



Wroclaw, 17 grudnia 2024 roku

Dr hab. inż. Marzena Lachowicz, prof. PWr
Politechnika Wroclawska
Wydział Mechaniczny
Katedra Obróbki Plastycznej, Spawalnictwa i Metrologii
Ul. Łukasiewicza 7-9
50-371 Wroclaw

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ
mgr inż. Grzegorza Walczyk
pt. „Optymalizacja parametrów obróbki cieplnej w kształtowaniu
właściwości spoin stali ferrytycznych”

Podstawą formalną niniejszej recenzji jest uchwała Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej dotyczące wyznaczenia mojej osoby jako jednego z recenzentów rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Grzegorza Walczyk (pismo RDJMa.RMT.512.13.2024 z dnia 22.10.2024r.).

1. OPINIA OGÓLNA

Przedłożona mi do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Grzegorza Walczyk powstała na Wydziale Mechaniczno-Technologicznym pod kierunkiem Pana dr hab. inż. Marka Roszaka, prof. PŚ. Promotorem pomocniczym był Pan dr inż. Wojciech Pakieła. Praca powstała w ramach IV-tej edycji projektu „Doktorat Wdrożeniowy” współfinansowanego przez MEiN. Opiekunem ze strony przemysłu był Pan mgr inż. Paweł Snopek. Rozprawa zawiera wyniki badań dotyczące zagadnień technologicznych związanych ze spawalnością ferrytycznych stali odpornych na korozję, które mieszczą się w zakresie dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa, choć praca porusza również zagadnienia typowe dla inżynierii mechanicznej. Na pierwszy plan wysuwa się wdrożeniowy charakter pracy, która ma mocno inżynierski charakter. Tym niemniej stanowi ona prawidłowe rozwiązanie sformułowanego przez Doktoranta problemu badawczego, stając się przykładem oryginalnego rozwiązania w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej, spełniając tym samym pkt. 1 Art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce. Właściwe określenie metodyki badawczej oraz opanowanie warsztatu badawczego pozwoliły Doktorantowi na uzyskanie odpowiedzi na postawione założenia w tezach pracy.

Biuro Dziekana

Strona 1 z 13

2. OCENA MERYTORYCZNA

2.1 Ocena znaczenia problemu naukowego rozprawy

W przemyśle cały czas istnieje zapotrzebowanie na konstrukcje spawane wykonane ze stali odpornych na korozję. Zagadnienie jest szczególnie aktualne, biorąc pod uwagę ogólnoświatowe dążenie do redukcji zużycia wody, co przyczynia się jednocześnie do wzrostu agresywności wielu środowisk. Problem ten nie dotyczy jednak wyłącznie środowisk wodnych. Ferrytyczne stale odporne na korozję są wykorzystywane w przemyśle motoryzacyjnym, np. na elementy układów wydechowych. W tym przypadku coraz bardziej rygorystyczne normy emisyjne stawiają również coraz wyższe wymagania przy doborze stali na te elementy.

Stale ferrytyczne, ze względu na brak lub ograniczoną w składzie chemicznym zawartość drogiego niklu, stanowią bardzo istotną grupę stali odpornych na korozję. W wielu zastosowaniach duże znaczenie ma również jej magnetyczność, której nie wykazują stale austenityczne. Tytan jako pierwiastek stanowi stabilizator ferrytu i dodawany jest do ferrytycznych stali odpornych na korozję w zawartości około pięciokrotnie większej od łącznej zawartości węgla i azotu. Jego obecność przeciwdziała tworzeniu się niewielkich ilości austenitu podczas nagrzewania, którego istnienie skutkuje możliwością wystąpienia przemiany martenzytycznej podczas chłodzenia. Powstanie martenzytu wpływa na obniżenie ciągliwości w strefie wpływu ciepła (SWC), a także skutkuje zwiększoną skłonnością do powstawania pęknięć. Znacznym problemem związanym ze spawalnością stali ferrytycznych jest także zwiększona po spawaniu wrażliwość na korozję międzykrystaliczną oraz rozrost ziaren ferrytu wywołany oddziaływaniem ciepła spawania. Biorąc pod uwagę powyższe aspekty aktualnym tematem wciąż pozostają poszukiwania metod poprawy właściwości stali ferrytycznych, które ulegają pogorszeniu w wyniku spawania. Prawidłowe opracowanie technologii spawania, mające na celu minimalizację rozrostu ziarna ferrytu ma zatem istotne znaczenie utylitarne. Doktorant w ramach pracy doktorskiej zaproponował w tym celu wprowadzenie tytanu w postaci proszku w obszar spoiny, a także następującą po tym zabiegu obróbkę cieplną. W przedstawionym kontekście dysertacja Pana mgr inż. Grzegorza Walczyk stanowi ważne zagadnienie technologiczne. Problematyka pracy doktorskiej wpisuje się w aktualne obszary badań aplikacyjnych, a podjęte badania dotyczą istotnych zagadnień. Potwierdza to zasadność wyboru tematyki przedłożonej mi do recenzji pracy.

2.2 Materiał i metodyka badawcza

W badaniach wykorzystano blachę wykonaną ze stali ferrytycznej odpornej na korozję gatunku X2CrTiNb18 według normy PN-EN 10088-1. Niestety Doktorant nie uzasadnia jednoznacznie w pracy, co stało się podstawą do wyboru tej konkretnej stali. Autor przeprowadził badania w dwóch etapach, które określa jako badania wstępne oraz właściwe. Dla potrzeb realizacji badań wstępnych przygotował trzy złącza spawane P1÷P3 bez dodatku tytanu, a także kolejne trzy z dodatkiem 1g tytanu (P4÷P6). Połączenia spawane wykonano z wykorzystaniem metody TIG oraz argonu jako gazu osłonowego. W ramach badań właściwych Doktorant wykonał pięć złączy spawanych bez dodatku tytanu (T2P1÷T2P5) oraz pięć z użyciem dodatku 2g tytanu (T2P6÷T2P10). Różnice pomiędzy próbkami w tych samych seriach dotyczyły obróbki cieplnej.

