
Gliwice, dn. 10.01.2024 r.

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Agnieszki Nalborczyk-Kazaneckiej pt.

“Wpływ czynników technologicznych i materiałowych na właściwości i jakość złączy spawanych metodami wysokoenergetycznymi ze stali 17-4PH oraz stopu niklu Inconel 718”

1. Podstawa opracowania

Podstawą opracowania recenzji jest pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Rzeszowskiej, Pana dr hab. inż. Macieja Motyki, prof. Pol. Rz. z dnia 15 listopada 2023 r. informującego, że Rada Dyscypliny powołała mnie na recenzenta pracy doktorskiej mgr inż. Agnieszki Nalborczyk-Kazaneckiej, w przewodzie prowadzonym w dyscyplinie „Inżynieria Materiałowa”. Dokumentację otrzymałem w dniu 5.12.2023 r.

2. Charakterystyka i układ pracy

Praca doktorska mgr inż. Agnieszki Nalborczyk-Kazaneckiej realizowana jest w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” i dotyczy badań zależności pomiędzy warunkami procesu spawania a mikrostrukturą, właściwościami mechanicznymi oraz jakością złączy spawanych ze stali martenzytycznej utwardzanej wydzieleniowo oraz stopu niklu typu Inconel. Promotorem rozprawy doktorskiej jest dr hab. inż. Grażyna Mrówka-Nowotnik, prof. Pol. Rz., a promotorem pomocniczym reprezentującym Pratt & Whitney Rzeszów S.A. jest dr inż. Marcin Zawadzki. Praca mieści się w pełni w dyscyplinie naukowej inżynieria materiałowa, a jej treść łączy aspekty naukowe z bardziej praktyczną analizą wynikającą z potrzeb firmy w jakiej została realizowana. Uważam, że te proporcje zostały odpowiednio zbalansowane i praca wnosi wkład w wyjaśnienie pewnych zjawisk naukowych, a także będzie mogła wnieść wkład w rozwój technologii stosowanej w Pratt & Whitney Rzeszów S.A. Rozprawa doktorska liczy 193 strony i zawiera 7 typowych rozdziałów oraz Bibliografię i streszczenia w języku polskim i angielskim. Praca jest bogato ilustrowana rysunkami oraz makro- i mikrostrukturami, a także zawiera liczne, syntetyczne zestawienia tabelaryczne. Szata graficzna pracy nie budzi zastrzeżeń. Rozprawa napisana jest na dobrym poziomie z umiarkowanym udziałem usterek językowych i edycyjnych.

3. Ocena doboru tematyki oraz celu i zakresu pracy

Dobór tematyki pracy jest ściśle związany z praktyką przemysłową realizowaną w Pratt & Whitney Rzeszów S.A. Oczywiście jest, że spawalność różnego rodzaju materiałów stosowanych w branży lotniczej zarówno na odpowiedzialne elementy struktury nośnej, jak i silników jest jednym z krytycznych aspektów procesu technologicznego. Autorka do badań wybrała 2 stopy o szerokim zastosowaniu na komponenty lotnicze: odporna na korozję stal martenzytyczna utwardzana wydzieleniowo typu 17-4PH oraz nadstop na osnowie niklu typu Inconel IN718. Są to stopy stosowane w praktyce przemysłowej i dosyć dobrze opisane w literaturze. Generalnie w literaturze stopy te określane są jako dobrze spawalne. Badania przeprowadzono z użyciem wiązki elektronów (EBW) oraz spawania łukowego elektrodą wolframową w osłonie gazu obojętnego (TIG), przy czym tylko pierwsza z metod zalicza się do wysokoenergetycznych metod spawania, co postuluje temat pracy i odpowiada chociażby zawartemu w niej rysunkowi 2.4. Jest to pewien deficyt terminologiczny recenzowanej pracy, o tyle istotny, że występuje w jej temacie. Wybór dobranych metod był podyktowany ich dominującą rolą w obecnie stosowanych procesach produkcyjnych przedsiębiorstwa oraz zdolnością do wytwarzania wysokiej jakości połączeń spawanych.

