

Recenzja pracy doktorskiej

mgr inż. Klaudii Klimaszewskiej pt.:

Stabilność mikrostruktury i właściwości mechanicznych żarowytrzymałych stali austenitycznych Super 304H i HR3C

Niniejszą recenzję opracowano na zlecenie Kierownika dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów Politechniki Częstochowskiej (z dnia 12.04.2023r).

Ocena istotności problemu naukowego rozprawy

Unijna polityka przeciwdziałania zmianie klimatu, zakłada zmiany w różnych sektorach gospodarki w tym w sektorze energetycznym. Zmiany mają dotyczyć przede wszystkim redukcji emisji gazów cieplarnianych o 80-95% do roku 2050 w odniesieniu do poziomu z roku 1990. Jednakże zanim cel klimatyczny zostanie osiągnięty powinna być zapewniona stabilność systemu elektroenergetycznego. Jest to bezpośrednio związane z koniecznością wymiany i modernizacji dotychczasowej infrastruktury energetycznej. Zachowanie a nade wszystko wzrost sprawności bloków energetycznych zmniejsza negatywne oddziaływanie przemysłu energetycznego na środowisko. Wysoka sprawność energetyczna bloków wymaga stosowania nowoczesnych materiałów konstrukcyjnych o wyższej wytrzymałości na pełzanie i zwiększonej odporności korozyjnej w porównaniu do materiałów dotychczas stosowanych.

Zasadniczym problemem podjętym w rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Klaudii Klimaszewskiej są badania mikrostrukturalne oraz mechaniczne stali austenitycznych Super 304H i HR3C po procesach starzenia, które mogą symulować warunki degradacji struktury. W tym kontekście wybór tematyki pracy doktorskiej Pani mgr inż. Klaudii Klimaszewskiej jest w pełni uzasadniony z punktu widzenia przyjętej strategii oceny stabilności strukturalnej wybranych stali żarowytrzymałych. Należy dodać, iż praca ta, wpisuje się także w nurt tematyki

badawczej realizowanej w Katedrze Inżynierii Materiałowej na Wydziale Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów Politechniki Częstochowskiej.

Przedłożone do oceny opracowanie zostało przygotowane w formie oprawionego wydruku komputerowego formatu A4 o objętości 116 stron. Struktura rozprawy nie odbiega od przyjętych standardów dla tego rodzaju opracowań. Doktorantka podzieliła pracę na dwie zasadnicze części. Pierwsza z nich, zatytułowana „Przegląd literatury”, zajmuje 37 stron. Tę część pracy kończy rozdział „Uzasadnienie tematu pracy”. Druga część, którą należy zaliczyć do części eksperymentalnej przedstawiona została na 65 stronach, co stanowi około 2/3 objętości pracy. Tą część pracy otwierają rozdziały „Teza i cel pracy”, jej „Zakres”, a także „Materiał i metodyka badań”. Kolejne rozdziały to „Wyniki badań i ich analiza”. Część praktyczną kończy rozdział „Podsumowanie, stwierdzenia i wnioski”. Całość opracowania dopełnia „Literatura” poprzedzona spisem rysunków i tabel. W spisie literatury, Doktorantka podaje 159 pozycji krajowych i zagranicznych, do których odwołuje się w swojej pracy doktorskiej. Praca zawiera 100 rysunków i 10 tabel.