Próbki P1 oraz P4, a także T2P1 oraz T2P6 nie były poddane żadnej obróbce cieplnej. Dla próbek P2 oraz P5, a także T2P2 oraz T2P7 zastosowano wygrzewanie w temperaturze 880 °C przez 30 minut. W przypadku próbek P3, P6, T2P4 oraz T2P9 zastosowano wygrzewanie 920 °C przez 30 minut. Dla pozostałych próbek zastosowano również wygrzewanie w 900 °C (T2P3, T2P8) oraz 940 °C (T2P5, T2P10). Po wygrzewaniu próbki chłodzono z szybkością 200 °C/h do uzyskania temperatury 300 °C, a następnie swobodnie z piecem. Przyjęty opis próbek do badań jest w pełni zrozumiały, jednak byłby łatwiejszy w odbiorze, gdyby zastosowano odpowiednie schematy. Autor nie wyjaśnia z jakiego powodu badania wstępne były realizowane w dwóch temperaturach, a następnie badania właściwe realizowano już w czterech. Różnice pomiędzy temperaturami nie są duże z tego względu istotne znaczenie ma właściwa kontrola temperatury podczas jej realizacji np. poprzez umieszczenie termopary w komorze pieca. Doktorant nie wskazał czy, a jeśli tak, to w jaki sposób kontrolował temperaturę podczas obróbki cieplnej.

Metodyka badawcza została przedstawiona w podrozdziale 3.4. W celu scharakteryzowania badanych materiałów Doktorant zastosował właściwe metody badawcze, typowe dla inżynierii materiałowej. W pierwszym etapie Doktorant wykonał badania wstępne, w których wykorzystał ograniczone metody badawcze: pomiary twardości, statyczną próbę rozciągania, a także ocenę wielkości ziarna metodą mikroskopową. W kolejnym etapie wykorzystał już szerszy zakres realizowanych badań: badania nieniszczące (wizualne, radiograficzne, penetracyjne), pomiary twardości, statyczną próbę rozciągania, statyczną próbę zginania, badania udarności, mikrograficzną ocenę wielkości ziarna, badania odporności na korozję międzykrystaliczną, a także wykonał badania mikroskopowe SEM połączone z mikroanalizą składu chemicznego (EDS). Doktorant zgodnie ze sztuką inżynierską w celu wyznaczenia właściwości mechanicznych prowadził badania na minimum 3 próbkach. Prawidłowo zastosowano również statystykę matematyczną podczas przedstawiania wyników pomiarów, która dała pogląd na ich rozrzut. Niestety sam opis metodyki badawczej jest dość lakoniczny i bardzo ogólny. W przypadku badań klasycznie przewidzianych dla połączeń spawanych zasadniczo ograniczono się do wskazania normy, zgodnie z którą były one realizowane. Nie we wszystkich metodach wyraźnie wskazano wykorzystany sprzęt badawczy. Uważam, że biorąc pod uwagę charakter pracy doktorskiej, powinno się ważniejsze elementy tych kwestii przedstawić w ramach dysertacji, nawet jeśli te informacje mogą być odnalezione w odpowiednich normach.

W metodyce badań, a także podczas omawiania wyników badań można znaleźć kilka niedoprecyzowanych określeń i opisów:

- 1) W *Planie badań* (str. 44) Autor wskazuje, że zamierza ocenić stężenie wybranych pierwiastków w obszarze spoiny. W rzeczywistości określał dalej jakościowo ich rozkład z wykorzystaniem metody EDS.
- 2) Na stronie 45 Doktorant odwołuje się do trawienia próbek, jednak nie wskazuje odczynnika, który został do tego celu wykorzystany
- 3) Na rysunku 8 nie przedstawiono znacznika skali
- 4) W Tabelach 6a i 6b wskazano skrót anglojęzyczny [wt. %], zamiast [% mas.]
- 5) W pracy nie ma informacji, czy przed wykonanie połączeń spawanych sprawdzono, czy w materiale blachy występuje pasmowość związana w kierunku walcowania. Ma to istotne znaczenie dla uzyskiwanych właściwości połączeń spawanych.

