

Poznań, 30.12.2024 r.

prof. dr hab. inż. Michał Kulka  
Politechnika Poznańska  
Wydział Inżynierii Materiałowej i Fizyki Technicznej  
Instytut Inżynierii Materiałowej

## **RECENZJA**

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

Recenzję rozprawy doktorskiej mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej opracowałem zgodnie z uchwałą Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie z dnia 17.10.2024 r. na podstawie pisma Dyrektora Instytutu, Pani dr hab. Joanny Wojewoda-Budka, prof. instytutu z dnia 31.10.2024 r.

#### **1. Analiza pracy**

Rozprawa doktorska pt. „*Wpływ zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji zmęczenie-pełzanie na degradację stali 14MoV6-3 pracującej w podwyższonych temperaturach*” związana jest z perspektywnym kierunkiem rozwoju inżynierii materiałowej dotyczącym badań zachowania materiałów oraz ich właściwości w podwyższonej temperaturze i w warunkach zmiennych naprężeń. Jednym z głównych problemów większości elementów pracujących w podwyższonej temperaturze w elektrowniach na paliwa stałe jak i elektrowniach jądrowych są uszkodzenia wynikające ze zmęczenia niskocyklowego wskutek częstych powolnych rozruchów, wyłączeń oraz zmian ciśnienia i temperatury w trakcie eksploatacji. Ponadto, w trakcie pracy w podwyższonej temperaturze występuje pełzanie. W konsekwencji, elementy ciśnieniowe narażone są na działanie zjawisk zmęczenia oraz pełzania, jak również jednoczesnej interakcji zmęczenie – pełzanie. Znajomość tych zjawisk odgrywa znaczącą rolę w projektowaniu części narażonych na działanie ciśnienia oraz temperatury. Właśnie te zagadnia poruszone zostały w rozpatrywanej rozprawie doktorskiej.

Rozprawa doktorska mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej wraz z częścią wstępną, spisem treści, wykazem najważniejszych oznaczeń i skrótów, bibliografią (156 pozycji) oraz

streszczeniami w języku polskim i angielskim liczy 164 strony. Rozprawa ma układ treści typowy dla większości tego typu prac i została podzielona na *Wprowadzenie* oraz siedem głównych części: *I. Przegląd literatury*, *II. Teza i cel pracy*, *III. Części eksperymentalna*, *IV. Dyskusja wyników badań*, *V. Część wdrożeniowa*, *VI. Wnioski* i *VII. Bibliografia*. Należy podkreślić, że układ treści jest bardzo przejrzysty, co ułatwia czytelnikowi wyszukanie interesujących go informacji. Pracę poprzedzono krótkim *Wprowadzeniem*, w którym Autorka nakreśliła wyzwania związane z eksploatacją bloków energetycznych, szczególnie tych opalanych węglem kamiennym i brunatnym, w aspekcie zapotrzebowania na większą sprawność cieplną i większą elastyczność operacyjną nowoczesnych elektrowni, podkreślając, że zrozumienie i przewidywanie zachowania materiałów w ekstremalnych warunkach eksploatacyjnych jest kluczowe dla zapewnienia stabilności dostaw energii i bezpieczeństwa energetycznego kraju. Dość precyzyjnie nakreśliła przyczyny podjęcia próby określenia wpływu zmęczenia niskocyklowego oraz interakcji pełzanie-zmęczenia na degradację stali żarowytrzymałych pracujących w podwyższonej temperaturze.

W rozprawie zaprezentowano badania, których celem była analiza odporności niskostopowej żarowytrzymałej stali 14MoV6-3 na procesy degradacyjne występujące podwyższonej temperaturze oraz zmiennych warunkach obciążenia, co generowało zmienne naprężenia. Praca obejmowała 4 główne etapy. W pierwszych dwóch wyselekcjonowano materiały eksploatowane w ciągu długiego czasu pod ciśnieniem 14,8 MPa w temperaturze 540 °C z dwóch sekcji rurociągu i scharakteryzowano materiał poeksploatacyjny pod kątem pełzania. Trzeci etap pracy obejmował modelowane badania zmęczeniowe tych materiałów mające na celu symulację zmiennych warunków pracy elementów rurociągu i analizę ich reakcji na krytyczne warunki eksploatacyjne. Przeprowadzono testy niskocyklowego zmęczenia oraz testy pełzanie-zmęczenie. Ostatni etap badań obejmował analizę otrzymanych wyników oraz opracowanie metodologii prognozowania bezpiecznego czasu eksploatacji urządzeń ciśnieniowych pracujących w warunkach, w których może dojść do zmęczenia i pełzania. Badania realizowane były w ramach projektu „Doktorat Wdrożeniowy” finansowanego przez Ministerstwo Edukacji i Nauki, a zatem część wdrożeniowa pracy jest jej istotnym aspektem.

