

**Dr hab. Joanna Wojewoda-Budka, prof. instytutu  
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej  
im. Aleksandra Krupkowskiego  
Polskiej Akademii Nauk  
ul. Reymonta 25,  
30-059 Kraków**

---

**Kraków, 26.01.2024**

## **RECENZJA**

**Pracy doktorskiej mgr. inż. Kamila Krystka**

**pt.: „Oddziaływanie warunków procesu lutowania na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne połączeń elementów konstrukcji silników lotniczych”**

### **Podstawa opracowania**

Podstawą opracowania recenzji jest pismo Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Rzeszowskiej im. Ignacego Łukasiewicza nr RM-530-21-02/2023r z dnia 15 listopada 2023 r. informujące, że uchwałą tejże Rady nr 2/11/2023/RDIMat z dnia. 15.11.2023 powołano mnie na recenzenta pracy doktorskiej mgr. inż. Kamila Krystka.

### **Uwagi ogólne**

Rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Kamila Krystka jest oryginalnym monograficznym opracowaniem wpisującym się w pełni w zakres inżynierii materiałowej. Dzieło liczy 195 stron i zawiera następujące rozdziały: wprowadzenie, studium literatury, stan zagadnienia, badania własne, wyniki badań i ich analiza, podsumowanie, wnioski, bibliografię oraz streszczenie w języku polskim i angielskim. Monografia zatem ma klasyczny podział na wprowadzenie czytelnika w tematykę zagadnienia, przy okazji omawiając aktualny stan wiedzy, a następnie przechodząc do części eksperymentalnej poprzez założenia i cel pracy, a na podsumowaniu i wnioskach skończywszy. Opracowanie zawiera 161 rysunków (z czego 37 w części teoretycznej), 103 tabele (9 z nich w części teoretycznej) oraz 152 powołania literaturowe. Rozprawa dotyczy niezwykle istotnych aspektów procesu lutowania wysokotemperaturowego, dedykowanego materiałom stosowanym w silnikach samolotów, a więc z jednej strony połączeniach pracujących w ekstremalnych warunkach dużych naprężeń mechanicznych i cieplnych w agresywnym środowisku gazów spalinowych, a z drugiej, których niezawodność powinna spełniać restrykcyjne normy, z uwagi na ich przeznaczenie.

Badania były prowadzone w ramach projektu Doktorat Wdrożeniowy, finansowanego przez Ministerstwo Edukacji i Nauki, z tego względu mają one silny aspekt aplikacyjny. Uważam, że Doktorant, będący pracownikiem firmy Pratt & Whitney Rzeszów, bardzo trafnie dobrał zarówno materiał badawczy, którym były nadstopy niklu – Hastelloy X oraz Inconel 718 i odpowiadające im lutowia Vitta-Braze 1996 oraz Palnicro 36M, jak i czynniki, które mają istotny wpływ na jakość i niezawodność utworzonego połączenia. Były nimi: przerwanie procesu nagrzewania na różnym etapie lutowania, zmiana czasu wyżarzania w temperaturze lutowania oraz zmiana szerokości szczeliny lutowniczej.

## Ocena merytoryczna pracy

### Część literaturowa monografii

Część literaturową pracy oceniam jako bardzo klarownie napisaną. Krótkie wprowadzenie zawiera wyjaśnienie doboru materiałów do badań, a także technologii lutowania wysokotemperaturowego i czynników wpływających na proces produkcyjny połączeń. Uważam, że następujące po nim studium literatury stanowi logiczne i interesujące kompendium wiedzy na temat stosowanych nadstopów w konstrukcjach lotniczych, zagadnienia związane z procesem lutowania, takie jak towarzyszące mu zjawiska, czy czynniki procesu wpływające na jakość finalnego połączenia. Doktorant poświęcił także tę część monografii na omówienie stosowanych materiałów lutowniczych i kryteriów ich doboru, szczególną uwagę poświęcając lutowiom na osnowie niklu. Mam poniższe uwagi dotyczące tej części opracowania, dobrze udokumentowanego doniesieniami literaturowymi:

- 1) Materiały lutownicze na osnowie niklu (podrozdział 2.2.4.) bardziej pasują do końcowej części teoretycznej - rozdział 3, gdzie Autor poświęcił uwagę między innymi materiałom lutowniczym niezwiązanym z doktoratem, takim jak np. stopom wysokoentropowym czy stopom stosowanym do łączenia ceramiki. Ta interesująca część opracowania, jednak stanowiąca poboczny wątek, mogłaby znaleźć miejsce jako załącznik do doktoratu dla osób zainteresowanych tematyką.
- 2) Zalecam, aby trzymać się nomenklatury, która nazwę lut odnosi do uzyskanego w wyniku lutowania połączenia (lutowiny), natomiast materiał stosowany do lutowania elementów to lutowie (Vitta-Braze 1996 oraz Palnicro 36M).
- 3) Tabela 3 na str. 16 przedstawia zwilżalność wybranych ciał stałych przez niereaktywne metale ciekłe - zawsze należy uściślić warunki prowadzonego testu zwilżania. Czy nie lepiej zamieścić tę tabelę na końcu ogólnych rozważań w podrozdziale 2.2.1 i z uwagi na tematykę doktoratu przedstawić w tabeli zwilżalność typowo stosowanych stopów lutowniczych, tak jak trafnie doprecyzowano np. Tabelę nr 4 w kolejnym podrozdziale?
- 4) Na początku pracy warto by zamieścić indeks stosowanych w rozprawie skrótów wraz z ich wyjaśnieniem.

### Część dotycząca założeń i celu pracy

W tej części zamieszczono informację dotyczącą praktyki produkcyjnej firmy, uzasadniając zastosowane w doktoracie materiały poddane lutowaniu (Hastelloy X oraz Inconel 718). Postawiono cel pracy, którym jest kompleksowa charakterystyka zjawisk zachodzących w złączach lutowanych w warunkach odbiegających od nominalnych, umożliwiającą zbudowanie bazy wiedzy, stanowiącej punkt wyjścia do analizy technologiczno-jakościowej analogicznych przypadków w trakcie produkcji przemysłowej.

Mam dwie uwagi do tej części opracowania:

- 5) Warto w założeniach i celu pracy zawrzeć informację o tym, że oprócz wybranych materiałów, Hastelloy X i Inconel 718, jako tych najczęściej łączonych, w praktyce produkcyjnej Pratt & Whitney używa się dedykowanych stopów lutowniczych Vitta-Braze 1996 i Palnicro 36M, o których już co prawda wspomniano we wstępie, a potem jest mowa zaraz na początku rozdziału 4 (Badania własne), ale stanowią one tak samo ważny aspekt założenia - stosowanych materiałów lutowi.
- 6) Jakie są parametry obecnie stosowane w firmie? Jaki jest czas lutowania oraz szerokość szczeliny lutowniczej? Należy zamieścić tę informację właśnie w celu i założeniach, jako punkt wyjścia badań prowadzonych w ramach doktoratu.

## **Część dotycząca stosowanej metodyki**

Metodyka stosowana w doktoracie i opisana w rozdziale 4 pt. Badania własne, została prawidłowo dobrana, a schemat na Rys. 38 przedstawia klarowną mapę podjętych przez Doktoranta eksperymentów dla obu badanych konfiguracji połączeń: I) Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 oraz II) Inconel 718/Palnicro 36M. Uważam, że zawarte w tej części pracy informacje stanowią jasne omówienie technik badawczych oraz stosowanych próbek. Ponadto w rozdziale 4.3 zamieszczono jasne omówienie trzech czynników wpływających na jakość lutowanych połączeń: przerwanie procesu w wybranych temperaturach w zakresie 930 °C - 1170 °C, czasu wyżarzania (od 1 minuty - 1 godzin) oraz szerokości szczeliny lutowniczej (0,05 mm - 0,5 mm). W każdym z 3 rodzajów czynników analizowano aż siedem przypadków, co pokazuje ogrom pracy jakiej podjął się Doktorant.