Mimo dosyć dobrze poznanej spawalności wybranych stopów, Autorka dowodzi, że wciąż prowadzone są liczne badania naukowe w tej tematyce. Dodatkowo zebrane doświadczenia technologiczne w przedsiębiorstwie dowodzą, że wciąż występują pewne problemy jakościowe otrzymywanych złączy, jak np. mikropęknięcia, porowatości w obszarze złącza spawanego, czy pęknięcia krystalizacyjne. Z tych względów w literaturze zaleca się, aby stop Inconel spawany był w stanie przesyconym, a stal martenzytyczna w stanie przesyconym lub przestarzonym. Jednak praktyka produkcyjna dowiodła, że procesy spawalnicze są często wymagane w różnych stanach obróbki (bez obróbki cieplnej, po przesycaeniu, po starzeniu, po przestarzeniu, po odkształceniu plastycznym) lub przebiegają w warunkach odbiegających od idealnych, np. w przypadku zanieczyszczenia powierzchni spawanych substancjami stosowanymi w procesach wytwarzania elementów konstrukcyjnych silników lotniczych. Na tej podstawie Autorka zdefiniowała cel pracy, którym było określenie wpływu różnych czynników – technologicznych, procesowych oraz materiałowych na właściwości i jakość złączy spawanych, wytworzonymi metodami EBW i TIG.

Biorąc powyższe pod uwagę uważam, że tematyka pracy została dobrana prawidłowo i wciąż są możliwości wyjaśnienia pewnych zjawisk naukowych zachodzących w tych stopach o zaawansowanym składzie chemicznym i fazowym, a w szczególności można pozyskać wiedzę niezbędną dla praktyki przemysłowej przedsiębiorstwa. Zdefiniowany cel pracy jest klarowny, oczywiście z zastrzeżeniem, że tylko jedna z dobranych metod spawania zalicza się do wysokoenergetycznych.

Zakres pracy jest poprawie dobrany do celu rozprawy. W ramach pracy przeprowadzono:

- spawanie metodą TIG oraz EBW w szerokim zakresie parametrów technologicznych,
- obróbkę cieplną (przesycanie i starzenie) materiału w różnych stanach: przed spawaniem oraz po spawaniu,
- badania nieniszczące złączy spawanych (badania penetracyjne fluorescencyjne oraz badania rentgenowskie),

- badania mikrostrukturalne różnych stref złączy spawanych,
- badania twardości złączy spawanych,
- statyczna próba rozciągania.

4. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

4.1. Ocena aktualnego stanu wiedzy

Główne studium literatury zawarto w rozdziale 2. Podjęto w nim zagadnienia dotyczące: krótkiej historii rozwoju procesów spawalniczych, metod spawania, wpływu parametrów technologicznych na jakość złączy, wad i niezgodności spawalniczych oraz charakterystyki mikrostrukturalnej, obróbki cieplnej i spawalności stali martenzytycznych utwardzanych wydzieleniowo i nadstopów niklu typu Inconel. Analiza bazuje na 112 pozycjach literaturowych, przy czym łączna ich liczba w całej pracy wynosi 114. Są to klasyczne pozycje książkowe i poradniki polskie i zagraniczne, polskie i zagraniczne artykuły naukowe, normy, a także odwołania do stron internetowych, czy prac doktorskich. Uważam, że niektóre odwołania do stron www nie zostały fortunnie dobrane, tzn. ich branżowy poziom merytoryczny nie odpowiada standardom pracy doktorskiej (np. pozycje: 9, 12, 15, 17). Niestety najnowsze zacytowane pozycje literaturowe pochodzą z roku 2019, co oznacza, że Autorka nie dokonała należytej aktualizacji stanu wiedzy za lata 2020-2023. W przytoczonej literaturze nie znajduję żadnej pozycji autorskiej/współautorskiej Doktorantki. Dobry zakres tematyczny odpowiada tytułowi rozprawy.

