

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej

Katedra Inżynierii Powierzchni i Analiz Materiałów
Dr hab. inż. Agnieszka Radziszewska, prof. AGH

Kraków, 28.12.2024 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej

pt.: „*Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji zmęczenie – pełzanie na degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach*”

wykonanej w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra

Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk

pod kierunkiem Pani dr hab. inż. Anny Sypień, prof. instytutu (promotor) oraz Pana dra

inż. Mariusza Łuckiego (promotor pomocniczy)

Podstawa prawna opracowania recenzji:

Recenzja została wykonana na podstawie decyzji Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie z dnia 17 października 2024 roku, zgodnie z Ustawą z dnia 20 lipca 2018 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (tj. Dz.U. z 2003 r. nr 65, poz. 595 z późn. zm.) na zlecenie Dyrektora Instytutu Pani dr hab. Joanny Wojewody-Budki, prof. instytutu z dnia 31 października 2024 r. oraz rozprawy doktorskiej pt. „Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji zmęczenie – pełzanie na degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach”.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Degradacja materiałów stosowanych w blokach energetycznych, dążenie do wyższej sprawności cieplnej oraz elastyczności operacyjnej, stanowi ważne i aktualne wyzwanie dla inżynierii materiałowej. W świetle rosnącego zapotrzebowania na energię, konieczności podwyższania temperatury, ciśnienia, zmian warunków pracy urządzeń energetycznych

Akademia Górniczo-Hutnicza | Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej

Katedra Inżynierii Powierzchni i Analiz Materiałów

al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków,

tel. +48 12 617 44 27, fax: +48 12 617 26 39

e-mail: radzisz@agh.edu.pl, www.agh.edu.pl



(wynikających z rosnącego udziału odnawialnych źródeł energii), stabilność pracy i żywotność bloków energetycznych stanowi kluczowe zagadnienie badawcze. Zatem szczególnie ważnym jest określenie mechanizmu degradacji materiału konstrukcyjnego kotła energetycznego, którym jest stal 14MoV6-3, poddana procesowi zmęczenia niskocyklowego oraz oddziaływania pełzania i zmęczenia.

Podjęta przez Panią mgr inż. Magdalenę Jakubowską tematyka rozprawy doktorskiej wpisuje się w ważne zagadnienie badawcze, obejmujące materiały pracujące w warunkach zmiennych obciążeń mechanicznych i cieplnych, w tym charakterystykę zmian ich struktury i własności mechanicznych. Autorka skupiła się na strukturze, składzie chemicznym, fazowym i własnościach wytrzymałościowych niskostopowej stali 14MoV6-3 w stanie wyjściowym oraz po długotrwałej eksploatacji (164 000h i 302 000h), a w szczególności na ilościowej i jakościowej analizie stopnia deformacji materiału oraz procesów zrodzenia i rekrytalizacji. Mając na celu inicjację degradacji materiału Autorka nakierowała badania na przeprowadzenie testów zmęczenia niskocyklowego (*LCF* – z ang. *Low Cycle Fatigue*), oraz prób pełzanie-zmęczenie (*CF* – z ang. *Creep-Fatigue*), które podzielono na trzy etapy żywotności (1. 30% (0,3Nf) żywotności, 2. 60% (0,6Nf) żywotności, 3. całkowite zerwanie (Nf)). Jednocześnie w części wdrożeniowej przedstawiono wytyczne obejmujące analizy wyników badań, oraz prognozowanie czasu eksploatacji elementów pracujących w warunkach pełzania oraz zmęczenia.

Należy zauważyć, iż tematyka badawcza podjęta w rozprawie doktorskiej przez Panią mgr inż. Magdalenę Jakubowską, obejmująca zaawansowane badania zmian strukturalnych, składu chemicznego, fazowego i właściwości materiałów pracujących w podwyższonych temperaturach oraz w warunkach stałego i zmiennego naprężenia, jest aktualna i bardzo dobrze wpisuje się w rozwijaną problematykę badawczą w IMiIM PAN w Krakowie. Opiniowana rozprawa doktorska została przygotowana w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego we współpracy IMiIM PAN oraz Urzędu Dozoru Technicznego (UDT).