Mam następujące uwagi dotyczące tej części opracowania:

7) W metodyce badań brak jest opisu badania mikrotwardości oraz szczegółów prowadzenia obserwacji z zastosowaniem skaningowej mikroskopii elektronowej wraz z analizą składu chemicznego (dyspersja energii promieniowania X) - jest jedynie wymieniony model mikroskopu oraz preparatyka zgładów metalograficznych. Te dwie metody badawcze stanowią główne techniki stosowane przez Doktoranta. Proszę o uzupełnienie tych danych, nawet jeśli wydają się być one oczywiste, czytelnik znajdzie w nich odpowiedź na pytania: jakie napięcie przyspieszające stosowano i dlaczego, czy analiza składu chemicznego była wykonana metodą bezwzorcową, czy z zastosowaniem wzorców, z ilu miejsc o takiej samej mikrostrukturze wykonano pomiary?

8) W Tabeli nr 11 (strona 58) zamieszczono skład chemiczny oraz właściwości fizyczne obu lutowi stosowanych w badaniach. W ostatniej kolumnie zamieszczono dostępne na rynku formy, uważam że powinny tam się znaleźć jedynie formy stosowane w metodyce badawczej pracy (a więc pasta i folia o grubości 0,038 mm dla Vitta-Braze 1996 oraz pasta i folia o grubości 0,05 mm dla Palnicro 36M).

9) Na stronie 60 krótko napisano na temat przygotowania powierzchni Inconelu 718 - powierzchnie tego nadstopu poddane zostały operacji elektrochemicznego niklowania - proszę opisać parametry tego procesu.

## **Część dotycząca wyników badań i ich analizy oraz wniosków**

Uważam, że Doktorant ambitnie podjął szeroki wachlarz parametrów procesu dla dwóch kompozycji połączeń. Z tego względu ilość otrzymanych wyników jest ogromna, tak więc założenie pozyskania bazy danych możliwych do wykorzystania w praktyce produkcyjnej firmy zostało spełnione. Doktorant konsekwentnie trzyma się schematu przedstawiania swoich wyników, aby czytelnik „nie utonął” w ilości danych prezentowanych w licznych tabelach i na rysunkach. Uważam, że część opisująca wyniki badań i ich analizę jest niezwykle wartościowa. Mam jednakże szereg uwag ogólnych i szczegółowych do tej części rozprawy, które przedstawiam poniżej. Podkreślam, że nie umniejszają one jednak wartości przedstawionych wyników prac badawczych.

### Uwagi ogólne do części badań i ich analizy:

10) W rozdziale 2.2.4 zamieszczono charakterystykę stopów lutowniczych na osnowie niklu, gdzie przywołano kilka publikacji dotyczących łączenia zarówno Hastelloy X jak i Inconel 718. Warto by odnieść się do tych wyników przy omawianiu wyników badań własnych. Przede wszystkim należy jeszcze raz odnieść się do wyników publikacji [133] i [138], które omawiają dokładnie te rodzaje połączeń, co w przedłożonej rozprawie.