### **1.1. Analiza stanu zagadnienia**

Pierwsza część pracy *I. Przegląd literatury* dotyczy analizy stanu zagadnienia i obejmuje cztery główne rozdziały: *1. Energetyka w Polsce*, *2. Niszczenie elementów kotłów i rurociągów*, *3. Żarowytrzymałość* i *4. Wpływ niestabilnych warunków eksploatacji na*

*skracanie trwałości użytkowej bloków energetycznych.* W pierwszym rozdziale Autorka opisuje w zwarty sposób stan energetyki w Polsce w świetle polityki energetycznej państwa, której celem jest dywersyfikacja źródeł produkcji energii elektrycznej, wprowadzenie energetyki jądrowej, poprawa bezpieczeństwa dostaw energii oraz zwielokrotnienie stosowania odnawialnych źródeł energii (OZE). Doktorantka przedstawiła dynamikę wzrostu mocy uzyskiwanej z OZE oraz udział różnych źródeł w produkcji energii, która na koniec 2022 r. w aż 70,7% była wytwarzana z węgla, a także scharakteryzowała działające oraz będące w budowie bloki krajowego systemu energetycznego oparte o węgiel kamienny i brunatny. Wskazała też czynniki, od których zależy rozwój krajowej energetyki, podkreślając, że rosnące wymagania w zakresie czystości i stabilnych parametrów pary produkowanej w kotłach energetycznych spowodowały zmianę wymagań eksploatacyjnych stawianych obsłudze kotłów i turbin. Zwróciła uwagę na konieczność monitorowania najbardziej obciążonych elementów kotłów zarówno podczas ustalonej pracy, jak i w stanach nieustalonych (rozwój i wyłączenie kotłów), zwłaszcza, gdy mamy do czynienia ze zmęczeniem, czy interakcją pełzanie-zmęczenie. W rozdziale drugim zostały scharakteryzowane mechanizmy niszczenia elementów kotłów i rurociągów ze szczególnym uwzględnieniem zmęczenia, pełzania oraz interakcji pełzanie-zmęczenie. Autorka opisuje czynniki związane ze zmęczeniem elementów kotłów energetycznych, wskazując narażone elementy kotła, materiały podlegające zmęczeniu, możliwy obszar oddziaływania mechanizmu degradacji oraz czynniki krytyczne. Dość szczegółowo charakteryzuje też mechanizm pełzania z uwzględnieniem dekohezji stali chromowo-molibdenowej podczas tego zjawiska. Wiele uwagi Autorka poświęciła interakcji pełzanie-zmęczenie i ta część pracy zasługuje na specjalną uwagę, zwłaszcza w zakresie modelowania interakcji pełzania i zmęczenia, opisu zmian mikrostruktury obserwowanych w wyniku pełzania i zmęczenia, czy modelu szacowania trwałości materiału poddanego pełzaniu i zmęczeniu z zastosowaniem techniki EBSD. W rozdziale trzecim (*Żarowytrzymałość*) zdefiniowano pojęcia żarowytrzymałości i żaroodporności oraz przedstawiono kilka interesujących zagadnień związanych z właściwościami stali w podwyższonej temperaturze, klasyfikacją stali energetycznych oraz wpływem umocnienia i odkształcenia metali w wysokich temperaturach na mikrostrukturę ze szczególnym uwzględnieniem zmian mikrostruktury stali 14MoV6-3 w wyniku pełzania. W rozdziale czwartym (*Wpływ niestabilnych warunków eksploatacji na skracanie trwałości użytkowej bloków energetycznych*) Doktorantka wskazuje, że ogólne kryteria oceny degradacji stali eksploatowanych w warunkach ciągłych (w efekcie pełzania) obejmują zmiany ich struktury, m.in. stopień zaawansowania zmian (w wyniku zdrowienia,

