

Prof. dr hab. inż. Zbigniew Mirski
Politechnika Wrocławska
Katedra Materiałoznawstwa, Wytrzymałości i Spawalnictwa
Wybrzeże Wyspiańskiego 27
50-370 Wrocław

Wrocław, dn. 27.05.2019 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Michała Baranowskiego
pt.: *"Oddziaływanie lutu Ni-Cr-Pd ze stopem Hastelloy X w próżni"*, której promotorem jest
prof. dr hab. inż. Jacek Senkara,
wykonana na zlecenie Rady Naukowej Wydziału Inżynierii Produkcji Politechniki
Warszawskiej, pismem z dn. 3 kwietnia 2019 r.

1. Ocena tematu i celu pracy

Tematyka recenzowanej rozprawy dotyczy zagadnienia oceny połączeń lutowanych reaktywnego superstopu niklu Hastelloy X, wykonanych poprzez lutowanie wysokotemperaturowe w próżni spoiwem na osnowie Ni-Cr-Pd. Nadstopy niklu mają szerokie zastosowanie m.in. w przemyśle lotniczym, w budowie odpowiedzialnych elementów, często pracujących w ekstremalnych warunkach. W dostępnej literaturze można znaleźć informacje na temat lutowania spoiwem Palnicro 36 M stali nierdzewnych Cr – Ni i stopów niklu typu Inconel. Brakuje jednak informacji, dotyczących badań połączeń lutowanych ze stopu Hastelloy X spoiwem Palnicro 36 M, a w szczególności oceny mikrostruktury lutowiny i złączy lutowanych w zależności od czasu lutowania i szerokości szczeliny lutowniczej. Posłużenie się przez Doktoranta, m.in. próbą klinową i określenie maksymalnej szczeliny lutowniczej, bez obecności kruchych faz międzymetalicznych, uważam za bardzo trafne i pożądane. Umiejętnie dobrane eksperymenty badawcze, umożliwiły Doktorantowi sterowanie budową struktury i właściwościami połączeń lutowanych. Podjęcie tematyki przez Doktoranta uważam w pełni uzasadnione, wynikające z aktualnego zapotrzebowania w przemyśle, nie tylko lotniczym, na niezawodne połączenia lutowane. Zastosowane lutowanie wysokotemperaturowe w próżni, jest zaliczane do jednych

z najważniejszych technologii spajania zaawansowanych materiałów, umożliwiających osiągnięcie największej jakości, w najbardziej odpowiedzialnych połączeniach lutowanych.

Podstawowy cel pracy, w początkowym zapisie, został przedstawiony jasno, było nim poznanie i opis mechanizmu oddziaływania lutu Palnicro 36M ze stopem Hastelloy X, w warunkach lutowania próżniowego. Autor podaje zakres oddziaływania temperatury 820 - 960°C, który wynika z temperatury solidus – likwidus spoiwa lutowniczego. Wymaga to jednak rozszerzenia, gdyż temperatura lutowania wynosiła 995°C, a więc przekraczała temperaturę likwidus lutu. Mało precyzyjny jest też zapis Autora w rozważaniach dotyczących celu pracy, a mianowicie: *...uwzględnienia próby wyjaśnienia boru w złączu.*

2. Układ pracy, ocena ogólna rozprawy

Praca doktorska mgr. inż. Michała Baranowskiego jest pracą o charakterze eksperymentalnym, przeprowadzone badania i ich analiza zostały poprzedzone rozpoznaniem literaturowym. Układ rozprawy jest całkowicie poprawny dla tego rodzaju prac. Rozprawa została podzielona na 10 rozdziałów, stanowiących dwie zasadnicze części: część teoretyczną i część badawczą. Objętość rozprawy wynosi 178 stron tekstu, przy zawartości teorii liczącej 56 stron. Jest ona bogato ilustrowana, znajdują się w niej 144 rysunki i 32 tabele. W rozprawie Autor zamieścił streszczenie pracy w języku polskim i angielskim. Wykaz literatury, stanowiący końcową, nienumerowaną część rozprawy, obejmuje 132 pozycje, w których mgr inż. Michał Baranowski jest współautorem 4 publikacji [29, 86, 87, 93]. Bibliografia jest przytaczana na bieżąco, począwszy od drugiego rozdziału, zabrakło uporządkowania, które z jednej strony wyklucza powtarzanie autorów, a z drugiej strony ułatwia ich wyszukiwanie. W pracy zabrakło również wykazu ważniejszych oznaczeń i skrótów, które jest pomocne podczas studiowania pracy.

