym wynikom badań. Rozprawa napisana jest językiem zrozumiałym i poprawnym. Całość czyta się bardzo dobrze, co jest jednym z walorów pracy. We wprowadzeniu Autorka uzasadnia celowość podjętych badań wynikającą ze zmian w charakterze pracy obecnych oraz nowoczesnych bloków

energetycznych, przede wszystkim na skutek rosnącego udziału energii odnawialnej w sektorze energetycznym, co wprowadza niestabilność podczas produkcji energii. Na tym tle elastyczność systemu energetycznego Polski jest kluczowa, i według Autorki, ma bezpośredni wpływ na warunki pracy oraz trwałość materiałów wykorzystywanych w elektrowniach, ponieważ materiały te są narażone na ekstremalne warunki pracy, wysokie temperatury i ciśnienia, co prowadzi do zjawisk takich jak zmęczenie niskocyklowe, pełzanie czy procesy korozyjne. Autorka wskazuje te mechanizmy degradacji materiałów: pełzanie, zmęczenie oraz interakcje zmęczenia z pełzaniem, jako najważniejsze. Według mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej, analiza materiałowa: składu chemicznego, właściwości mechanicznych oraz mikrostruktury materiałów jest niezbędna dla skutecznej diagnozy awarii. Dodatkowo Autorka podkreśla, że obszarem badawczym zyskującym na znaczeniu jest wytypowanie metod prognozowania żywotności elementów urządzeń energetycznych, wskazuje metodę EBSD, która pozwala na precyzyjne pomiary mikroodkształceń plastycznych oraz analizę mikrostruktury materiału. Autorka uzasadniła precyzyjnie celowość podjętych badań oraz ich duże znaczenie.

Analiza treści rozdziałów w części literaturowej wskazuje, że Autorka prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną w dyscyplinie inżynieria materiałowa oraz, że obecny stan wiedzy w zakresie dotyczącym recenzowanej pracy, został wyczerpująco opisany.

Rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej jest bardzo obszerna i zawiera wiele badań wykonanych zaawansowanymi technikami badań. Zarówno wykonanie i analiza przeprowadzonych badań wymagała od Doktorantki szerokiej wiedzy w tym zakresie. Cały proces badawczy został przez Autorkę szczegółowo i merytorycznie przedstawiony, począwszy od zaplanowania poszczególnych etapów pracy, dalej przygotowania i opisu materiału do badań, przeprowadzenia badań, właściwego i szczegółowego opisu poszczególnych metod badawczych, po analizie wyników. Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt przeprowadzenia badań zarówno na materiale w stanie surowym jak i materiale pobranym po eksploatacji ponad 18-letniej i 34-letniej, a więc materiału o pewnym stopniu wyczerpania struktury.

Ilustracje i rysunki zamieszczone w pracy są w większości bardzo starannie przygotowane i dobrej jakości. Wyjątkiem może tu być rysunek 24. Opisy rysunków i tabel są w większości właściwe. W spisie literatury zamieszczono 156 pozycji. Cytowana literatura jest adekwatna do opisywanych treści.

Niestety, pomimo wysokiego poziomu redakcji pracy, Autorka nie uniknęła również błędów edytorskich oraz niewłaściwego zapisu wyników:

1. Wyrażenie zmęczenie – pełzanie – Autorka zapisuje na dwa różne sposoby: używając półpauzy ze spacjami (zmęczenie – pełzanie) w tytule pracy, spisie treści nagłówkach i czasem w tekście np. na stronie 9, 23, 25, 45, 101, 103, 108, 140 oraz używając dywizu bez spacji (zmęczenie-pełzanie) np. na stronach 9, 27, 45, 47, 52. Dodatkowo to wyrażenie zostało napisane z dywizem w innej kolejności wyrazów jako „pełzanie-zmęczenie” kilkadziesiąt razy w tekście pracy. Takie wyrażenie pełzanie-zmęczenie jest kalką z języka angielskiego creep-fatigue, i tego wyrażenia najczęściej używa Doktorantka. Pod względem edytorskim, konsekwencja czyli jedna forma zapisu byłaby właściwsza.

2. W kilkunastu miejscach na końcu wierszy znajdują się tzw. „wiszące litery”, czyli jedno lub dwuliterowe słowa, co jest uważane za błąd składu. Powinny być one przeniesione na początek kolejnego wiersza.

Błędy te nie wpływają na poziom merytoryczny pracy, a prawdopodobnie mogą wynikać z obszerności pracy.