Rozprawa cechuje się oryginalnością nie tylko ze względu na wybór ważnej tematyki badań, jednakże również w związku z właściwym zastosowaniem szeregu specjalistycznych

metod badawczych mikrostruktury, stopnia deformacji materiału, mechanizmu degradacji, składu chemicznego i fazowego oraz własności mechanicznych.

2. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Objętość opiniowanej rozprawy doktorskiej obejmuje 164 stron (w tym 116 rysunków, 30 tabel). Rozprawę rozpoczyna „Wykaz oznaczeń i skrótów” oraz „Wprowadzenie”. Praca ma klasyczny układ z wyraźnie wydzielonymi dwiema częściami: teoretyczną („Przegląd literatury” - rozdział I, strony 10-44) oraz badaniami własnymi poprzedzonymi sformułowaniem tezy i celu pracy (rozdział II, strony 45-46). Następnie omówiono materiał przeznaczony do badań, metodykę badań („Materiał i procedury badawcze” - rozdział III, strony 47-58), wyniki badań (69 stron) i podsumowano je ich dyskusją (rozdział IV, strony 129-139). W pracy zamieszczono rozdział dotyczący części wdrożeniowej (rozdział V, strony 140-150), wnioski (rozdział VI, strony 151-152), wykaz literatury (rozdział VII, strony 153-161), a zakończono streszczeniami w języku polskim i angielskim (strony 162-164).

W części pierwszej, dotyczącej analizy literatury, Pani mgr inż. Magdalena Jakubowska omówiła proces zmęczenia, mechanizm pełzania, proces dekohezji stali chromowo-molibdenowych podczas pełzania. Na szczególną uwagę zasługuje dalsza część przeglądu literatury, w której Autorka koncentruje się na przedstawieniu trwałości i zmian struktury materiałów, występujących w wyniku testów zmęczeniowych typu pełzanie – zmęczenie. W celu dopełnienia tematu pracy Pani mgr inż. M. Jakubowska dokonała klasyfikacji stali dla energetyki oraz ich właściwości w podwyższonych temperaturach. Szczegółowo omówiła zmiany mikrostruktury stali 14MoV6-3 w wyniku działania procesu pełzania. Na zakończenie przeglądu literaturowego słusznie stwierdziła, że niestabilne warunki eksploatacji elementów bloków energetycznych przyczyniają się do znacznego skrócenia ich trwałości, a co za tym idzie częstych uszkodzeń, awarii, a w konsekwencji wzrostu kosztów. Brak jest jednocześnie szczegółowych danych literaturowych dotyczących stabilności struktury i właściwości stali niskostopowych po długim czasie ich eksploatacji.

Na podstawie bogatego przeglądu literatury, wyników badań Pani mgr inż. M. Jakubowska sformułowała tezę, cel i zakres zadań badawczych.

W rozprawie doktorskiej przedstawiono następującą tezę:

„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.”

W mojej opinii teza jest oryginalna, a jej wykazanie ma zarówno aspekt poznawczy, jak i praktyczny.

Natomiast celem naukowym rozprawy było: *„określenie wpływu zmian mikrostruktury na żarowytrzymałość niskostopowej stali 14MoV6-3 poddanej działaniu naprężeń w warunkach obciążeń cyklicznie zmiennych i podwyższonej temperatury oraz ocena przydatności ilościowej i jakościowej analizy EBSD do opisu mechanizmów degradacji mikrostruktury.”*

Dla zrealizowania założonego celu rozprawy wykonano poniższe zadania badawcze:

- określono stabilność mikrostruktury i własności mechaniczne stali 14MoV6-3 poddanej różnym czasom eksploatacji w zależności od przyjętych warunków obciążeń temperaturowo-naprężeniowych,
- przeprowadzono ocenę ilościową i jakościową stopnia deformacji materiału oraz badanie procesów zdrowienia i rekrytalizacji na różnych etapach degradacji stali 14MoV6-3, poddanej niskocyklowemu zmęczeniu oraz interakcji pełzanie – zmęczenie,
- opracowano wytyczne i parametry krytyczne do testów zmęczeniowych stali 14MoV6-3 przy uwzględnieniu wystąpienia, w danej temperaturze, uszkodzeń typu pełzanie, zmęczenie oraz interakcji pełzanie – zmęczenie,
- opracowano strategię minimalizacji negatywnego wpływu procesów niszczenia na trwałość użytkową elementów ciśnieniowych bloków energetycznych, pracujących w warunkach interakcji pełzanie – zmęczenie oraz zaprezentowano nową procedurę podejmowania przez UDT decyzji w sprawie dalszej eksploatacji materiałów.

Na uwagę zasługuje szereg zastosowanych nowoczesnych technik badawczych mający na celu kompleksową analizę struktury, składu chemicznego i fazowego przed i po procesach zmęczeniowych, tj.: skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM) wraz z mikroanalizą rentgenowską, transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM), dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD), rentgenowska analiza fazowa (XRD), analizy materiału stosując promieniowanie synchrotronowe oraz dla określenia własności mechanicznych materiałów przeprowadzono badania wytrzymałości mechanicznej (statyczna próba rozciągania, badania udarności Charpy'ego), mikrotwardości metodą Vickersa.

W drugiej części rozprawy dotyczącej badań własnych, przedstawiono plan badawczy podzielony na 4 etapy. Następnie scharakteryzowano strukturę, skład chemiczny i fazowy oraz własności materiału badań – stali 14MoV6-3 w stanie dostawy oraz po eksploatacji w elektrociepłowni w czasie 164 000h i 302 000h.

W rozprawie omówiono wpływ odkształcenia zmęczeniowego na mikrostrukturę, skład fazowy oraz właściwości stali 14MoV6-3 po próbach zmęczenia niskocyklowego oraz pełzanie-zmęczenie.

Do ważnych osiągnięć należy zaliczyć określenie mechanizmów degradacji, stopnia deformacji materiału, ewolucji defektów mikrostruktury w zależności od stopnia żywotności materiału, które uzyskano dzięki zastosowaniu techniki EBSD (poprzez analizę map fazowych, map orientacji, parametru KAM (z ang. *Kernel Average Misorientation*) oraz odchylenia orientacji względnej ziarna (GROD – z ang. *Grain Reference Orientation Deviation*).

Na pozytywną ocenę zasługuje część wdrożeniowa pracy, która obejmowała wyznaczenie algorytmów analizy wyników badań, w celu możliwości dalszej eksploatacji elementów kotłów.

Należy stwierdzić, że Pani mgr inż. Magdalena Jakubowska zrealizowała założony cel pracy oraz udowodniła postawioną tezę, rozwiązując problemy badawcze w niej przedstawione, poprzez właściwy dobór technik badawczych, załączoną dokumentację w postaci obrazów mikrostruktur, wykresów i zależności.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

Rozprawa została napisana przejrzysto i jasno. Zastosowano odpowiednią liczbę rysunków, obrazów, schematów i tablic, koniecznych dla właściwego wyjaśnienia założonych zagadnień badawczych. Poszczególne wyniki były szczegółowo omawiane. Pani mgr inż. Magdalena Jakubowska wykazała się bardzo dobrym warsztatem naukowym, stosując zaawansowane metody badawcze, tym samym udowodniła umiejętność analizy, oceny otrzymanych wyników badań, prowadząc do prawidłowo przeprowadzonej dyskusji wyników badań oraz wysunięcia właściwych wniosków. W związku z powyższym pragnę stwierdzić, że Autorka wykazała się bardzo dobrym przygotowaniem do samodzielnego rozwiązywania zadań badawczych zarówno teoretycznych, jak i praktycznych. Biorąc pod uwagę omówione powyżej wyniki badań, zastosowane metody badawcze, rozprawę doktorską Pani mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej uważam za bardzo wartościową. W pracy zauważono drobne nieścisłości edycyjne, które nie wpływają na moją pozytywną ocenę rozprawy doktorskiej. Jednocześnie pozwolę sobie na przedstawienie kilku uwag:

1. W rozprawie stwierdzono, stosując mikroanalizę rentgenowską (EDS), obecność manganu (rys. 47-49) w materiale w stanie dostarczonym do badań, oraz w materiałach po 164 000h i 302 000h eksploatacji w węglkach bogatych w chrom i żelazo (rysunek 50a-b). Nie dyskutowano jego braku w przypadku wyników uzyskanych za pomocą rentgenowskiej analizy fazowej oraz promieniowania synchrotronowego. Czy można określić zatem rolę manganu w badanym materiale poddanym procesom zmęczeniowym?
2. Jak należy rozumieć wyniki analizy składu chemicznego materiałów po eksploatacji (Tabela 15), wykonane za pomocą spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS), tzw. lekkich pierwiastków (np. C) rozpatrując błąd pomiaru? Jaki jest błąd pomiaru dla tego pierwiastka?
3. Zastosowane metody badawcze były adekwatnie dobrane w celu rozwiązania założonego w rozprawie problemu badawczego. Jednocześnie pojawia się pytanie o możliwość rozszerzenia o inne techniki badawcze?
4. Odnośniki literaturowe w tekście rozprawy wymagają uporządkowania

5. Legendy na rysunkach 95-98 są takie same, natomiast dotyczą różnych testów zmęczeniowych
6. Na str. 113 stwierdzono, że: „Wartości wielkości ziarna dla stanu wyjściowego ..oraz materiałów po 164 000h i 302 000h eksploatacji po testach zmęczenia niskocyklowego (LCF) osiągały wyższe wartości w porównaniu do testów pełzania ze zmęczeniem (CF).” Czy wyniki te zostały przedstawione na rysunku 98a czy 98b?

4. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

Mgr inż. Magdalena Jakubowska w swojej rozprawie doktorskiej pt. „*Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji zmęczenie – pełzanie na degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach*” rozwiązała założone zadanie badawcze, które wymagało od Autorki podstawowej wiedzy dotyczącej mechanizmów degradacji materiałów pracujących w zmiennych w czasie obciążeniach mechanicznych i termicznych. Opiniowana rozprawa ma wartość poznawczą i aplikacyjną. Postawiony cel pracy został osiągnięty, a sformułowana teza udowodniona. Dla wykazania słuszności celu rozprawy przeprowadzono wiele czaso- i pracochłonnych badań, stosując nowoczesne techniki badawcze. Należy stwierdzić, iż Pani mgr inż. Magdalena Jakubowska dokonała dogłębnej analizy literaturowej, a w oparciu o prawidłowo zaplanowane i wykonane badania, uzyskała oryginalne, użyteczne i szczegółowo udokumentowane rezultaty. Pani mgr inż. M. Jakubowska przeprowadziła właściwą dyskusję ich wyników, co pozwala zauważyć, że posiada niezbędną wiedzę z zakresu inżynierii materiałowej, oraz że bardzo dobrze opanowała warsztat badawczy potrzebny do realizacji pracy.

W związku z powyższym, stwierdzam, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej spełnia ustawowe wymagania stawiane kandydatom do stopnia doktora, określone ustawą o stopniach i tytułach naukowych (Ustawa z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce - Dz. U. 2018 r., poz. 1668). Na tej podstawie wnoszę do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie o dopuszczenie Pani mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego, jednocześnie wnoszę o wyróżnienie rozprawy.

