

Prof. zw. dr hab. inż. Józef Żmija, dr h. c. Pł.

Warszawa, 01.06.2017r.

Instytut Optoelektroniki WAT

ul. S. Kaliskiego 2

00-908 Warszawa

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Roberta ALBRECHTA pt. „Defekty strukturalne oraz ich związek z krystalizacją monokrystalicznych łopatek silników lotniczych” (promotor Pan dr hab. Włodzimierz BOGDANOWICZ) opracowana na prośbę Dziekana Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach UŚ w Katowicach Pani dr hab. Danuty STRÓŻ (pismo z dnia 18.04.2017).

Przedstawiona mi do recenzji rozprawa doktorska R. ALBRECHTA pod wyżej wymienionym tytułem zawiera streszczenia (p.1) trzech zasadniczych części. W części pierwszej dokonał przeglądu literatury (p.2), po którym postawił tezę pracy (p.3) i określił cele i zakres pracy (p.4). W części drugiej opisał metodykę i materiał badań (p.5 i p.6). Część trzecia zawiera opis wyników badań (p.7) i dyskusję uzyskanych wyników badań (p.8). Podał także spis cytowanej literatury składającej się ze 106 pozycji, w tym 6 własnych opublikowanych prac. Łącznie opublikował 16 prac, w których doktorant jest współautorem, 5 z tych opublikowanych jest w czasopismach z listy filadelfijskiej, w których poruszana jest tematyka związana z problemami rozpatrywanymi w recenzowanej rozprawie doktorskiej. Praca napisana jest na 144 stronach, 80 rysunkach i 7 tabelach.

Obecnie stosowane w samolotach i energetyce wirniki turbin gazowych pracują przy dużych obciążeniach mechanicznych i temperaturach zbliżonych do ich temperatury topnienia w agresywnym środowisku korozyjnym. Łopatki turbiny wysokiego ciśnienia do samolotów otrzymuje się w postaci monokrystalicznej z nadstopów niklu, wśród których szeroko stosowany jest stop CMSX-4. Monokryształ tych materiałów utworzony jest z zespołu równoległych dendrytów o jednakowej orientacji krystalograficznej. Monokryształy tych materiałów bezpośrednio po monokryształizacji mogą zawierać defekty strukturalne takie jak granice niskokątowe bloków mozaiki, makroskopowe obszary naprężeń itp. Defekty te prowadzą do obniżenia własności mechanicznych wyrobów. Defekty te nie mogą być usunięte w rezultacie obróbki cieplnej wyrobów. Obecnie w przemyśle do badania realnej struktury wyrobów z monokryształów nadstopu niklu CMSX-4 stosowane jest trawienie całych powierzchni łopatek wspomagane badaniem orientacji krystalograficznej w kilku punktach tej powierzchni. Ponieważ w ostatnich latach opisano szereg defektów struktury związanych z lokalnymi zmianami orientacji krystalograficznych mającymi znaczny wpływ na wytrzymałość wyrobów, a które stosowane dotychczas w przemyśle nie są możliwe do zaobserwowania. Doktorant postawił sobie ambitny cel w poszukiwaniu metod badawczych pozwalających na bardziej precyzyjną i kompleksową ocenę realnej struktury monokrystalicznych wyrobów z nadstopu niklu, a w szczególności ze stopu CMSX-4.

W pierwszej części (p.2) Pan mgr inż. R. ALBRECHT, przedstawił przegląd literatury dotyczący przedmiotu swojej rozprawy doktorskiej. Opisał rozwój technologii stosowanych w przemyśle lotniczym (p.2.1), który doprowadził do koncepcji współczesnego silnika turbodrzutowego w tym technologii łopatek, który doprowadził do ich otrzymywania z monokrystalicznych nadstopów niklu (metodą ukierunkowanej krystalizacji – Bridgmana). Przedstawił stan wiedzy na temat makro i mikrostruktury oraz składu chemicznego monokrystalicznych wlewków (p.2.3), a także anizotropii wytrzymałości na pełzanie przy wysokich temperaturach (p.2.3.1). Bardzo dobre własności wykazywały łopatki, w których kierunek wzrostu pokrywał się w przybliżeniu z kierunkiem [001] monokryształów. Opisał także dyfrakcyjną topografię rentgenowską w badaniach realnej struktury monokryształów metodami: Berga – Barretta i Auleytnera w tym warunki dyfrakcji (p.2.4.1) i zastosowania dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej w badaniach realnej struktury monokryształów nadstopów niklu (p.2.4.2). Stwierdził, że wyniki uzyskiwane metodą Auleytnera ze względu na prostotę aparatury oraz wysoką rozdzielczość kątową, przy użyciu konwencjonalnego źródła promieniowania rentgenowskiego, dają wysokiej jakości topogramy z dużych powierzchni wlewków i wydaje się możliwe jej zastosowanie w warunkach przemysłowych. Jednak w celu jednoznacznej interpretacji topogramów wlewków monokrystalicznych z nadstopów niklu niezbędne jest przeprowadzenie szeregu badań uzupełniających, z wykorzystaniem innych metod charakteryzacji ich realnej struktury.