Przegląd piśmiennictwa jest sporządzony na dobrym poziomie merytorycznym, pozwalającym wprowadzić czytelnika w tematykę rozprawy. Na nieco niższym poziomie skonstruowany jest jedynie podrozdział 2.5.3.2 pt. Spawalność stali 17-4PH, w którym wiele informacji jest podanych chaotycznie, z użyciem licznych skrótów myślowych, czy nieprecyzyjnych sformułowań. Takich niefortunnych sformułowań w całej pracy jest więcej, szczególnie w aspekcie stosowanej terminologii, ale te wykażę szczegółowo w uwagach do pracy. Na pewno w części literaturowej pracy zabrakło opisu spawania laserowego, które stanowi jedyną metodę wysokoenergetyczną za wyjątkiem spawania z użyciem wiązki elektronów. W spisie przywołanej literatury jest niestety dużo błędów literowych, szczególnie związanych z niekonsekwencją cytowania prac, np. zamienne stosowanie pełnych imion i inicjałów, zamienne stosowanie pierwszeństwa nazwiska i imienia, zamienne stosowanie dużych i małych liter w tytułach artykułów, brak wydawnictwa, brak rocznika itd. Bardzo pozytywnie oceniam natomiast rozdział 3, pt. Stan zagadnienia w świetle literatury oraz cel pracy, w którym Autorka dokonała syntetycznego podsumowania stanu wiedzy w podjętej tematyce, wskazała wciąż istniejące luki badawcze zarówno natury naukowej, jak i technologicznej oraz w konsekwencji w sposób przekonujący wyjaśniła motywację podjęcia tematyki pracy i jej celowość.

Podsumowując uważam, że pomimo wskazanych powyżej niedociągnięć, część literaturowa pracy jest napisana na poziomie wystarczająco dobrze wprowadzającym czytelnika w tematykę rozprawy.

4.2. Ocena zastosowanej metodyki badawczej

Dobór materiału badawczego oraz metod spawania został podyktowany praktyką przemysłową stosowaną w Pratt & Whitney Rzeszów S.A., co jest w pełni zrozumiałe, ze względu na użyteczność doktoratów przemysłowych. W szczególności opisano materiał badawczy oraz program badań obejmujący: próby spawania metodą TIG oraz EBW, zastosowane stany obróbki cieplnej, badania nieniszczące, mikrostrukturalne, właściwości mechanicznych oraz pomiary naprężeń własnych. Techniki te w większości opisano w sposób wystarczający, a istotne znaczenie miało wyjaśnienie oznaczenia próbek w zależności od rodzaju zanieczyszczenia powierzchni spawanych substancjami stosowanymi w procesach wytwarzania elementów konstrukcyjnych silników lotniczych, tj. chłodziwo z obróbki mechanicznej oraz magnezja wykorzystywana w badaniach pomiarowych. Wątpliwość budzi zawartość węgla w stali 17-4PH podana w tabeli 4.1 (tzn. 0,5% mas) w stosunku do wartości przytoczonej w tabeli 2.6, tzn. poniżej 0,07% mas. Pewien niedosyt budzi także minimalistyczny opis warunków podczas spawania wiązką elektronów, zastąpiony jedynie tabelami ze szczegółowo zestawionymi parametrami spawania.

Pomimo pewnych skrótów myślowych i niefortunnej terminologii (np. przychwywanie zamiast spoiny szepne) uważam, że metody badawcze zostały właściwie dobrane do realizacji celu pracy i zaprojektowanego zakresu badań.

4.3. Ocena uzyskanych wyników badań i ich dyskusji

Zasadnicze wyniki badań zawarto w rozdziale 5, który Autorka podzieliła na 2 bliźniacze podrozdziały: 5.1. Stal 17-4PH oraz 5.2. Nadstop niklu IN718. W kolejnych identycznie tytułowanych podsekcjach Doktorantka w sposób metodyczny przytacza szczegółowe wyniki badań dotyczące: badań nieniszczących, obserwacji powierzchni, wymiarów spoin, mikrostruktury po spawaniu metodą TIG i wiązką elektronów oraz właściwości mechanicznych złączy spawanych. W przypadku stali martenzytycznej analizowano także naprężenia własne. W opisie posługiwała się licznymi rysunkami i mikrofotografiami, które dosyć dobrze opisała. Cenne dla pracy są liczne zestawienia tabelaryczne, które dostarczają cennych danych ilościowych. Jednak w wielu wypadkach Autorka nie przeprowadziła odpowiedniej analizy statystycznej uzyskanych danych, chociażby przed podaniem wartości odchylenia standardowego (np. twardość w tabelach 5.7, 5.8, 5.16, 5.17). Natomiast, gdy podała wartości odchylenia standardowego wynoszące np. w przypadku naprężeń własnych (tabela 5.9) kilkadziesiąt MPa – podaje wartości z dokładnością do 2 miejsc po przecinku, bez uwzględnienia realnej dokładności pomiarowej. Inny przykład to podawanie wartości wydłużenia do 2 miejsc po przecinku (tablica 5.14).