Krótkie wprowadzenie, stanowiące rozdział 1, jest wstępem do rozważań na temat zagadnień związanych z przedmiotem rozprawy. W zasadzie nie powinno być numerowane.

W rozdziale 2 Autor charakteryzuje stopy niklu, w tym żarowytrzymałe i żaroodporne stopy Ni, a także badany superstop niklu Hastelloy X. Zamieszcza podstawowe właściwości fizyczne i mechaniczne badanego stopu, a także określa jego podatność do procesów spajania, w tym spawania i lutowania.

Rozdział 3 jest poświęcony lutom do spajania stopów niklu, w tym lutom niklowym z palladem, a także lutom Ni z dodatkiem Cr i Pd, czyli lutami wybranymi do lutowania stopu

Hastelloy X. Doktorant charakteryzuje udział poszczególnych składników lutu i ocenia ich wpływ na właściwości tego spoiwa.

Autor w 4 rozdziale, poświęconym lutowaniu stopów niklu, przedstawił podstawy teoretyczne lutowania próżniowego, wskazując na podstawowe zjawiska fizykochemiczne, występujące w lutowaniu, takie jak: zwilżalność, rozplywność, kapilarność i zjawiska dyfuzyjne. Doktorant zwrócił uwagę na lutowanie spoiwem Palnico 36M stali nierdzewnej oraz superstopów niklu, głównie Inconelu 718 w przemyśle lotniczym, jednym z głównych odbiorców tego rodzaju połączeń lutowanych.

Rozdział 5 jest poświęcony właściwościom połączeń lutowanych. Autor podaje podstawowe próby mechaniczne oceny właściwości połączeń lutowanych, w tym statyczną próbę ścinania oraz rozciągania, próbę odrywania i technologiczną próbę zginania, a także pomiary twardości i mikrotwardości i inne badania, w tym zmęczeniowe i odporności na pełzanie. Opisuje, na podstawie analizowanej literatury, lutowanie spoiwami, typu Ni-Cr-Pd. Informuje o dotychczasowych badaniach właściwości mechanicznych tego rodzaju połączeń i pomiarów mikrotwardości połączeń wykonanych lutem Palnico 36 M, ale z udziałem stali nierdzewnych.

Na końcu części teoretycznej rozprawy, w rozdziale 6, dokonuje zwięzłego podsumowania stanu zagadnienia.

Cel pracy i zaproponowany program badań stanowi rozdział 7 niniejszej rozprawy doktorskiej. Autor szczegółowo nakreślił program badań, który obejmował analizę próżni poprzez ocenę zawartości gazów resztkowych, wydzielających się podczas procesu lutowania próżniowego, badania zwilżalności lutem Palnico 36 M materiału lutowanego, przy użyciu 2 stanowisk badawczych, wykonanie połączeń lutowanych z uwzględnieniem zróżnicowanych parametrów lutowania, w tym temperatury i czasu wytrzymania oraz wpływu szerokości szczeliny lutowniczej, badania metalograficzne połączeń lutowanych i ich właściwości mechanicznych. Zwraca uwagę to, że Doktorant wziął pod uwagę próbę klinową, dostarczającą wiele informacji na temat efektów zjawisk fizykochemicznych, zachodzących w szczelinie lutowniczej, w zależności od jej szerokości. Następnie przedstawił materiały, używane w procesie lutowania oraz metodykę badań, w tym na metodę indentacji DSI, umożliwiającą uzyskanie właściwości mechanicznych połączeń, bez konieczności kłopotliwego przygotowania próbek.