Analiza treści rozprawy wykazała również pewne niekonsekwencje i drobne niedociągnięcia w redakcji rozprawy, co pokazują następujące uwagi:

1. Na stronie 52 w zdaniu „W próbach pełzanie-zmęczenie (CF) zastosowano czas przetrzymania $t = 5s$ w celu zainicjowania mechanizmu zmęczenia”, miało być najprawdopodobniej zamiast słowa „zmęczenia” słowo „pełzania”.

2. Na stronie 67, wiersz 8 pomyłony został nr tabeli zamiast 15 jest 2.

3. Na stronie 73, Autorka odsyła nas do rysunku 12b, podczas gdy rysunek 12 nie ma opcji a i b, prawdopodobnie powinien tu być odsyłacz do rysunku 11b.

4. Na stronie 78 (w tekście) oraz na stronie 79 (na rysunku 64), Autorka przedstawia wyniki badania gęstości dyslokacji z użyciem wysokoenergetycznego promieniowania synchrotronowego wykonując pomiary w sekwencji od powierzchni w głąb i pokazuje głębokość pomiaru raz jako 1500 μm raz 1500 mm.

5. Na stronie 80, Autorka pisze o „elastycznym” zakresie odkształceń. Jest to prawdopodobnie kalka z języka angielskiego. Poprawnie należałoby użyć wyrażenia zakres sprężysty.

6. Na stronie 98, Autorka używa wyrażenia „restrukturyzacja naprężeń wewnętrznych”. Czy chodziło tu o relaksację czy zwrot ten został użyty celowo?

Powyższe uwagi mają charakter informacyjny i mają zwrócić uwagę Doktorantki na większą precyzję w opisie badań oraz stosowanej nomenklatury w swoich kolejnych pracach.

Chciałabym prosić Autorkę o omówienie poniższej kwestii:

Jak Doktorantka ocenia możliwość zastosowania techniki EBSD w praktyce UDT w dopuszczaniu urządzeń do dalszej pracy, w kontekście pobierania próbek

do badań, zastosowania specjalistycznego sprzętu, właściwej, niełatwej preparatyki oraz dostępności wykwalifikowanego personelu.

Do największych osiągnięć pracy, które należy podkreślić należą:

1. Opisanie zmian w materiale wywołanych pełzaniem oraz interakcjami pełzanie – zmęczenie i wskazanie różnic, co pozwala na odróżnienie przypadków, gdy materiał pracował w warunkach pełzania od tych, gdy występowało również zmęczenie.

2. Określenie mechanizmów zachodzących w materiałach energetycznych pracujących w nowym reżimie pracy oraz zastosowanie metodologii umożliwiającej oszacowanie trwałości resztkowej materiału, co pozwala na wyznaczenie pozostałego czasu bezpiecznej eksploatacji.

3. Wykorzystanie nowoczesnych technik badań w szczególności EBSD oraz promieniowania synchrotronowego do opisu zmian w materiale.

4. Analiza parametrów mikroodkształcenia jako sposób monitorowania zmian mikrostrukturalnych oraz uszkodzeń w stalach pracujących w wysokich temperaturach.

5. Część wdrożeniowa rozprawy doktorskiej, czyli określenie algorytmów analizy wyników badań dla prognozowania dalszej eksploatacji elementów kotłów energetycznych pracujących w warunkach interakcji zmęczenie – pełzanie.

Wniosek końcowy

Stwierdzam, że:

a) przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki ubiegającej się o nadanie stopnia doktora w dyscyplinie materiałowa,

b) rozprawa doktorska wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktorantkę,

c) rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego i wnosi elementy nowości do dyscypliny inżynieria materiałowa.

Przedstawione przeze mnie uwagi oraz komentarze nie wpływają na jakość pracy badawczej Autorki. Uwagi te odnoszą się do wybranych sformułowań oraz sposobu przedstawienia niektórych wyników badań. Mają one charakter informacyjny, czy też dyskusyjny, z intencją zainspirowania Autorki do dalszego rozwoju naukowego oraz nie zmieniają pozytywnej oceny całości rozprawy.

W mojej opinii przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej pt. „Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji

zmęczenie – pełzanie na degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach” spełnia ustawowe wymogi stawiane pracom doktorskim. W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie o dalsze procedowanie i o dopuszczenie mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej do publicznej obrony.

Ponadto, biorąc pod uwagę bardzo pozytywną ocenę pracy, wnoszę o wyróżnienie pracy. Praca doktorska mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej wzbogaca znacznie obszar inżynierii materiałowej, a zaprezentowane wyniki jak i redakcja pracy przekraczają zwyczajowe wymagania stawiane pracom doktorskim.