- 6) W opisie statycznej próby rozciągania oraz zginania nie wskazano istotnych warunków w jakich prowadzono badania, takich jak: szybkość odkształcania czy temperatura (str. 47-49). Można się jedynie domyślać, że badania prowadzone były w temperaturze otoczenia.
- 7) W przypadku określania wielkości ziarna (str. 49) czytelniej byłoby, gdyby Autor przedstawił odpowiedni schemat określający zasadę pomiaru. Określenie „metoda przechwytywania” nie jest powszechnie stosowane, więc czytelnik może mieć problem z odpowiednią interpretacją. Przykładowo Recenzent przedstawioną metodę zna jako „metodę zliczania ziaren przeciętych linią pomiarową”. Należy jednak podkreślić, że Autor powołał się na odpowiednią normę, co ułatwia interpretację.
- 8) Na tej samej stronie Doktorant opisując badania mikroskopowe prowadzone w celu określenia wielkości ziarna stwierdza: (...)” Obserwacje wykonano na elektronowym mikroskopie skaningowym w trybie EDS” (...). W rzeczywistości ocena mikroskopowa mająca na celu ocenę wielkości ziarna była realizowana z wykorzystaniem metod mikroskopii świetlnej sprzężonej z systemem analizy obrazu. Badania z wykorzystaniem metod elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM) wraz z analizami EDS były przeprowadzone w dalszym etapie badań w celu oceny mikrostruktury oraz rozkładu pierwiastków, ze szczególnym uwzględnieniem granic ziaren.
- 9) Na rysunku 16 (str. 53) Doktorant przedstawił rozkład frakcji wielkości cząstek tytanu zastosowanego jako dodatek spawalniczy, jednak nie przedstawiono metodyki zastosowanej do oceny wielkości tych cząstek.
- 10) Rysunki 17-22 byłyby czytelniejsze, gdyby w opisie osi zamiast numeru pomiaru zastosowano odległość od środka spoiny.
- 11) Doktorant notorycznie wskazuje oznaczenie twardości bez wskazania obciążenia tj. HV, zamiast HV1, HV10. W szczególności dotyczy to obciążenia 1kG.
- 12) Prawidłowy zapis odnoszący się do umownej granicy plastyczności to $R_{p0.2}$, a nie jak wskazano w Tabeli 18 oraz Tabelach 29 – $R_{e0.2}$.
- 13) Autor używa do oceny udarności jednostki $[J/cm^2]$. Obowiązującą jednostką udarności jest $[J]$, a udarność powinna być opisywana odpowiednio KV lub KCU w zależności od zastosowanego karbu. W pracy zastosowano karb typu V, a tym samym w Tabelach 33÷35 powinna znaleźć się jednostka KV.
- 14) Na wykresach z próby zginania (rys. 41, 42) oś rzędnych opisana jest jako „Siła standardowa”. Jednostką siły jest $[N]$. W tym przypadku jako jednostkę wskazano $[MPa]$, co wskazuje na naprężenie. Jednocześnie na rysunku 25 Autor przedstawił krzywą rozciągania z wykorzystaniem siły $[N]$ na osi rzędnych, zamiast inżynierskiej formy z wykorzystaniem naprężenia i jednostki $[MPa]$, co utrudnia ilościową ocenę uzyskanych krzywych. Należy jednak podkreślić, że w Tabeli 18 oraz Tabelach 29, znajdują się zestawione wartości wskazane właściwie w $[MPa]$.
- 15) Na rysunkach 45-48 znacznik skali jest nieczytelny, co utrudnia interpretację;
- 16) Na stronie 106 Doktorant przedstawia obrazy mikroskopowe SEM, jednak nie umieścił informacji na temat stosowanej metody badawczej zarówno w podpisie pod rysunkiem, jak w i samej treści tego podrozdziału (np. SEM, mikroskopia świetlna), co uważam za dobrą praktykę;
- 17) Na rysunku 54 Doktorant przedstawił rozkład węgla. Ze względu na specyfikę metody EDS węgiel nie powinien być uwzględniany w analizach lub w treści pracy powinno być

wyraźnie wyjaśnione, z jakiego względu Autor uwzględnił ten pierwiastek w swoich rozważaniach;

- 18) W Podsumowaniu Autor stwierdza, że: (...) „obróbka cieplna (...) powoduje zahamowanie rozrostu ziarna w obszarze spoiny” (...). Obróbka cieplna była realizowana po procesie spawania, a złącza spawane bez obróbki cieplnej charakteryzowały się rozrostem ziarna ferrytu w obszarze spoiny. Zatem bardziej prawidłowe w tym przypadku byłoby stwierdzenie, że obróbka cieplna doprowadziła do rozdrobnienia ziarna w obszarze spoiny.
- 19) W załączniku A: brak informacji o materiale dodatkowym, w miejscu przeznaczonym do wprowadzenia gazu formującego jest przepływ, brak jest natomiast informacji o gazie formującym. Jako gaz osłonowy przewidziano Argon 4.0 (czystość 99,99%), natomiast w przypadku materiałów łatwo utleniających się (dodatek tytanu) bardziej odpowiedni byłby Argon 4.5 (99,995%).
- 20) W załączniku B brakuje informacji o twardości materiału rodzimego oraz maksymalnej twardości w spoinie.
- 21) Załącznik D – dwukrotnie umieszczono stronę pierwszą, zamiast pierwszą i drugą.

2.3 Ocena merytoryczna poszczególnych części rozprawy

Przedłożona mi do recenzji rozprawa doktorska ma charakter doświadczalny o tradycyjnym układzie, który jest czytelny, ułożony chronologicznie i nie budzi zastrzeżeń. Pewne zastrzeżenia budzi tytuł pracy, który nie oddaje w pełni zakresu realizowanych badań, gdyż nie uwzględnia wprowadzenia tytanu do jeziora spawalniczego, a wskazuje jedynie na obróbkę cieplną jako metodę rozważaną w kształtowaniu właściwości połączeń spawanych, w tym obszarze spoiny.

Treść pracy podzielona została na pięć rozdziałów. Pierwszy tytuł zatytułowany jako *Wstęp* i stanowi dwustronicowe wprowadzenie do realizowanych zagadnień, a także uzasadnienie oraz motywację do podjęcia badań. Drugi rozdział zatytułowany *Przegląd piśmiennictwa* został sporządzony na dobrym merytorycznym poziomie i podzielony na trzy podrozdziały. Zawierają one zagadnienia istotne z punktu widzenia podjętej tematyki. Pierwszy z nich zawiera klasyfikację oraz krótki przegląd metod obróbek cieplnych stosowanych w przypadku połączeń spawanych. W drugim podrozdziale scharakteryzowano stale ferrytyczne odporne na korozję. Rozdział ten zajmujący 15 stron byłby moim zdaniem czytelniejszy, gdyby został podzielony na dwa podrozdziały. W obecnej formie zagadnienia związane ze składem chemicznym i właściwościami mechanicznymi przeplatają się z kwestiami odporności korozyjnej. W ostatnim podrozdziale odniesiono się do kształtowania właściwości połączeń spawanych wykonanych ze stali ferrytycznych odpornych na korozję, w którym Autor poruszył ważne problemy technologiczne związane z ich spawalnością. W szczególności podkreślone zostało zjawisko rozrostu ziarna. W tej części ponownie Autor odnosi się do zagadnień korozyjnych. W mojej opinii kwestie związane z mechanizmami korozji tych stali i poprawy odporności korozyjnej poprzez dobór składu chemicznego zawarte w dwóch podrozdziałach, można było wyodrębnić do osobnego podrozdziału. Przyjęta forma nie wpływa jednak na wartość merytoryczną ich treści. Przeprowadzone studia literaturowe podparte zostały dość licznymi odwołaniami literaturowymi, które są aktualne i dobrane poprawnie. Na podstawie przeprowadzonych studiów literaturowych Doktorant zdefiniował warunki, jakie muszą spełniać elementy

konstrukcyjne wykonane ze stali ferrytycznej, aby po spawaniu zachować wysoką odporność korozyjną.