Rozdział 8 stanowi podstawowy rozdział pracy, w którym mgr inż. Michał Baranowski przedstawił wyniki własnych badań. Są one dobrze zdokumentowane i przedstawione z krótkim komentarzem poszczególnych wyników badań. W metodyce

badania Doktorant wziął pod uwagę najważniejsze aspekty wynikające z nakreślonego celu pracy i programu badań. Dokonał oceny próżni poprzez analizę gazów reszkowych, wydzielających się podczas procesu lutowania. Przeprowadził i ocenił wyniki zwilżalności lutem Palnicro 36 M podłoża lutowanego, poprzez wyznaczenie kąta zwilżania, przy zwróceniu uwagi na strefę graniczną połączenia na podstawie badań metalograficznych. Przeprowadził próby klinowe, dla zmiennych warunków lutowania, z badaniem strefy granicznej (reakcyjnej), budowy lutowiny, identyfikacji i rozkładu pierwiastków (SEM/EDS) oraz analizy występujących faz na podstawie XRD. Do najciekawszych badań Doktoranta zaliczam próby oceny właściwości mechanicznych złączy lutowanych metodą identyfikacji DSI, w skali mikro na próbkach o małych wymiarach i małej objętości. Należałoby to jednak rozszerzyć w przyszłości o próby oceny właściwości mechanicznych połączeń lutowanych, na podstawie aktualnie obowiązujących norm.

Ważne jest podsumowanie w rozdziale 9, zawierające dyskusję uzyskanych wyników. Autor dokonuje tu szczegółowej analizy zidentyfikowanych faz międzymetalicznych, przy wykorzystaniu układów równowagi czy też zmiany entalpii swobodnej tworzenia się borków chromu. Pomocne w tym aspekcie okazały się również przeprowadzone badania metodą indentacji DSI, w tym pomiary mikrotwardości, wyznaczenie modułu sprężystości i odporności na pełzanie.

Ostatni rozdział 10 przedstawia opracowane wnioski o charakterze poznawczym. Ostatnie dwa wnioski wskazują na możliwość uzyskania połączeń lutowanych, bez udziału struktury wielofazowej w lutowinie, przy odpowiedniej szerokości szczeliny lutowniczej. Wskazane byłoby jednak określenie konkretnej wartości szczeliny, wynikającej z przeprowadzonej próby klinowej.

Doktorant przygotował sobie realizację tematu rozprawy poprzez dobrze rozpoznaną część literaturową. W realizacji pracy posłużył się nowoczesnymi metodami badawczo-pomiarowymi, spośród których należy wyróżnić: mikroskopię elektronową, z analizami typu EDS, analizy XRD zmierzających do identyfikacji faz oraz metodykę DSI, do indentacyjnej oceny właściwości mechanicznych badanych połączeń lutowanych. Mgr inż. Michał Baranowski osiągnął określony cel pracy, poprzez zrealizowanie obszernego programu badań eksperymentalnych. Dokonania Doktoranta w pracy oceniam wysoko.

3. Uwagi ogólne i szczegółowe dotyczące rozprawy

Rozprawa doktorska mgr. inż. Michała Baranowskiego charakteryzuje się wysokim poziomem naukowym. Chciałbym jednakże zwrócić uwagę na niektóre zagadnienia, o charakterze dyskusyjnym, a także na usterki i uchybienia zauważone w pracy.