Merytoryczna ocena pracy

Szczegółowe studium literaturowe Doktorantka przedstawiła w dwóch zasadniczych rozdziałach. W pierwszym Autorka scharakteryzowała stale austenityczne Super 304H i HR3C i szczegółowo omówiła rolę pierwiastków stopowych. Podsumowanie tego rozdziału przedstawiła na stronie 22, gdzie w formie tablicy zestawiała tzw. „wpływ pozytywny” i „negatywny” najważniejszych pierwiastków na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne. Dokonała również opisu mikrostruktury i właściwości żarowytrzymałych stali austenitycznych. Scharakteryzowała strukturę stali w stanie dostawy (po przesycaniu), odniosła się do przedstawienia roli wydzielen pierwotnych, a także poruszyła zagadnienie przemiany ferrytu w austenit i fazę sigma. Przedstawiła również rolę mechanizmów umocnienia (roztworowego, dyslokacyjnego, granicami ziaren oraz wydzieleniowego) w kształtowaniu właściwości mechanicznych. Szczególnie podkreśliła znaczenie umocnienia roztworowego i wydzieleniowego jako jedne z najważniejszych w przypadku analizowanych stali. W kolejnym rozdziale omówiła czynniki wpływające na degradację mikrostruktury oraz opisała ich wpływ na właściwości mechaniczne. Opisała w jaki sposób podczas eksploatacji/ starzenia dochodzi do obniżenia właściwości wytrzymałościowych. Stwierdzam, że w tej części pracy, umiejętnie skorelowała mechanizmy umocnienia ze zmianami struktury oraz właściwościami mechanicznymi. Dużo uwagi poświęciła omówieniu roli umocnienia wydzieleniowego, a podsumowanie tej tematyki Doktorantka zawarła w postaci tabelarycznej. Przedstawienie

najważniejszych wniosków z przeglądu literaturowego w formie tabel jest ciekawym i dość oryginalny sposobem na zaznajomienie czytelnika z przedstawianą problematyką badawczą, gdyż jest to forma jasna i czytelna. Trzeci rozdział został poświęcony „Uzasadnieniu wyboru tematu” i przekonuje czytelnika co do słuszności wyboru tematyki badawczej. Ta część rozprawy jest dobrze przygotowana. Studium literaturowe zostało przeprowadzone, jak już wspomniałam w sposób przejrzysty i logiczny. Omówiona problematyka w części literaturowej koresponduje z tematem pracy oraz problematyką zaprezentowaną w części praktycznej.

Sformułowanie celu i zakresu pracy otwiera eksperymentalną część pracy. Ta część pracy również została napisana w sposób zwięzły i skompensowany. Przedstawiony przez Doktorantkę cel rozprawy sprowadza się do scharakteryzowania zmian mikrostruktury żarowytrzymałych stali austenitycznych Super304H i HR3C z uwzględnieniem procesów wydzieleniowych oraz określenia ich wpływu na wybrane właściwości mechaniczne.

Dla realizacji postawionego celu, Doktorantka zaproponowała przemyślany program badań eksperymentalnych, który zawierał:

- 1) Przeprowadzenie procesów starzenia wg. założonych parametrów temperaturowo-czasowych;
- 2) Badania strukturalne, które obejmowały: analizę składu chemicznego, badania mikroskopowe z uwzględnieniem mikroskopii świetlnej, skaningowej mikroskopii elektronowej z wykorzystaniem analizatora EDS, mikroskopii elektronowej transmisyjnej oraz rentgenowskiej analizy fazowej;
- 3) Komputerową analizę obrazu;
- 4) Badania właściwości mechanicznych, które obejmowały: pomiar twardości HV oraz próby udarności.

Oceniając tę część pracy, muszę stwierdzić, iż Doktorantka zebrała sporych rozmiarów materiał z badań. Widać, również że Doktorantka dołożyła starań aby zadbać o jak najlepsze przygotowanie eksperymentu i opracowanie wyników badań. Szczególnie doceniam zastosowanie transmisyjnej mikroskopii elektronowej do określenia składu fazowego wydzieleni. Badania strukturalne są przedstawione chronologicznie, najpierw opisana jest struktura w stanie wyjściowym. Doktorantka skupiła się na identyfikacji składu chemicznego i fazowego faz węglkowych oraz faz międzymetalicznych z wykorzystaniem dyfrakcji elektronów. Podobny schemat prezentowania wyników badań został zastosowany do stali poddanej starzeniu. Ciekawą metodologię z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej zastosowano do oceny udziału objętościowego oraz pomiaru średniej średnicy wydzieleni fazy sigma. Na podstawie przeprowadzonych badań Doktorantka otrzymała ciekawe zależności

wpływu czasu starzenia oraz temperatury na średnią średnicę wydzieleni fazy sigma oraz ich udział objętościowy. Doktorantka dokonała ponadto analizy wielkości ziarna austenitu podczas starzenia. Do analizy wielkości ziarna wyselekcjonowała próbki starzone w temperaturze 700°C. Próbki analizowano w stanie wyjściowym, po starzeniu w czasie 100h 10000h i 30000h. Opis badań i ich analiza są niemal kompletne i nie budzą większych zastrzeżeń.