- 11) Proszę podać w tabelach składów chemicznych (SEM/EDS) wartości błędów analizy: wartość ( $\pm$ błąd).
- 12) Praca jest obszerna z uwagi na duże bogactwo przedstawionych wyników. Jeśli istnieje taka możliwość (zarejestrowano obrazy pod większymi powiększeniami) warto zrezygnować ze zdjęć SEM obrazujących próbki pod niewielkim powiększeniem (są już w pracy zamieszczone makrostruktury złączy), takich jak np.: Rys. 51 a, c, Rys. 52 a, c, itd, a zamiast nich pokazać zdjęcia wykonane w większym powiększeniu, gdzie będzie można wyraźniej zobaczyć wszystkie drobne składniki mikrostruktury, których w przedłożonym doktoracie jest wiele.
- 13) Na ile w praktyce produkcyjnej możliwa jest kontrola rzeczywistego wymiaru szerokości szczeliny lutowniczej? Co wpływa na jej zmienność - czy tylko nierównoległe pozycjonowanie powierzchni łączonych blach? Jednym z przykładów konsekwencji różnic rzeczywistej szerokości szczeliny lutowniczej jest brak strefy krystalizacji atermicznej w przypadku procesu lutowania Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 przerwanego w 960 °C (szerokość szczeliny lutowniczej wynosiła 50  $\mu$ m) i poddanej naprawie (Rys. 52d) kontra sytuacji, gdzie przerwano lutowanie w 1000 °C (Rys. 53d) a AZS występuje (szerokość rzeczywistej szczeliny lutowniczej to 80  $\mu$ m).
- 14) Bardzo drobne elementy mikrostruktury (takie jak na przykład borek chromu, wydzielenia iglaste w obszarze ISZ w połączeniu Inconel 716/Palnicro 36M czy faza umacniająca  $\gamma''$ ) są poza limitem zdolności rozdzielczej analizy zarówno w SEM, jak i w przypadku dyfrakcji prom. X, o czym Doktorant pisze w swojej pracy. Należałoby dla wybranych, reprezentacyjnych połączeń zaprezentować dowód istnienia danej fazy z zastosowaniem dyfrakcji elektronowej w transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Recenzent ma świadomość czasochłonności takich badań, dlatego jest to wskazówka, w przypadku, gdyby planowano opublikować otrzymane wyniki badań w czasopismach naukowych.
- 15) Na wykresach słupkowych dotyczących testów ścinania brakuje wartości błędów. Z ilu pomiarów był obliczany średni wynik? W przypadku, gdy słupki są podobnej wysokości (jak np. te przedstawione dla wpływu temperatury przerywania procesu lutowania na wytrzymałość na ścinanie w połączeniu Hastelloy X/Vitta-Braze 1996, Rys. 64) trudno oceniać z pewnością dany trend.
- 16) Szkoda, że obserwacje przełomów po testach na ścinanie prowadzono w makroskali, dysponując techniką SEM, która umożliwia ujawnienie większych detali w trybie elektronów wtórnych. Z tego względu warto te przełomy jeszcze raz poddać obserwacjom.
- 17) Dobrze byłoby, aby po każdym podrozdziale znalazło się zdanie, jakie parametry procesu są rekomendowane do zastosowania. Na przykład: z danych przedstawionych w podrozdziale nr 5.2.2.3 dotyczącym próby odrywania złączy Inconel 718/Palnicro 36M wytworzonych z różnym czasem lutowania wysokotemperaturowego wynika, że każdy z zastosowanych czasów gwarantuje pokrycie łączonej powierzchni w 100%, tak więc czy rekomendowany czas to ten najkrótszy i ekonomicznie korzystny? A z kolei w następnym podrozdziale dotyczącym rozplątliwości lutowia (5.2.2.4.) wzrost rozplątliwości następował w miarę wydłużania czasu lutowania wysokotemperaturowego, ale tylko w przedziale 1-20 minut, po przekroczeniu czasu 20 minut nie obserwowano już tendencji zwiększania rozplątliwości lutowia, stąd rekomendowany czas procesu to 20 minut. Biorąc pod uwagę obserwacje mikrostruktury, testy wytrzymałości, odrywania i rozplątliwości lutowia na końcu (str. 152) należy podsumować jaka ostatecznie jest rekomendacja czasu lutowania. Zamiast powyższych zdań można w podsumowaniu stworzyć tabelę, w której będą te informacje o rekomendacji (np. wpisana wartość czasu lutowania, szerokość lutownicy) dotyczące poszczególnych metod badawczych zastosowanych dla danej pary materiałów rodzimy/lutowie. We wnioskach także czytelnik powinien znaleźć ostateczną rekomendację.
- 18) Rys. 141 i 142 na stronie 153 dotyczą dwóch szerokości szczeliny lutowniczej (0,05 mm oraz 0,1 mm) dla połączenia Hastelloy X/Vitta-Braze 1996. Wynika z nich, że w przypadku szczeliny 0,1 mm złącze miało niejednorodną mikrostrukturę (obszary gdzie ASZ była i takie, gdzie praktycznie jej nie

ma). Czy to oznacza, że największa szczelina lutownicza była jednorodna mikrostrukturalnie i daje pewność największej kontroli jej szerokości - dlaczego?