1. Autor często używa terminu *lutowie* (np. s. 35, 37, 38, 43, 87) powinno być *ciekły lut*. Ponadto w rozdziale 4.1.3 (s. 36) dotyczącym *włoskowatości*, poprawniej należałoby to zjawisko w lutowaniu nazywać *kapilarnością*. Zamiast „*wzniesienie włoskowate*”, powinno być np. „*zasysanie kapilarne*”.
2. Podając warunki przygotowania elementów ze stopu Hastelloy X do lutowania próżniowego, Autor nie podaje wartości wybranej, stałej szerokości szczeliny lutowniczej (s. 62, 63, rys. 7.6), na jakiej podstawie wybrano tą szczelinę i jak tą szczelinę ustalano. Ponadto nie podano warunków nagrzewania próbek w laboratoryjnym piecu próżniowym, jak również warunków studzenia uzyskanych połączeń lutowanych.
3. W etapach lutowania, które Autor podaje na stronie 42 rozprawy brakuje ważnego etapu, jakim jest studzenie połączenia lutowanego. Ponadto Autor podaje na stronie 42 lutowanie twarde i wysokotemperaturowe w atmosferze obojętnej. Lepiej nazywać to atmosferami kontrolowanymi, które obejmują również atmosfery o oddziaływaniu redukującym.
4. Wyniki próby klinowej zostały przedstawione mało czytelnie. Wartości szerokości szczeliny są zaznaczone w mikrostrukturze połączeń lutowanych w sposób zupełnie niewidoczny. Nie ma podanych wartości wypełnionych szczelin lutowniczych na rysunkach 8.43 - 8.50. Jest pokazana szczelina lutownicza wypełniona lutem, w próbie klinowej w zależności od czasu lutowania: 10, 20, 30 i 60 min. Wskazane byłoby jednakże pokazanie mikrostruktury, jak zmienia się od najmniejszej do największej szerokości wypełnionej szczeliny lutowniczej, a także jak zmienia się strefa reakcyjna i budowa strukturalna lutowiny.
5. W podanych wnioskach poznawczych, ostatnie dwa wnioski są mało konkretne. W przedostatnim wniosku Autor pisze, „*że spełniając określone warunki, można uzyskać połączenia bez strefy wielofazowej*”, nie podając tych warunków. W ostatnim wniosku jest stwierdzenie dotyczące uzyskania „*lutowiny...*, *poprzez zastosowanie odpowiedniej wielkości szczeliny lutowniczej*”, bez podania jej szerokości, a jest to

bardzo istotny parametr w konstrukcji połączenia lutowanego, którym można sterować w procesie lutowania.

Inne uwagi, w tym również uwagi terminologiczne

Na stronie 42 Autor przywołuje stosowne normy [27, 30, 32, 85-87], dotyczące doboru materiałów i sposobów lutowania w produkcji podzespołów lotniczych, a są to publikacje, które te normy zawierają.

Na stronie 49, w tabeli 4.1, w podanych 3 składach chemicznych dla strefy środkowej połączenia stopu Inconel 625, w żadnym przypadku nie ma zgodności, odnośnie dotrzymania składu w 100 %. Podobnie, dotyczy to wyników podanych w tabelach 8.4 (s. 90) i 9.3 (s. 163).

Podany przez Doktoranta zakres mikrotwardości Vickersa w zakresie HV 0,01 – HV 0,1 jest szerszy i dochodzi do HV 0,2, przy obciążeniu penetratora Vickersa 200 G (s. 53), wg aktualnie obowiązującej normy PN-EN ISO 6507:2018-05.

Doktorant przedstawia też „mikrotabelę” 7.2, w której podaje wyniki pomiarów chropowatości podłoży próbek ze stopu Hastelloy X, tj. Ra i Rys , bez jednostek, przy błędnym zapisie (w indeksach), nie podając liczebności próbek.

Zbędne jest pokazywanie oczywistych ilustracji, nie wnoszących istotnych informacji, np. rys. 7.1 (s. 59, taśma lutu Palnicro 36M).

Autor podaje masę przygotowanych próbek lutowania, do pomiarów zwilżalności, równą 0,18017 g, skąd wynika taka wartość i dokładność jednej 100-tysięcznej grama (s. 61).