Trzeci rozdział dysertacji dotyczący *Badań własnych* Doktorant podzielił na sześć podrozdziałów, w których kolejno wskazano cel i dwie tezy pracy, następnie scharakteryzowano materiał badawczy, zdefiniowano plan i metodykę badań, opisano przygotowanie próbek do badań, a ostatecznie przedstawiono wyniki badań. W pracy przyjęto następujące tezy: 1) *Obróbka cieplna spoin z ferrytycznych stali nierdzewnych wraz z zastosowaniem materiału dodatkowego do spawania powinna ograniczyć zjawisko rozrostu ziaren ferrytu w spoinie*, 2) *Ograniczenie zjawiska rozrostu ziaren występującego w ferrytycznych stalach nierdzewnych wynikające z zastosowania obróbki cieplnej złączy spawanych powinno polepszyć uzyskiwane własności mechaniczne spoin*. W mojej opinii Doktorant w tezie powinien odnieść się do obróbki cieplnej oraz poprawy własności mechanicznych połączeń spawanych. Spoina jest tylko z jednym z elementów połączenia spawanego, a obróbka cieplna dotyczy zawsze całego złącza. Doktorant wyznaczył sobie również cel wdrożeniowy pracy, którym było wyznaczenie odpowiednich parametrów spawania oraz obróbki cieplnej po spawaniu, zakończony opracowaniem dokumentacji technicznej niezbędnej dla uznania technologii spawania. Z treści pracy nie wynika, co Doktorant miał na myśli w odniesieniu do doboru parametrów spawania, gdyż w ramach niniejszej pracy nie analizował wpływu różnych parametrów spawania na jakość uzyskiwanych połączeń spawanych.

Dalsze działania podjęte zostały w celu udowodnienia przedstawionych tez i celu wdrożeniowego. Plan badań został przedstawiony w formie schematu, co zdecydowanie ułatwia jego zrozumienie. Zakres pracy został poprawnie dobrany do udowodnienia tez i celu pracy. Wyniki badań udokumentowane zostały szczegółowo w formie wykresów oraz tabelarycznej, co stanowi dobrą podstawę do dalszych rozważań. Sposób ich przedstawienia uporządkowany został zgodnie z przyjętą metodyką badań. W rozdziale 3.6 w pierwszej kolejności przedstawiono wyniki badań wstępnych, dla których wykonano pomiary twardości, statyczną próbę rozciągania, a także określono wielkość ziarna w obszarze spoiny. Pomiary twardości przedstawiono w formie średniej z pomiarów, a także rozkładów twardości. Następnie zestawiono wyniki wszystkich twardości w formie wykresu kolumnowego. Nie uzyskano istotnych różnic dla połączeń spawanych P1+P3 wykonanych bez dodatku tytanu. Autor zaobserwował natomiast wzrost twardości w obszarze spoiny w przypadku połączeń spawanych wykonanych z dodatkiem tytanu (rys. 23). Następnie Autor zaprezentował wyniki statycznej próby rozciągania, które przedstawił w formie tabelarycznej, wykresu kolumnowego, a także wykresów rozciągania. Doktorant stwierdził wzrost wydłużenia względnego w przypadku połączeń spawanych wzbogaconych dodatkiem tytanu, dla których przeprowadzono następnie obróbkę cieplną. Szkoda, że Autor nie komentuje istotnego spadku wydłużenia wywołanego dodatkiem tytanu dla złączy bez przeprowadzonej obróbki cieplnej (próbki P1 oraz P4 – Tabela 18). Jednocześnie zastosowanie dodatku tytanu oraz wygrzewania w temperaturze 920 °C pozwoliło na nieznaczny wzrost wytrzymałości na rozciąganie. Towarzyszył temu nieznaczny spadek umownej granicy plastyczności w odniesieniu do złączy spawanych uzyskanych bez dodatku tytanu oraz dodatkowej obróbki cieplnej (rys. 24). W następnym podrozdziale przedstawiono wyniki oceny wielkości ziarna ferrytu. Z analizy pracy wynika, że Autor prowadził analizy na podstawie jednej linii wykonanej w obszarze mikrostruktury spoiny, co budzi moje wątpliwości w zakresie miarodajności uzyskanych wyników. Analizy powinny zostać przeprowadzone w minimum trzech różnych miejscach pomiarowych, a uzyskany wynik wskazany jako średnia z tych pomiarów.

Również jakość uzyskanych mikrofotografii budzi pewne zastrzeżenia, jednak była wystarczająca dla określenia wielkości ziarna. Autor stwierdza na podstawie tak uzyskanych wyników, że dodatek tytanu skutkuje rozdrobnieniem ziarna, natomiast późniejsze wygrzewanie wiązało się z rozrostem ziarna.