czy rekrytalizacji, przemian węglikowych, wydzielania faz międzymetalicznych, zmian morfologii faz), poziom degradacji poszczególnych faz (bainitu, perlitu, odpuszczonego martenzytu) oraz stopień zubożenia osnowy w pierwiastki stopowe. Podaje też wytyczne oceny i kwalifikacji materiału do dalszej eksploatacji z uwzględnieniem jego uszkodzeń po procesie pełzania dla stali 14MoV6-3 według zasad podanych w „Wytycznych Urzędu Dozoru Technicznego nr 1/2015”. Jednak Autorka słusznie zauważa, że eksploatacja elementów pracujących w warunkach pełzania wychodzi poza zakres pracy ciągłej, zmienna temperatura oraz zmienne naprężenia intensyfikują zachodzące zmęczenie materiału, a praca w systemie regulacyjnym prowadzi do dodatkowych zmian w materiałach, zarówno w warunkach pełzania, jak i poniżej temperatury granicznej  $T_g$  tego mechanizmu. Doktorantka wskazuje możliwe mechanizmy zniszczenia w zależności od relacji między temperaturą eksploatacji  $T_e$  a temperaturą graniczną  $T_g$ . Podsumowując, autorka stwierdza, że wszelkie niestabilne warunki eksploatacji, zwłaszcza częste uruchomienia i odstawienia, znacząco przyspieszają procesy niszczenia elementów ciśnieniowych bloków energetycznych.

#### Uwagi i wątpliwości do tej części pracy

Szkoda, że ta pierwsza część pracy (*I. Przegląd literatury*) nie została zakończona podsumowaniem analizy stanu zagadnienia. Co prawda, pewne elementy takiego podsumowania znaleźć można w części drugiej (*II. Teza i cel pracy*). Jednak w mojej opinii, to podsumowanie, uzasadniające podjęcie tematu rozprawy, powinno kończyć część pierwszą.

#### **1.2. Teza i cel pracy**

Druga część pracy zatytułowana *II. Teza i cel pracy* rozpoczyna się od krótkiego podsumowania analizy stanu zagadnienia, które, jak już wspomniałem wcześniej, powinno kończyć część pierwszą pracy. Następnie Doktorantka formułuje następującą tezę pracy: „*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 formułuje cel pracy jako „*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*” oraz trafnie wskazuje zadania służące realizacji celu pracy.

#### Uwagi i wątpliwości do tej części pracy

Wstępny fragment tej części pracy powinien znaleźć się w podsumowaniu analizy stanu zagadnienia, co zostało już wcześniej zasygnalizowane.

### **1.3. Część eksperymentalna**

Część doświadczalna rozprawy została podzielona na dwa główne rozdziały: 5. *Material i procedury badawcze* oraz 6. *Wyniki badań*. Na początku rozdziału piątego Autorka wskazuje cztery główne etapy: 1. Wyselekcjonowanie materiałów konstrukcyjnych pracujących w podwyższonej temperaturze, 2. Badania wstępne wyselekcjonowanego materiału – stali 14MoV6-3 w stanie wyjściowym oraz po eksploatacji, 3. Badania zmęczeniowe stali 14MoV6-3 w stanie wyjściowym oraz po eksploatacji, 4. Analiza wyników badań. Czwarty etap miał doprowadzić do opracowania metodyki prognozowania bezpiecznego czasu eksploatacji urządzeń ciśnieniowych pracujących w warunkach zmęczenie – pełzanie. Do badań zastosowano próbki w stanie wyjściowym oraz materiały pobrane z kotła energetycznego po dwóch czasach eksploatacji 164000 godzin i 302000 godzin. Doktorantka opisała testy niskocyklowego zmęczenia (LCF) oraz testy pełzanie – zmęczenie (CF) przeprowadzone na serwohydraulicznej maszynie zmęczeniowej INSTRON 8502 z zastosowaniem pieca oporowego umożliwiającego osiągnięcie temperatury docelowej 540 °C, geometrię próbek przeznaczonych do tych testów oraz oszacowała naprężenia rurociągu dla obu testów oraz czas przetrzymywania dla testu pełzanie – zmęczenie stosując trzy metody szacowania naprężeń zredukowanych, z których jako najbardziej odpowiednią uznano metodę elementów skończonych MES. Badane materiały (w stanie wyjściowym oraz po dwóch czasach eksploatacji) po testach zmęczeniowych poddano analizie mikrostruktury oraz wybranych właściwości mechanicznych. Na podkreślenie zasługuje fakt, że analizę mikrostruktury przeprowadzono z zastosowaniem nowoczesnych technik badawczych takich, jak: dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych EBSD, skaningowa mikroskopia elektronowa SEM, transmisyjna mikroskopia elektronowa TEM, czy promieniowanie synchrotronowe. W zakresie badań właściwości mechanicznych przeprowadzono statyczną