Autorka odwoływała się także do literatury, przywołanej wcześniej w przeglądzie piśmiennictwa, co świadczy o umiejętności krytycznej analizy wyników badań własnych. Nieco irytujące dla czytelnika może być odwoływanie się Autorki zazwyczaj do kodów obróbek cieplnych, zarówno pod rysunkami (i w tablicach) jak i w tekście. Mimo, że w części metodycznej scharakteryzowano te warianty, brak odwoływania się do warunków obróbki cieplnej / stanu złącza spawanego w sposób opisowy w tekście, utrudnia nieco odbiór treści pracy.

W pracy sporo miejsca poświęcono badaniom nieniszczącym oraz identyfikacji niezgodności i wad spawalniczych. Chociaż w większości przypadków analizy te przeprowadzone są w sposób prawidłowy, niestety Autorka nie zastosowała żadnych kryteriów oceny, tak jak wymagają tego odpowiednie normy. Niektóre oceny mają więc jedynie charakter subiektywny i uznaniowy. Mikrostruktury są opisane w większości prawidłowo i są dobrej jakości, choć w niektórych przypadkach brakuje większych powiększeń w celu dowiedzenia przywoływanych cech morfologicznych. Na niektórych mikrofotografiach brakuje odnośników do składników strukturalnych, chociażby identyfikacja ferrytu delta na rys. 5.5, 5.6, 5.8.

Dużą wartością pracy jest rozdział 6 podsumowujący uzyskane wyniki badań z uwzględnieniem czynników technologicznych i materiałowych mających wpływ na jakość złączy spawanych. Autorka w sposób przekonujący dokonała syntezy najważniejszych wyników badań, rozwijając niektóre kwestie w sposób bardziej szczegółowy. Dokonała identyfikacji kluczowych czynników mających wpływ na jakość złączy spawanych w zależności od rodzaju materiału spawanego, warunków zastosowanej obróbki cieplnej oraz zastosowanej metody spawania. Co ciekawe, w rozdziale tym (w odróżnieniu od rozdziału poprzedniego) nie odniosła się niestety do literatury, co na pewno podniosłoby wartość merytoryczną ocenianej pracy.

Największą wartość pracy stanowią dowiedzione korelacje pomiędzy stanem przygotowania powierzchni próbek do spawania, a w szczególności ich zanieczyszczenia chłodziwem pochodzącym z obróbki mechanicznej i magnezją stosowaną w badaniach pomiarowych konstrukcji. Autorka dowiodła, że szczególną podatność na zanieczyszczenia wykazuje stop Inconel oraz rekomenduje zastosowanie innej substancji niż magnezja do badań pomiarowych, ze względu na jej szkodliwy wpływ na jakość złączy spawanych w przypadku obu badanych stopów. Autorka dokonała znaczącej ilościowo analizy wpływu zróżnicowanych warunków obróbki cieplnej obu materiałów i złączy spawanych na ich parametry jakościowe, mikrostrukturę i właściwości mechaniczne. Pracę zakończono szeregiem wniosków o charakterze poznawczym, a w szczególności użytecznym, które z pewnością przydadzą się w dalszej praktyce przemysłowej Pratt & Whitney Rzeszów S.A.

4.4. Uwagi krytyczne i szczegółowe

Poniżej wyrażam zasadnicze uwagi krytyczne, które wymagają odniesienia się podczas publicznej obrony.

Uwagi krytyczne:

1/ W tytule pracy Autorka sugeruje, że do spawania stosuje metody wysokoenergetyczne, natomiast złącza spawane są wykonane metodą TIG, która nie jest metodą wysokoenergetyczną. Na jakiej podstawie dokonano takiego nazewnictwa. Z kolei dlaczego w części literaturowej Autorka nie odniosła się do spawania wiązką laserową, która oprócz spawania wiązką elektronową jest jedyną metodą wysokoenergetyczną.