W tabelach 8.2 i 8.3 Autor podaje poszczególne wyniki pomiarów szerokości *strefy granicznej*, lepiej nazywać to *strefą reakcyjną*, z dokładnością do 0,1 μm , natomiast przy podawaniu wartości średniej pojawia się już przesadna dokładność, wynikająca z działań matematycznych, a mianowicie wyniki z dokładnością do 0,01 μm .

Autor rozprawy używa naprzemiennie, raz *właściwości mechaniczne* (s. 52, 56, 57, 64) a innym razem *własności mechaniczne* (s. 53, 54). Należałoby to ujednotwić i używać terminu *właściwości mechaniczne*.

Doktorant podaje termin *mikroskopii optycznej* (s. 57), chociaż właściwiej należałoby używać terminu *mikroskopii świetlnej*, w odróżnieniu od *mikroskopii elektronowej*, gdzie wykorzystuje się soczewki elektromagnetyczne (tzw. optykę elektronową). Zamiast *wielkość szczeliny* lepiej nazywać to *szerokością szczeliny* (np. s. 42, 50).

Autor podaje na stronie 44 *szybkość chłodzenia* w lutowaniu próżniowym, powinno być to określone jako *szybkość studzenia*, w warunkach wolniejszego oddawania ciepła w piecu aniżeli w warunkach normalnych, przy oddziaływaniu powietrza.

Usterki redakcyjne i inne nieścisłości:

- s. 16, jest ...*plytek Widmanstatten*..., powinno być... *plytek Widmanstättena*...,
- s. 16, jest ...*możemy*..., powinno być w formie bezosobowej ...*można*...,
- s. 23, jest podana norma PN-EN 1044:2002 Lutowanie twarde - Spoiwa, jest ona nieaktualna i została zastąpiona normą PN-EN ISO 1044:2010, w języku angielskim,
- s. 23, jest podpis pod rys. 3.1 *Pneumatyczny dozownik lutu w postaci pasty*, lepiej brzmi *Pneumatyczny dozownik pasty lutowniczej*,
- s. 26, jest podana w tabeli 2.5 umowna granica plastyczności $R_{0,2}$, powinno być $R_{p0,2}$,
- s. 64, brak podziałek i wartości na osi współrzędnych rys. 64,
- s. 76, na rys. 8.10 jest: *po stopniu lutu*, powinno być *po stopieniu lutu*,
- s. 82, są podane wartości w mL, powinno być w ml.

Mimo przedstawionych uwag, niektórych o charakterze dyskusyjnym, podkreślam że nie umniejszają one wartości merytorycznych recenzowanej rozprawy doktorskiej i nie obniżają mojej wysokiej oceny.

4. Wniosek końcowy

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską stwierdzam, że mgr inż. Michał Baranowski wykazał się dużą umiejętnością formułowania i samodzielnego rozwiązywania problemów badawczych. Przeprowadził szeroki zakres badań eksperymentalnych, przy zastosowaniu nowoczesnych metod i aparatury kontrolno-pomiarowej. Wykazał się dużą wiedzą w zakresie inżynierii materiałowej, technik pomiarowych oraz zaawansowanej technologii lutowania próżniowego. Uważam, że niniejsza rozprawa stanowi oryginalny i istotny wkład w rozwój inżynierii spajania i mieści się w obszarze dyscypliny „*Budowa i eksploatacja maszyn*”, a osiągnięte wyniki mają duże znaczenie naukowe, z możliwością ich praktycznego wykorzystania. Mając powyższe aspekty na uwadze, przedstawiam wniosek o wyróżnienie niniejszej rozprawy doktorskiej.

Stwierdzam, że rozprawa mgr. inż. Michała Baranowskiego pt.: „*Oddziaływanie lutu Ni-Cr-Pd ze stopem Hastelloy X w próżni*” spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim w ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym i stawiam wniosek o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Mirski