próbę rozciągania, badania udarności oraz twardości. Podano też minimalne krytyczne wymagania odnośnie badanych właściwości dla stali 14MoV6-3 w stanie wyjściowym. Autorka wykazała się bardzo dobrą znajomością nowoczesnych metod i technik badawczych oraz umiejętnością właściwego ich doboru.

W rozdziale szóstym Doktorantka bardzo obszernie i szczegółowo przedstawia otrzymane wyniki badań. Zaczyna od właściwości mechanicznych wyznaczonych na podstawie statycznej próby rozciągania przeprowadzonej w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze 540 °C dla próbek w stanie wyjściowym oraz po długotrwałej eksploatacji. Analizuje temperaturę przejścia w stan kruchy oraz twardość HV10 badanych próbek. Następnie bardzo szczegółowo analizuje wpływ czasu eksploatacji na mikrostrukturę i skład fazowy stali 14MoV6-3, zmiany mikroodkształcenia po eksploatacji oraz wpływ rodzaju obciążeń na zachowanie tej stali podczas testu niskocyklowego zmęczenia i testu pełzanie – zmęczenie, wpływ odkształcenia zmęczeniowego na mikrostrukturę i skład fazowy po obu wariantach testu (LCF i CF), ewolucję defektów mikrostruktury stali 14MoV6-3 z wykorzystaniem analizy lokalnych zmian kąta dezorientacji w płaszczyźnie prostopadłej do pęknięcia i w zależności od stopnia żywotności, defekty mikrostruktury w płaszczyźnie prostopadłej do pęknięcia z wykorzystaniem analizy sychrotronowej (dla testu LCF w funkcji odległości od pęknięcia, a dla testu CF w funkcji żywotności materiału), twardość HV1 materiałów po testach LCF (w funkcji odległości od pęknięcia) i CF (w funkcji żywotności materiału). Ta część rozprawy ilustrowana jest wysokiej jakości obrazami mikrostruktury oraz wykresami, co zasługuje na szczególne podkreślenie.

W części czwartej pracy (*Dyskusja wyników badań*) Autorka przeprowadza rzeczową dyskusję nad wpływem długotrwałej eksploatacji na degradację strukturalną i właściwości wytrzymałościowe stali 14MoV6-3 oraz wpływem naprężeń zmęczeniowych na zmiany strukturalne tej stali. Następnie podsumowuje zmiany mikrostrukturalne podczas mechanizmów pełzania, niskocyklowego zmęczenia oraz pełzania ze zmęczeniem.

Istotną częścią pracy jest część piąta, wdrożeniowa, zatytułowana „*Ocena stanu elementów pracujących w warunkach pełzania i zmęczenia niskocyklowego*”. Na wstępie Doktorantka stwierdza, że „*Celem wdrożeniowym rozprawy doktorskiej było ustalenie algorytmów analizy wyników badań dla prognozowania dalszej eksploatacji elementów kotłów energetycznych pracujących w interakcji pełzanie – zmęczenie*”. Na podstawie otrzymanych wyników, zgodnie z wytycznymi Urzędu Dozoru Technicznego, Autorka wyodrębila 10 etapów takiego algorytmu: 1. Wybór obszarów do badań, 2. Wybór metod defektoskopowych, 3. Pomiar cech geometrycznych i wielkości odkształceń trwałych, 4. Analiza wyników pomiarów cech