2/ Z pracy nie wiadomo jakie były wymiary blach / próbek poddanych spawaniu. Na str. 68 podano jedynie małe wymiary: 2,5x12,7 mm oraz 5x12,7 mm – o jakie próbki chodzi ?

3/ W przypadku badań nieniszczących prowadzi się badania określonymi metodami, a nie kontrolę,

jak zapisano w rozdziałach 5.1.1 oraz 5.2.1. Oznaczanie metod badań wymusza norma ISO 17635: Badania nieniszczące złączy spawanych. Zasady ogólne dotyczące metali. Prowadzi się badania wizualne (VT), badania penetracyjne PT, a nie kontrolę wizualną czy penetracyjną (FPI).

4/ W ocenie jakości złączy spawanych Autorka nie stosuje żadnych kryteriów oceny. Nie jest podane jakiego poziomu jakości Autorka oczekuje (B, C, D) oraz w jaki sposób została dokonana klasyfikacja złączy spawanych. Złącza spawane metodą TIG powinny być poddane ocenie w oparciu o normę ISO 5817: Spawanie. Złącza spawane ze stali niklu, tytanu i ich stopów (z wyjątkiem spawanych wiązką). Poziomy jakości według niezgodności spawalniczych, a złącza spawane wiązką elektronów w oparciu o normę: ISO 13919-1: Spawanie. Złącza spawane wiązką elektronów i wiązką promieniowania laserowego. Wytyczne do określania poziomów jakości według niezgodności spawalniczych. Część 1: Stal.

5/ Nie ma takich niezgodności spawalniczych jak brak penetracji czy upalenia, str. 127. Klasyfikacja niezgodności jest zawarta w normie ISO 6520: Spawanie i procesy pokrewne. Klasyfikacja geometrycznych niezgodności spawalniczych w metalach. Część 1: Spawanie, którą zresztą Autorka przytoczyła w części literaturowej na str. 24.

6/ Autorka myli pojęcia „por” i „pęcherz gazowy. Por to pęcherz gazowy wychodzący na powierzchnię. W przedstawionej pracy mamy raczej do czynienia z pęcherzami gazowymi.

7/ W części literaturowej Autorka na str. 31 stwierdziła, że „...rozwój badań nad stalami martenzytycznymi umacnianymi wydzieleniowo jest ukierunkowany na modyfikację ich składu chemicznego w celu zredukowania w osnowie ferrytu delta oraz austenitu szczątkowego”. W pracy stosowano znormalizowaną stal, natomiast czy próbowano tak dobrać parametry spawania i stan obróbki cieplnej, aby zminimalizować udział tych składników strukturalnych? Dodatkowo, czy w pracy w sposób jednoznaczny dowiedziono obecności austenitu szczątkowego?

8/ Wniosek 5 jest niezrozumiały.

9/ We wnioskach brakuje jasnego wskazania dla jakiego materiału, stanu obróbki cieplnej oraz metody i parametrów spawania występują największe niezgodności spawalnicze (i jakie są najczęstsze).

10/ Czy w pracy doktorskiej uzyskano jakieś wyniki o charakterze poznawczym, które były w wyraźnej albo częściowej sprzeczności z dotychczasowym stanem wiedzy?

11/ Należy sprecyzować jaka była zawartość węgla w stali 17-4PH, czy 0,5 % mas. czy 0,05% mas., jak podano odpowiednio w tabelach 4.1 i 2.6?

Inne uwagi szczegółowe:

- Wiele stylów cytowania literatury i braków bibliograficznych,
- W pracy Autorka stosuje pojęcie napięcia nie podając, że dotyczy to napięcia luku elektrycznego,
- Co oznacza: „... za pomocą technologii Tomografii Sondy Atomowej ...”, str. 38?
- Co to znaczy: „tak zwane złącze spawane” – str. 39,
- Rys. 2.12 obrazuje raczej złącze ze stali niestopowej, poza tym występuje on już na str. 23,
- Czy liczby na opisie osi poziomej na rys. 2.13b są poprawne, % mas Cr, str. 40?