#### Uwagi szczegółowe do części badań i ich analizy:

- 19) Na stronie 84 napisano: „Duża wytrzymałość złącza H/1170 z procesu przerwane  $R_t=248$  MPa (tabela 25, rys. 64) poddaje w wątpliwość konieczność jego poprawy ( $R_t=243$  MPa - tab. 26, rys. 64).” Proszę o komentarz dotyczący tego wyniku w odniesieniu do mikrostruktury tego złącza z procesu przerwane i po naprawie przedstawionej na Rys. 57 b oraz 57 d.
- 20) Na stronie 95 Doktorant opisuje krzywe kalorymetryczne nagrzewania pary Inconel 718/Palnicro 36M. Komentuje występowanie efektów cieplnych w zakresie 683 - 800 °C, które nie są związane z samym materiałem lutowia, ale mogą być związane z przemianami zachodzącymi w Inconelu. Dlaczego nie wykonano pomiarów DSC dla samego Inconelu, aby zrewidować tę tezę?
- 21) Porównując mikrostruktury przedstawione dla połączenia Inconel 718/Palnicro 36M po procesie lutowania przerwane w 830 °C wraz z przesycaniem i umocnieniem wydzieleniowym (Rys. 78 d i f) oraz w 870 °C (Rys. 79 d i f) analogicznie, można zauważyć, że mikrostruktura po przesycaniu w niższej temperaturze przypomina tę po umocnieniu w wyższej i na odwrót (w tym obecność lub brak iglastych wydzieleni). Proszę wyjaśnić/skomentować tę sytuację. Warto przy okazji podsumowania narysować schematy ewolucji mikrostruktury obu rodzajów połączeń na podstawie zestawienia wyników tylko pod dużym powiększeniem w SEM serii kolejnych przerwanych lutowań, pod nimi po procesie naprawczym a pod nimi po starzeniu.
- 22) Na stronie 110 brakuje omówienia mikrostruktury połączenia Inconel 718/Palnicro 36M po procesie przerwane w 996 °C, poprawie lutowania i starzenia (Rys. 83 f). Warto porównać ją do Rys. 82 f, odnieść się do szerokości szczeliny lutowniczej, a następnie odnieść się do wyników testów na ścinanie (Rys. 91 i 92).
- 23) Strona 112 - brakuje w tekście powołania/omówienia Rys. 84 e oraz Tabeli nr 49.
- 24) Strona 113/ Tabela 48 obszar nr 7 dotyczący identyfikacji borku chromu na podstawie analizy EDS: 4,2 at. % B, 91,4 % at. Cr, 1,7 % at. Ni oraz 2,7 % at. Mo. Czy istnieją doniesienia literaturowe, na które można by się powołać identyfikując ten składnik mikrostruktury?
- 25) Analizując dyfraktogramy rentgenowskie wykonane dla Inconel 718/Palnicro 36M można zauważyć, że wzajemna wysokość refleksów fazy gamma-Ni jest różna (Rys. 87 niebieski na dole oraz żółty) - z czym to jest związane?
- 26) Ciekawy jest wynik dotyczący badań wytrzymałościowych dla Inconel 718/Palnicro 36M zamieszczony w Tabelach 51 (po poprawie lutowania z przesycaniem) i 52 (po starzeniu) dla procesu przerwane w temperaturze 910 °C. Złącze to po naprawie charakteryzuje się najwyższą spośród przedstawionych w tabeli wartości (prawie 239 MPa), natomiast po starzeniu jest naj słabszym w zestawieniu Tabeli 52 (287,8 MPa). Jak można to skomentować i odnieść do mikrostruktury?
- 27) Rozdział 5.2.1.2. - proszę podsumować na podstawie wyników testów wytrzymałości połączeń Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 lutowanych w zakresie 1-60 minut, jaki czas lutowania jest rekomendowany ze względu na jakość połączenia i ekonomię jego produkcji?
- 28) Czy w zestawieniu wyników wpływu czasu lutowania (Rys. 110) i maksymalnej siły zrywającej można ująć informację o szerokości szczeliny lutowniczej?
- 29) Rozdział 5.2.1.4. dotyczący rozplwności lutowia Vitta-Braze 1996 - jaki jest rekomendowany czas - 45 minut, a może 3 minuty...?
- 30) W rozkładzie liniowym zmian stężenia pierwiastków brakuje molibdenu na Rys. 144.
- 31) Badania wytrzymałościowe złączy Hastelloy X/Vitta-Braze 1996 (strona 159) - z wyników zestawionych w Tabeli 87 wynika, że największy spadek wytrzymałości na ścinanie (o 30 MPa) wynika ze zmiany szerokości szczeliny z 0,05 mm na 0,1 mm. Z kolejnymi poszerzeniami szczeliny

zmiany nie są już tak wielkie. Warto w tym miejscu odnieść się do mikrostruktury, z której ta prawidłowość wynika i skomentować to w tekście.