Badania właściwe rozpoczynają się do rozdziału 3.6.2. Zawiera on szerokie spektrum zrealizowanych badań. Na wykonanych złączach spawanych zostały przeprowadzone badania nieniszczące z wykorzystaniem metod wizualnych, radiograficznych oraz penetracyjnych. Na ich podstawie stwierdzono, że uzyskane złącza spawane wykazują poziom jakości B przy poziomie akceptacji 1 zgodnie odpowiednio z PN-EN ISO 5817 oraz PN-EN ISO 10675-1. Po pozytywnej weryfikacji przeprowadzono badania niszczące. Na tym etapie Doktorant przeprowadził pomiary twardości, na podstawie których stwierdzono zbieżne wyniki z tymi uzyskanymi na etapie badań wstępnych. W kolejnym kroku wykonano badania wytrzymałościowe, w tym statyczną próbę rozciągania oraz statyczną próbę zginania. Do oceny ciągliwości materiału oprócz wydłużenia wyznaczonego na etapie statycznej próbie rozciągania wykorzystano również badania udarności na próbkach z karbem typu V. Doktorant słusznie przeprowadził osobne badania dla obszaru spoiny oraz SWC. Niestety Autor nie komentuje istotnego spadku ciągliwości w obszarze spoiny wywołanej dodatkiem tytanu bez przeprowadzonej obróbki cieplnej (spadek udarności próbki T2P6 względem T2P1 – Tabela 34). Następnie Autor określił wielkość ziaren ferrytu, tym razem stosując już pomiar w trzech obszarach. Szkoda, że Doktorant nie przedstawił makrostruktury uzyskanych połączeń spawanych. Cenną wartość dodaną stanowiłyby badania określające, czy dodatek tytanu nie wpływa na parametry geometryczne spoiny, takie jak: szerokość spoiny czy głębokość wtopienia. W celu oceny odporności na korozję międzykrystaliczną połączenia spawane poddano również próbie Monypenny Straussa przez 24h. Jest to istotne zagadnienie, gdyż znacznym problemem związanym ze spawalnością stali ferrytycznych jest zwiększona wrażliwość na korozję międzykrystaliczną. Następnie przeprowadzono badania metalograficzne ukierunkowane na identyfikację wydzieleni występujących na granicach ziaren, które uzupełniono wykonaniem map rozkładów pierwiastków. Jest to ważny aspekt, jednak cennych informacji dostarczyłaby również ocena składu chemicznego spoin uzyskanych z dodatkiem tytanu. Dałoby to możliwość przeprowadzenia dyskusji w kwestii ewentualnego składu chemicznego materiałów dodatkowych i zaproponowanie odpowiednich wytycznych w tym zakresie. W obecnej formie nie jest możliwe określenie rzeczywistej zawartości tytanu w spoinie.

Całość pracy zakończona została *Podsumowaniem-analizą wyników* oraz *Wnioskami*. Autor w podsumowaniu przedstawił tabelę, w której zebrał wszystkie uzyskane wyniki (Tabela 39, str. 115). Na początku rozdziału zastosował również dość nietypową analizę uzyskanych wyników badań, w formie odpowiedzi na postawione pytania badawcze. Jest to dość oryginalne podejście, gdyż pytania te pojawiają się w tym miejscu pracy po raz pierwszy. Przyjęta forma pozwoliła na uporządkowanie uzyskanych wyników badań, które zostały przedstawione za pomocą obszernego opisu. Autor usystematyzował również poprzez przedstawienie w formie graficznej zależności pomiędzy uzyskiwanymi właściwościami mechanicznymi a wielkością ziarna w obszarze spoiny badanych próbek. W tym rozdziale oczekiwałabym przeprowadzenia większej dyskusji w zakresie przyczyn oraz mechanizmów. Niestety obecna forma ma dość analityczny charakter, co znacząco obniża naukową wartość pracy. Częściowo następuje również powielenie analiz, które przeprowadzone zostały na wcześniejszym etapie. Autor nie odwołuje się w tym miejscu do studiów literaturowych. Uważam, że znacznie korzystniejsze byłoby, gdyby Autor

wyodrębnił w tym miejscu jedynie istotniejsze wyniki uzyskane w ramach dysertacji, ale poddał je głębszej analizie. Potencjał dla zbudowania szerszych dyskusji naukowych mają w szczególności badania mikrostrukturalne.

W ostatnim z rozdziałów zatytułowanym *Wnioski*, Doktorant na podstawie przeprowadzonych badań sformułował cztery wnioski końcowe. Autor stwierdza w pierwszym z nich, że zastosowanie obróbki cieplnej po spawaniu prowadzi do rozdrobnienia ziaren w obszarze spoiny. Wskazuje jednocześnie, że najlepsze wyniki w tym zakresie uzyskano dla temperatury 920 °C. Stwierdza także, że wprowadzenie przed obróbką cieplną dodatku tytanu przekłada się na rozdrobnienie ziarna w obszarze spoiny, ale również w obszarze SWC. Pozwoliło to na potwierdzenie I tezy pracy. Autor stwierdza również, że uzyskane w ten sposób rozdrobnienie ziarna nie przekłada się na wzrost wytrzymałości i ciągliwości badanych połączeń spawanych. Zatem tylko częściowo udało się Doktorantowi potwierdzić II-gą z postawionych tez, jednak uzyskane wyniki wnoszą nowe treści poznawcze.

2.4 Ocena redakcji i formalnej strony rozprawy

Recenzowana rozprawa zawiera 125 strony maszynopisu, bez wykazu bibliografii obejmującego 96 pozycji literaturowych, 22 norm przedmiotowych, a także 6 innych odnośników. Praca została przygotowana w miarę starannie. Napisana została z użyciem zasadniczo poprawnego i zrozumiałego języka, a także właściwej terminologii. Pomimo ogólnie starannej redakcji pracy, można jednak zauważyć błędy stylistyczne, interpunkcyjne oraz inne redakcyjne. Pewne nieścisłości zauważone w tym zakresie zostały przedstawione w dalszej części recenzji.

Do najważniejszych komentarzy odnoszących się do strony formalnej pracy należą:

- 1) W pracy pojawiają się niezrozumiałe cytowania, które nie znajdują odzwierciedlenia w bibliografii - np. [1Z] lub [2Z] na stronie 43, etc.
- 2) Autor rozdział 3.6 dotyczący *Wyników badań* podzielił na kolejne podrozdziały, które opisane są chronologicznie zgodnie z przyjętą metodyką badań. Uważam, że korzystniej byłoby, gdyby Doktorant podzielił ten rozdział na dwa osobne dotyczące wyników badań wstępnych oraz właściwych. Tym samym wykorzystałby maksymalnie trzeci poziom iteracji w numeracji podrozdziałów. Konsekwencją obecnie przyjętej formy jest rozdrobnienie treści przyczyniające się do tego, że przejście pomiędzy kolejnymi poziomami często rozdzielone jest wyłącznie jednym zdaniem.
- 3) Bibliografia cytowana jest przypadkowo. Nie ma zasady cytowania zgodnie z kolejnością cytowania lub z kolejnością alfabetyczną, Przykładowo na początku pracy na stronie 7 Autor odwołuje się do pozycji literaturowych [1,24,33], a następnie do [1-3,5,85].