Próbie opisu właściwości mechanicznych również oceniam wysoko. Załączone rysunki pokazujące porównanie właściwości mechanicznych stali Super 304H i HR3C w oparciu o pomiary twardości i udarności są przejrzyste i dobrze uzupełniają tekst, który jest napisany poprawnie. Również wykresy, na których pokazano zmiany twardości i udarności stali po starzeniu są przejrzyste i pozwalają dobrze zrozumieć diskutowane wyniki. Duża część wyników badań została przedstawiona w „Podsumowaniu”, gdzie zawarto wyniki badań dotyczące sekwencji procesu wydzieleniowego w stali Super 304H i HR3C głównie w oparciu o wykonane badania z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Szczególnie wartościowe są przygotowane przez Doktorantkę wykresy czas-temperatura-wydzielanie dla obydwu stali. W podsumowaniu Doktorantka zawarła również informację o czynnikach wpływających na niestabilność i degradację mikrostruktury oraz właściwości mechaniczne.

Część teoretyczną pracy kończy rozdział „Stwierdzenia i wnioski”, które uwzględniają najważniejsze spostrzeżenia wynikające ze zrealizowanych badań. Stwierdzam, że Doktorantka poprzez zrealizowany program badań oraz analizę uzyskanych wyników uzyskała poszerzoną wiedzę na temat stabilności mikrostruktury i właściwości mechanicznych dwóch żarowytrzymałych stali.

Muszę zaznaczyć, iż tekst rozprawy został przygotowany z poszanowaniem reguł języka polskiego. Strona redaktorska pracy nie budzi większych zastrzeżeń, gdyż błędy redakcyjne były nieliczne.

Wymienię najważniejsze uchybienia:

Str. 55, rys. 47c - pokazano ten sam rysunek;

Str. 47. Proszę o informację co oznacza termin bliźniaki koherentne i nie koherentne, gdyż w tekście nie doszukałam się definicji;

Str. 47, rys. np. 39, 40 powinien być opisany a) i b);

Np. Str. 48, rys. 41b) i str. 49 rys. 42) i 43). Rozwiązania dyfrakcji powinny być opisane wg. jednego schematu, tymczasem na rysunkach pojawia się różny sposób zapisu płaszczyzn hkl lub jest ich brak.

Str.60. drobne błędy językowe „Na nasilenie procesu zarodkowania (...) wpływać również może drobnoziarnista struktura oraz zdefektowanie jej struktury- (...)”.

Str. 93. Czytamy: „W stali Super 304H pierwszymi wydzieleniami wtórnymi ujawnionymi wewnątrz ziaren w badanym materiale były (.....). Część z tych cząstek wydzielona była na dyslokacjach i w pobliżu błędów ułożenia”. Brakuje tutaj powołania na literaturę, gdyż obrazy TEM dotyczą głównie analizy składu fazowego i nie obejmują raczej analizy osnowy, poza drobnymi wyjątkami.

Czuję się zobligowana do poruszenia kilku kwestii dyskusyjnych, do których Pani mgr inż. Klaudia Klimaszewska będzie miała możliwość ustosunkować się podczas publicznej obrony:

- 1) Str. 94. Czytamy: Istotnie również wpływa na wydzielanie się fazy sigma skład chemiczny stopu oraz wielkość ziarna- drobnoziarnista struktura przyspiesza wydzielanie się tej fazy”. Proszę o odpowiedź dlaczego drobnoziarnista struktura przyspiesza wydzielanie fazy?
- 2) Str. 88. Czytamy: „Na obniżenie odporności badanych stali ma wpływ postępujący zanik bliźniaków w mikrostrukturze”. Proszę o rozwinięcie tej myśli.
- 3) W pracy dokonano analizy ilościowej fazy sigma. Z przedstawionych danych na przykład na rys. 49 str. 57 (obrazy uzyskane na podstawie badań SEM) można doszukać się „wysp” wewnątrz których widoczne są skupiska wydzieleni fazy sigma. Proszę o informację jak trawiono zgłady (do badań na mikroskopie świetlnym) aby zapobiec przetrwaniu próbki? Czy analizy ilościowej fazy sigma dokonywano przy stałym powiększeniu?
- 4) Na str. 51 czytamy: „W stalach austenitycznych wydzielanie się fazy sigma może odbywać się na trzy sposoby: 1) niezależnie z austenitu, 2) w wyniku rozpadu ferrytu, 3) w wyniku przemiany in-situ węglików $M_{23}C_6$ ”. Proszę o informację w jaki sposób następuje wydzielanie fazy sigma w analizowanych materiałach?
- 5) Kolejne pytanie wiąże się z pytaniem nr 4. W eksperymencie poświęcono dużo uwagi fazie sigma, (analiza zmiany udziału objętościowego oraz zmiany wielkości wydzieleni podczas długotrwałej ekspozycji). Jednakże rola wydzieleni węglików $M_{23}C_6$ jest również znamienna szczególnie gdy „wzrost wielkości fazy sigma odbywa się poprzez rozpuszczenie węglików $M_{23}C_6$ ”. Uważam, że pomiary faz węglikowych byłyby dobrym uzupełnieniem programu badań i jednoznacznie potwierdziłyby mechanizm wydzielania fazy sigma. Na podstawie przeprowadzonych badań proszę o informację jak wg. Pani zmienia się udział objętościowy węglików $M_{23}C_6$ lub ich średnia wielkość w badanych stalach?

6) Spośród dwóch analizowanych gatunków stali austenitycznych, który gatunek poleciłaby Pani do pracy w warunkach nadkrytycznych i dlaczego?

Pytania dyskusyjne nie umniejszają mojej pozytywnej opinii o recenzowanej pracy. Stwierdzam, iż przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska stanowi cenną bazę informacji dla dalszych, celowych badań nad stabilnością strukturalną stali austenitycznych.

Do najważniejszych osiągnięć pracy doktorskiej należą:

- 1) Dokonanie analizy jakościowej i ilościowej struktury stali austenitycznych w stanie wyjściowym i po starzeniu;
- 2) Dokonanie badań mechanicznych i próba skorelowania wyników ze strukturą (w tym z mechanizmami umocnienia);
- 3) Opracowanie wykresów czas-temperatura-wydzielanie;
- 4) Opisanie czynników wpływających na degradację mikrostruktury badanych stali oraz opisanie ich właściwości mechanicznych;
- 5) Dokonanie porównania stali w aspekcie zmian strukturalnych i właściwości mechanicznych;

Wniosek końcowy

Moja ogólna ocena pracy jest pozytywna. Doktorantka rozwiązała problemy o ważnym znaczeniu poznawczym z zakresu stabilności mikrostruktury i właściwości mechanicznych stali żarowytrzymałych, ponadto wykazała się niezbędną wiedzą z zakresu przedmiotu pracy. O dobrym poziomie naukowym opiniowanej pracy świadczy również kompleksowe ujęcie problemu, a także dbałość o staranność opisów zjawisk strukturalnych. Stwierdzam, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Klaudii Klimaszewskiej pt.:

„Stabilność mikrostruktury i właściwości mechanicznych żarowytrzymałych stali austenitycznych Super 304H i HR3C”

spełnia wymagania określone w w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (t.j. Dz. U. z 2020 roku poz. 85, z późn. zm.). W związku z tym wnoszę do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Częstochowskiej o przyjęcie rozprawy mgr inż. Klaudii Klimaszewskiej i dopuszczenie jej Autorki do publicznej obrony.