geometrycznych i wielkości odkształcenia oraz badań defektoskopowych, 5. Ocena stopnia wyczerpania struktury w oparciu o Wytyczne Urzędu dozoru Technicznego nr 1/2015, 6. Naprawa uszkodzonego elementu, 7. Analiza obliczeniowa uszkodzonego elementu, 8. Badania na próbce SPT (Small Punch Test), 9. Analiza struktury Technika EBSD, 10. Ocena stopnia wyczerpania trwałości oraz prognoza. Schemat algorytmu oceny stanu elementów pracujących w warunkach pełzania i niskocyklowego zmęczenia Doktorantka przedstawiła na rysunku 116. Jest to niekwestionowane osiągnięcie jej rozprawy doktorskiej.

W części siódmej rozprawy („Wnioski”) zawarto bardzo zwarte i jednocześnie precyzyjne wnioski z przeprowadzonych badań. Zrealizowano przy tym sformułowany przez Autorkę cel rozprawy i potwierdzono jej tezę. Bibliografia (część ósma rozprawy) obejmuje 156 pozycji, w większości dobrze dobranych i obejmujących wiele artykułów naukowych z ostatnich kilku lat.

#### Uwagi i wątpliwości do tej części pracy

1. W rozdziale 5.2 *Testy cykliczne typu zmęczenie niskocyklowe (LCF) oraz pełzanie - zmęczenie* brakuje informacji, w jaki sposób poddawano badane próbki obciążeniu i jakiego rodzaju naprężenia generowano w próbkach.
2. W rozdziale 6.1 *Analiza właściwości wytrzymałościowych materiału w stanie wyjściowym oraz po eksploatacji* Tabelę 14 zatytułowano: „Wyniki badań wytrzymałościowych...”, co powielono w jednej z kolumn tabeli („Właściwości wytrzymałościowe”). Tymczasem w tabeli zaprezentowano nie tylko właściwości wytrzymałościowe. Wydaje się, że powinno być: „Wybrane właściwości mechaniczne”.

Na podkreślenie zasługuje redakcyjna część pracy i forma prezentacji wyników badań. Praca jest bogato ilustrowana wysokiej jakości fotografiami i wykresami. W pracy zauważono błędy edytorskie, interpunkcyjne, czy stylistyczne, które zostaną przekazane Autorce ustnie.

## **2. Wniosek końcowy**

Zamieszczone w niniejszej recenzji uwagi krytyczne i wątpliwości nie umniejszają niekwestionowanej wartości pracy. Dorobek publikacyjny mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej obejmuje 2 artykuły naukowe opublikowane w czasopiśmie posiadających współczynnik wpływu Impact Factor i odnotowane w bazie Scopus. Na podkreślenie zasługuje fakt, że doktorantka opublikowała już część wyników zaprezentowanych w swojej rozprawie doktorskiej. **Przedłożona rozprawa doktorska stanowi znaczny wkład Doktorantki w rozwój inżynierii materiałowej, a dokładniej zachowania stali żarowytrzymałej i jej**

właściwości w podwyższonej temperaturze oraz w warunkach zmiennych naprężeń. Stosowane przez Doktorantkę nowoczesne metody i techniki badawcze świadczą pozytywnie o jej dojrzałości naukowej, o dogłębnej wiedzy w badanej dziedzinie i **o zdolności do samodzielnego zaplanowania i przeprowadzenia eksperymentu.**

Reasumując, recenzowana rozprawa doktorska **jest oryginalnym rozwiązaniem zaprezentowanego w niej zagadnienia naukowego.** Mgr inż. Magdalena Jakubowska podjęła w niej problem, który ma istotne znaczenie z punktu widzenia poznawczego i aplikacyjnego. Trafnie określiła założenia dotyczące jego analizy i z sukcesem zrealizowała badania naukowe. **Wnioskuje o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej.**

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska **spełnia wymogi ustawy** stawiane rozprawom na stopień doktora nauk inżynieryjno-technicznych. **Niniejszym wnoszę do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie o przyjęcie rozprawy, dopuszczenie Autorki, mgr inż. Magdaleny Jakubowskiej, do publicznej obrony, a po jej pozytywnym przebiegu o nadanie jej stopnia doktora nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.**