Przegląd piśmiennictwa zajmuje około 1/3 objętości całości pracy. Wybór literatury jest trafny, a większa część pozycji literaturowych to prace anglojęzyczne. Ilość zacytowanej bibliografii jest wystarczająca, aby dać Doktorantowi rozpoznanie w aktualnym stanie wiedzy w analizowanych zagadnieniach. Dane literaturowe zostały podzielone na kilka części. W pierwszej z nich umieszczono publikacje naukowe, w kolejnej zestawiono normy, a w ostatniej certyfikaty. Na początku pracy zamieszczono także spis treści, streszczenie w języku polskim oraz angielskim, a także wstęp. Pozostałą część stanowią badania własne, które przedstawiono w formie

raportowej. Praca została zakończona podsumowaniem obejmującym analizę wyników oraz wnioski końcowe. Na końcu umieszczono również załączniki w postaci: pWPS, a także sprawozdania z badań kwalifikacyjnych.

Doktorant nie ustrzegł się w swojej rozprawie niejasnych lub nieściślych sformułowań. Część z nich dotyczyła metod badawczych i z tego względu opisano je w rozdziale 2.2. Do pozostałych uwag w tym zakresie należy zaliczyć:

- 1) Nieaktualne, choć w pełni zrozumiałe w zastosowanym kontekście jest określenie „stal węglowa”. Obowiązującą formą jest określenie „stal niestopowa”. Pierwsze sformułowanie może być natomiast wykorzystywane w odniesieniu do zawartości węgla w stali tj. stal niskowęglowa, średniowęglowa lub wysokowęglowa (str. 7);
- 2) Niepoprawne jest stwierdzenie: (...) „zastosowania tychże stali na częściach maszyn” (...). Powinno być: „w częściach maszyn”. (str. 5).
- 3) Na stronie 12 Autor stwierdza: (...) „aby chłodzenie kriogeniczne odniosło żądany efekt czyli ograniczenie rozrostu ziaren ferrytu podczas procesów cieplnych jest odpowiedni przepływ” (...). Brakuje słowa „wymagany”.
- 4) Na stronie 16 Doktorant wskazuje, że stale (...) „W porównaniu do austenitycznych stali nierdzewnych ferrytyczne stale nierdzewne charakteryzują się wyższą granicą plastyczności (...), co nie jest prawdziwe dla większości stali ferrytycznych. Jednocześnie na kolejnej stronie Doktorant przedstawia wykres, z którego wynika odmienna zależność;.
- 5) Niezrozumiałe jest stwierdzenie na stronie 25: (...) „struktura równoosiowa jest ciągła” (...).
- 6) Niefortunne, choć zrozumiałe jest stwierdzenie: (...) „czysto ferrytycznej struktury” (...). Korzystniej byłoby: mikrostruktura jednofazowa, ferrytyczna (str. 28).
- 7) Niepoprawne jest określenie: (...) „badając próbki na udarność” (str. 35). Poprawniej byłoby: badając materiał w celu określenia jego udarności.
- 8) Niefortunne, choć zrozumiałe jest zdanie: (...) „Podczas korozji międzykrystalicznej następuje pobranie chromu z obszarów przygranicznych” (...) – str. 37. Zubożenie w chrom obszarów przygranicznych związane jest z procesami dyfuzyjnymi uwarunkowanymi wydzielaniem się węglików, co staje się przyczyną korozji międzykrystalicznej. Zatem poprawniej byłoby: Przyczyną korozji międzykrystalicznej jest zubożenie w chrom w obszarach przygranicznych (ewentualnie obniżenie zawartości chromu w obszarach przygranicznych).
- 9) Stwierdzenie ze strony 41: (...) „Powierzchnie elementów (...) powinny posiadać gładką powierzchnię” (...) jest w pełni zrozumiałe, ale byłoby bardziej poprawne, gdyby odnieść się do ich niskiej chropowatości.
- 10) Kody (numery) wprowadzone na stronie 41, a dotyczące niezgodności spawalniczych byłyby czytelniejsze, gdyby Autor odniósł się w tym miejscu do normy EN ISO 6520-1.
- 11) Na stronie 44 Autor wymienił „badanie korozyjne złączy spawanych” jako jedną z metod przyjętych podczas realizacji planu badawczego. Lepiej brzmiałoby: „badanie odporności korozyjnej złączy spawanych”.
- 12) W tym samym schemacie Autor wskazuje na: „Optymalizację parametrów obróbki cieplnej w kształtowaniu właściwości spoin stali ferrytycznych” (str. 44). Obróbka cieplna wpływa na całe złącze spawane, a nie tylko na obszar spoiny. Z tego względu lepiej byłoby odnieść

się w tym miejscu do „Optymalizacji parametrów obróbki cieplnej w kształtowaniu właściwości połączeń spawanych ze stali ferrytycznych”.