- Brak podziału w podpisie rysunków na: a) i b), itd., np. rys. 2.17, 2.20,
- Jaką metodą określono zawartość węgla w nadstopie niklu, str. 69,
- Proces spawania prowadzi się na podkładkach spawalniczych, a nie na wkładkach, str. 74,
- Nie stosuje się spoin do „przychwycenia”, są to spoiny szczipne, str. 76,
- Brak odpowiedniego opisu parametrów procesu spawania wiązką elektronową, str. 76,
- Podawanie wartości twardości HV z dokładnością do jednego miejsca po przecinku jest niewłaściwe (tabele 5.7, 5.8 i inne), jaki jest błąd pomiaru ?
- Brak słupków błędów na rys. 5.33,
- Brak skali na rysunku 5.38,
- W statycznej próbie rozciągania przy kwalifikowaniu technologii dla złączy doczołowych nie podaje się średniej z przeprowadzonych prób, tylko prezentuje się wszystkie uzyskane wyniki oddzielnie (zazwyczaj 2 próby).

Uwagi literowe i edycyjne:

Liczba tych usterek w pracy jest na umiarkowanym poziomie. Najważniejsze z nich zamieszczam poniżej:

- Częsty brak polskich liter, np. Spawanie wiązką elektronów zamiast Spawanie wiązką elektronów (str. 5); między zamiast między (str. 55); segregacje zamiast segregację (str. 57);
- Błędy ortograficzne, np. Z pośród zamiast Spośród (str. 7, 63, 83), w skutek zamiast wskutek (str. 39);
- Powinno być: energia liniowa zamiast liniowa (str. 20),
- Powinno być: o dużej gęstości mocy zamiast o dużej gęstość mocy (str. 21),
- Powinno być: w czasie nagrzewania zamiast w czasie nagrzewnia (str. 42),
- Powinno być: może także zachodzić zamiast możne także zachodzić (str. 43),
- Powinno być: austenit wtórny zamiast austenit wtóry (str. 43),
- Powinno być: ferrytyczne zamiast fertyczne (str. 46),
- Powinno być: ziarn zamiast zairn (str. 56),
- Powinno być: połączeniach zamiast połączeniach (str. 61),
- Powinno być: stanu zagadnienia zamiast stanu zgadania (str. 65),
- Powinno być: umożliwiającej przeprowadzenie zamiast umożliwiającej przeprowadzenia (str. 84),
- Powinno być: Profil twardości zamiast Profil twardość (str. 117-123),
- Powinno być: nie wpływała zamiast na wpływała (str. 164).

5. Podsumowanie i wniosek końcowy

Do najważniejszych osiągnięć pracy doktorskiej mgr inż. Agnieszki Nalborczyk-Kazaneckiej zaliczam Jej wkład do dyscypliny inżynieria materiałowa w zakresie określenia zależności pomiędzy stanem powierzchni oraz rodzajem wstępnej lub finalnej obróbki cieplnej a mikrostrukturą, właściwościami mechanicznymi i jakością złączy spawanych ze stali martenzytycznej utwardzanej wydzieleniowo oraz stopu niklu typu Inconel. Autorka w systematyczny sposób zaprojektowała i

przeprowadziła szeroki zakres badań, które poprzez dobór odpowiedniej metodyki badawczej pozwoliły Jej osiągnąć cel i zrealizować zakres pracy. Uzyskała także efekt użyteczny ponieważ uzyskane wyniki badań pozwolą ograniczyć wytwarzanie niskiej jakości złączy posiadających wady i niezgodności spawalnicze w praktyce przemysłowej. Wskazane w pracy uchybienia mają głównie charakter terminologiczny oraz szczegółowy i nie dyskwalifikują recenzowanej pracy jako wartościowego dzieła naukowo-technologicznego.

Pomyślna realizacja pracy wymagała opanowania wiedzy teoretycznej z zakresu przemian fazowych i spawalności zaawansowanych stali i stopów niklu, metodycznego prowadzenia eksperymentu przy użyciu poprawnie dobranej aparatury naukowo-badawczej oraz umiejętności prowadzenia pracy naukowo-technologicznej i wyciągania właściwych wniosków. Stwierdzam, że opiniowana praca doktorska spełnia wymagania określone w obowiązującej ustawie, wobec czego wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Rzeszowskiej o dopuszczenie mgr inż. Agnieszki Nalborczyk-Kazaneckiej do publicznej obrony.