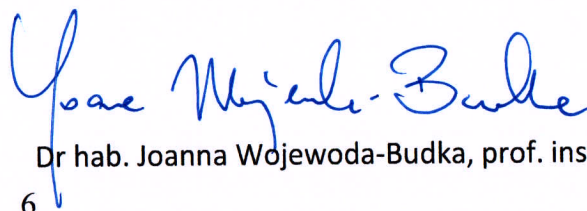
#### **Drobne uwagi edycyjne do całości rozprawy**

- Wprowadzenie strona 7 / 2 linijka od góry: jest: kluczowym, powinno być: kluczowy;
- Strona 13 / 5 linijka od dołu: wzbudnik indukcyjny) oraz - brakuje spacji po nawiasie;
- Strona 16 / 1 linijka od góry: jest: do której zachodzi, powinno być: w której zachodzi;
- Strona 36 / 4 linijka od dołu: jest lutowania dyfuzyjnego, powinno być: lutowania dyfuzyjnego wysokotemperaturowego;
- Strona 38 / 7 linijka od góry: jest: dopierana, powinno być: dobierana;
- Na stronie 45 / 11 linijka od dołu jest zdanie: Charakterystyczną cechą inżynierii materiałowej jest ciągle poszukiwanie materiałów o unikatowych właściwościach. Może lepiej zamienić je na przykład na: Inżynieria materiałowa zajmuje się projektowaniem materiałów o ulepszonych właściwościach, w stosunku do tych obecnie stosowanych.
- Strona 75 / linijka 12: jest: Rys. 52 d, obszar 6 - tab.18, powinno być: Rys. 51 d, obszar 6 - tab.18;
- Na wykresach dotyczących testów wytrzymałości proszę usunąć zera po przecinku na osi opisującej wartości maksymalnej siły zrywającej lub wytrzymałości na ścinanie.
- Strona 98 / linijka 12 od dołu: jest: budowa fazowa strefy ASZ, powinno być: skład fazowy strefy ASZ.
- Strona 110 / 10 linijka od dołu: jest: Rys. 3, powinno być: Rys. 83.
- Strona 162 / 3 linijka od góry: dwukrotnie w tej linijce należy zastąpić powołanie na Rysunek - jest: 151 c a powinno być 152c.

#### **Opinia końcowa**

Rozprawa doktorska mgr. inż. Kamila Krystka stanowi cenne kompendium wiedzy z zakresu lutowania wysokotemperaturowego nadstopów niklu. Doktorant orientuje się doskonale w zakresie podjętej problematyki, niezwykle istotnej i aktualnej, a która wpisuje się w pełni w zakres dyscypliny inżynieria materiałowa. Za najważniejsze osiągnięcia Doktoranta uważam, przedstawienie zależności proces - mikrostruktura - właściwości dwóch rodzajów połączeń lutowanych typowo stosowanych w konstrukcjach silników lotniczych, tj: Hastelloy X/Vitta-Brze 1996 oraz Inconel 718/Palnicro 36M. Na uznanie zasługuje ogrom wykonanej pracy badawczej, wynikającej z 21 różnych parametrów procesu dla każdego z dwóch rodzajów połączenia. Ponadto tekst jest napisany w sposób przejrzysty i zrozumiały, także dzięki jasnemu wprowadzeniu w problematykę zagadnienia w części teoretycznej. Uzyskanie i analiza wyników wymagała od Doktoranta odpowiedniego doboru metodyki i umiejętności analizy obserwowanych zjawisk. Mimo uwag zawartych w recenzji, jednoznacznie stwierdzam, że praca ta stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, a także potwierdza szeroką wiedzę Doktoranta w zakresie lutowania wysokotemperaturowego nadstopów niklu.

**W związku z powyższym stwierdzam, że opiniowana rozprawa spełnia wymagania określone w obowiązującej ustawie: Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2022, poz. 574 z późn. zm.), wobec czego wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Rzeszowskiej im. Ignacego Łukasiewicza o dopuszczenie mgr. inż. Kamila Krystka do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.**



Dr hab. Joanna Wojewoda-Budka, prof. instytutu