- 13) Niefortunne jest stwierdzenia na stronie 49, gdzie Autor stwierdza: (...) „Obserwacje wykonano na elektronowym mikroskopie skaningowym w trybie EDS” (...). Spektroskopia rentgenowska z dyspersją energii (EDS) wykorzystywana jest do identyfikacji oraz ilościowego oznaczania pierwiastków występujących w materiale (próbce) podczas badań mikroskopowych realizowanych z użyciem skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM). Sama metoda nie jest wykorzystywana do obserwacji mikroskopowych.
- 14) Często używana przez Doktoranta forma: „obserwacji dokonano/wykonano na mikroskopie” (np. str. 49, 95) jest zrozumiała. Jednak bardziej poprawnie jest używać określeń: badania przeprowadzono/wykonano z wykorzystaniem/przy użyciu mikroskopu.
- 15) W opisie rysunku 14 (str. 50-51) Autor odnosi się do „złączy spawalniczych”. Prawidłowa nazwa dla tego typu połączeń to: połączenia spawane lub złącza spawane.
- 16) Na stronie 53 Doktorat stwierdza odnosząc się do wyboru materiału dodatkowego w formie pasków wyciętych z materiału badanego (blachy), że: (...) „dostępne druty spawalnicze (...) wzbogacane są w tytan lub niob a w eksperymencie badawczym część złączy spawana była bez dodatku tytanu..” (...) Należy pamiętać, że tytan znajdował się już w składzie chemicznym materiału badanego tj. stali gatunku X2CrTiNb18. Jak Autor wskazał w Tabeli 6a i 6b, obie blachy użyte podczas realizacji badań charakteryzowały się zawartością tytanu około 0,14% mas.
- 17) Autor nagminnie używa określenia „struktura” w odniesieniu do „mikrostruktury” np. rys. 26 (str. 66), rys. 45-48 (str. 99-102), rys. 50 (str. 106).
- 18) Doktorantowi nie udało się również ustrzec przed drobnymi, choć dość licznymi błędami redakcyjnymi – przykładowo: „występowanie” zamiast „występowania” (str. 10), „zwierających” zamiast „zawierających” (str. 11), „wstanie” zamiast „w stanie” (str. 13,25), „poprze” zamiast „poprzez” (str. 14), „możne” zamiast „można” (str. 15), „wykazuje własnościami” zamiast „wykazuje własności” (str. 18), „spawalność” zamiast „spawalności” (str. 19), „H2SO4” zamiast „H₂SO₄” (str. 20), „zwartość” zamiast „zawartość” (str. 20), „szybkość chłodzenia” zamiast „szybkości chłodzenia” (str. 22), „ferrytycznych” zamiast „ferrytycznych” (str. 23), „zawierający” zamiast „zawierających” (str. 24), „ausenitotwórczego” zamiast „austenitotwórczego” (str. 31), „spawanie” zamiast „spawania” (str. 32), „ferrytyczne” zamiast „ferrytycznej” (str. 38), „pojawia się” zamiast „pojawiają się” (str. 38), „zbiegiem” zamiast „z biegiem” (str. 39), „autorzy” zamiast „Autorzy” (str. 39), „po przez” zamiast „poprzez” (str. 45), „określające” zamiast „określającego” (str. 95), „ferrytycznej” zamiast „ferrytycznych” (str. 121), „ze ferrytycznych” zamiast „z ferrytycznych” (str. 121), etc.

Występujące potknięcia redakcyjne, częste pomijanie znaczenia znaków interpunkcyjnych wspierających przejrzystość przekazu, a także zauważone nieścisłości utrudniają lekturę rozprawy, jednak nie wpływają merytorycznie na tok postępowania przyjęty przez Doktoranta. Występują one przede wszystkim w części literaturowej.

2.5 Pytania problemowe

Na etapie redakcji pracy Autorowi nie udało się uniknąć pewnych nieścisłości, a niektóre zagadnienia nie zostały wyjaśnione w wyczerpujący sposób. W konsekwencji, podczas analizy treści rozprawy doktorskiej nasunęło się recenzentowi kilka pytań i kwestii problematycznych, które wymagają uszczegółowienia i stanowią zagadnienia do dalszej dyskusji. Należy do nich zaliczyć:

- 1) Czym Doktorant uzasadnia przyjęciem do badań stali gatunku X2CrTiNb18? Czy dla celów poznawczych nie byłoby korzystniej, aby badaniom poddać stal nie zawierającą w swoim składzie chemicznym tytanu?
- 2) Autor podczas spawania wykorzystał metodę zasypową polegającą na wprowadzeniu proszku tytanu do rowka spawalniczego (str. 53). Proszę o uszczegółowienie procesu wprowadzania tytanu, ze szczególnym wskazaniem na następujące aspekty:
 - a) Zgodnie w pWPS połączenia spawane realizowane były z utworzeniem dwóch ściegów. Czy przyjęta forma wprowadzania proszku tytanu pozwalała na równomierne jego rozprowadzenie w obszarze spoiny w kolejnych przejściach?
 - b) Tytan wykazuje wysokie powinowactwo do tlenu. W jaki sposób Doktorant zabezpieczył się przed utlenianiem tytanu na etapie podawania tytanu i przedostawaniem się tlenków do jeziora spawalniczego?
- 3) Na stronie 16 Doktorant wskazuje ma mniejszą podatność na odkształcenie wsteczne stali ferrytycznej w porównaniu do stali austenitycznej. Co Doktorant rozumie przez to określenie?
- 4) Na tej samej stronie Autor zauważa, że: (...) wzrost procentowego udziału tytanu powyżej 0,65% w składzie chemicznym ferrytycznych stali nierdzewnych zmniejsza spawalność." (...). Podobnie na stronie 21 Autor odnosząc się do danych literaturowych wskazuje, że obserwowano zwiększoną skłonność stali ferrytycznych do pękania gorącego w przypadku, gdy zawartość tytanu przekraczała 0,65% (nie wskazano czy % atomowe czy masowe). W przedstawionym kontekście, jak zastosowana w badaniach zawartość tytanu w ilości 2g przełoży się na zawartość tego pierwiastka w składzie chemicznym spoiny? Czym podyktowany był taki dobór ilości tytanu w badaniach właściwych? Był on większy niż w badaniach wstępnych.
- 5) W opisie dotyczącym pomiarów twardości (str. 45) Autor stwierdza: (...)” Badania wstępne pomiaru twardości wykonano metodą HV, natomiast badania właściwe pomiaru twardości metodą HV10 przy obciążeniu 98,07 N” (...). Co Autor miał na myśli? Zapis HV oznacza, że twardość była mierzona metodą Vickersa, co miało miejsce w obu przypadkach. Przy jakim obciążeniu realizowano badania wstępne?
- 6) Autor na stronach 56- 58 przedstawił wyniki pomiarów twardości wykorzystując w tym celu pomiary wykonane wzdłuż linii, a następnie uśrednił je dla poszczególnych obszarów. W jaki sposób zidentyfikowano poszczególne obszary połączenia spawanego? Czy badania były prowadzone na wytrawionych zglądach metalograficznych?
- 7) Doktorant na podstawie uzyskanych wyników pomiarów twardości (str. 61) stwierdził (...) „dodatek tytanu w znaczący sposób wpłynął na wzrost twardości w obszarze spoiny oraz SWC” (...). Czym wyjaśnić wzrost twardości wywołany dodatkiem tytanu na twardość strefy wpływu ciepła? Jaki był udział materiału rodzimego w spoinie? Czy określono stopień wymieszania?

- 8) Na stronie 83 w Tabeli 29 Autor przedstawił wyniki badań w zakresie uzyskanej wartości wydłużenia. W przypadku połączenia spawanego wytworzonego z dodatkiem tytanu, które było następnie wygrzewane w temperaturze 900 °C (złącze T2P8), uzyskano wyraźnie wyższą wartość wydłużenia niż w przypadku pozostałych próbek z dodatkiem tytanu i wygrzewanych w innych temperaturach. Czym to uzasadnić?
- 9) Jak wynika z przeprowadzonych badań, wprowadzenie tytanu w obszar spoiny podczas spawania prowadzi do drastycznego spadku udarność (str. 94-95). Czym Autor to uzasadni? Jakie zmiany mikrostrukturalne są za to odpowiedzialne?
- 10) Na stronach 109-112 Doktorant przedstawił rozkłady pierwiastków w obszarze spoiny badanych złączy spawanych. W przypadku próbki T2P10 można zaobserwować segregację krzemu na granicach ziaren. Rozkład ten jest zbliżony z rozkładem tytanu. Z jaką fazą należy wiązać obecność krzemu na granicach ziaren? Krzem nie należy do pierwiastków węglotwórczych.
- 11) Czy dla analizowanego przypadku możliwe jest ograniczenie rozrostu ziarna ferrytu wyłącznie poprzez zmniejszenie energii liniowej podczas spawania?

3. WNIOSKI I OCENA KOŃCOWA

Na podstawie przeprowadzonej analizy przedłożonej mi do oceny dysertacji doktorskiej należy stwierdzić, że jej tematyka dotyczy istotnych zagadnień technologicznych o znaczeniu praktycznym. Przedmiotem badań była stal ferrytyczna odporna na korozję gatunku X2CrTiNb18 według normy PN-EN 10088-1. Pomimo pewnych braków wykazanych w recenzji, **praca stanowi oryginalne rozwiązanie w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej.** Doktorant podjął w niej próbę wyjaśnienia zidentyfikowanego problemu badawczego, jakim była ocena wpływu wprowadzenia dodatku tytanu do jeziora spawalniczego na etapie spawania oraz obróbki cieplnej po spawaniu na rozdrobnienie ziarna ferrytu, a także uzyskiwane właściwości mechaniczne i odporność na korozję międzykrystaliczną. **Praca wykazuje ogólną wiedzę teoretyczną i praktyczną Doktoranta w zakresie prac prowadzonych w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa.** Autor pracy dobrze orientuje się w problematyce, której poświęcił rozprawę doktorską, zarówno od strony teoretycznej, jak i praktycznej. Praca zawiera poznawcze wyniki badań, które wnoszą nowe elementy wiedzy w zakresie technologii spawania stali ferrytycznych odpornych na korozję. **Istotne znaczenie w mojej ocenie ma aplikacyjny (wdrożeńowy) charakter realizowanej pracy z zakresu technologii spawania,** gdyż istotą wiedzy jest jej użyteczność. Doktorant przedstawił protokół kwalifikowania technologii spawania (WPQR) uznany przez jednostkę notyfikowaną, który dotyczył spawania blach o grubości 3 mm wykonanych ze stali X2CrTiNb18 z zastosowaniem materiału podstawowego (rodzimego) jako materiału dodatkowego oraz obróbką cieplną po spawaniu prowadzoną w temperaturze 920 °C (załącznik B). Tym samym w mojej opinii uwzględniam również fakt, że zgodnie z pkt. 3 Art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, rozprawę doktorską może stanowić praca technologiczna, wdrożeniowa.

Mgr inż. Grzegorz Walczyk w celu udowodnienia postawionych tez i celu wytworzył materiał do badań, a następnie przeprowadził badania doświadczalne według przemyślanego planu badawczego, które zrealizował w pierwszym etapie jako badania wstępne, a następnie rozszerzone badania właściwe. Określenie celu pracy poprzedził sformułowaniem na podstawie przeprowadzonych studiów literaturowych problemu badawczego. Sposób realizacji badań, które zrealizowane zostały zgodnie ze sztuką inżynierską oraz z wykorzystaniem szerokiego zakresu metod badawczych pozwala stwierdzić, że **Doktorant opanował umiejętność samodzielnego prowadzenia badań eksperymentalnych**. Interpretacja uzyskanych wyników, choć dość ogólna, to jednak pozwoliła Doktorantowi na uzyskanie odpowiedzi na sformułowane w pracy tezy. Uzyskane wyniki stanowią uzupełnienie aktualnego stanu wiedzy oraz wnoszą nowe treści poznawcze do dyscypliny Inżynieria Materiałowa, a także pokrewnej inżynierii mechanicznej.

W kontekście powyższych przesłanek dysertacja doktorska Pana mgr inż. Grzegorza Walczyk p.t. " *Optymalizacja parametrów obróbki cieplnej w kształtowaniu właściwości spoin stali ferrytycznych*" spełnia ustawowe kryteria określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1668 z późn. zm.). Na tej podstawie wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa o dopuszczenie mgr inż. Grzegorza Walczyk do dalszych etapów przewodu doktorskiego oraz publicznej obrony jego rozprawy doktorskiej.