Doktorant na podstawie zaprezentowanego przeglądu literatury postawił tezę (p.4), że do tej pory nie opracowano jednolitej procedury badawczej, oraz metody interpretacji jej wyników pozwalających na określenie realnej struktury dendrytycznych dwufazowych monokryształów nadstopów niklu, których mikrostruktura składa się z mikromozajki bloków fazy  $\gamma' - Ni_3Al$  i osnowy fazy  $\gamma - Ni$ . „Jednak z uwagi na występowanie cech wspólnych monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu oraz stricte monokryształów istnieje możliwość dostosowania dotychczasowych metod badawczych, w szczególności topografii rentgenowskiej oraz interpretacji wyników badań ...”. Poza tym założył, że „kształt poszczególnych fragmentów łopatek turbin lotniczych, oraz ich orientacja krystalograficzna wywierają istotny wpływ na mechaniczne kształtowanie i specyfikę ich przestrzennego rozkładu.” Wziąwszy powyższe pod uwagę określił cele i zakres pracy (p.4).

Pan mgr inż. R. ALBRECHT następnie w (p.5) opisał przygotowanie materiału do badań i zastosowane metody badawcze. Do badań użyto przemysłowego nadstopu II generacji na bazie niklu o nazwie handlowej CMSX-4, produkowanego przez firmę Cannon-Muskegon Co. (USA). Monokrystalizację łopatek turbiny lotniczej prowadzono metodą Bridgmana w piecu ALD VIM 2E DS./S.C. w laboratorium Badań dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej. Próbkę do badań przygotowano przez wycinanie za pomocą precyzyjnej niskoprądowej przecinarki elektroiskrowej przeznaczonej do obróbki monokryształów, szlifowania na papierach ściernych SiC i polerowania na suknach polerskich marki Struers typu Md-Mol z wykorzystaniem zawiesin diamentowych.

Jako główną metodę badawczą doktorant wykorzystał dyfrakcyjną odbiciową topografię rentgenowską z zastosowaniem mikroogniskowego źródła promieniowania i rozbieżnej wiązki promieniowania (zmodyfikowana metoda Auleytnera) nazwaną dalej przez niego metodą Auleytnera z szeroką wiązką promieniowania rentgenowskiego, umożliwia ona badanie realnej struktury dendrytycznej zgładów monokrystalicznych łopatek turbin silników lotniczych o powierzchni do ok. 5 cm<sup>2</sup>.

Optymalna wizualizacja realnej struktury dendrytycznej monokrystalicznych łopatek pozwalająca na powiązanie jej z procesem monokrystalizacji było możliwe przy wykorzystaniu kilku refleksów dyfrakcyjnych. Zastosował także dodatkowe metody, takie jak metoda Laue oraz skaningowa mikroskopia elektronowa (SEM) i transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM). Ponadto przedstawił

niezbędną procedurę obróbki wyników prowadzącą do poprawnego obrazowania defektów. Zastosował także nowatorską dyfraktometryczną technikę mapowania orientacji krystalograficznej metodą  $\Omega$ -skan, a typowe mapy parametrów składowych  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieci  $a_0$ , po raz pierwszy wykorzystano w monokryształach nadstopów niklu w autorskim dyfraktometrze firmy EFG.

W części trzeciej swojej pracy doktorskiej Pan mgr inż. R. ALBRECHT przedstawił wyniki badań (p.7), ich dyskusję (p.8) i wnioski (p.9) doświadczalnych realnych struktur próbek nadstopów niklu (wyciąganych z szybkością 3 i 5 mm/min.), których płaszczyzny badane były równoległe i prostopadłe do osi zamka łopatki metodami: SEM (BSE), topografii rentgenowskiej Auleytnera, mapowania orientacji składowych ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ), z użyciem różnych refleksów oraz z mapy parametrów sieci uzyskanych metodą  $\Omega$ -skan. Podobne badania wykonano na próbkach wyciętych z pióra łopatki i grzbietu (powierzchnia spływu pióra – KS i powierzchnia natarcia – KN) i kołnierza oraz przeprowadził analizę wzdłuż całych przekrojów całych łopatek (np.: obrazy mikrostruktury wzdłużnego przekroju łopatki uzyskano poprzez złożenie ok. 90 obrazów mikrostruktur uzyskanych SEM (BSE). Przedstawił także wieloskalową charakterystykę granic niskokątowych. Granice takie są często spotykanym defektem struktury w monokrystalicznych wlewkach nadstopów niklu i dzielą go na bloki (subziarna) i metodami topografii rentgenowskiej i mapowania metodą  $\Omega$ -skan nie da się określić ich przebiegu w strukturze dendrytycznej (np.: nie da się dokładnie określić czy przebiegają one przez obie fazy  $\gamma$  i  $\gamma'$  czy jedynie przez fazę osnowy  $\gamma$ ). Dlatego dla dokładnego ich przebiegu w skali dendrytycznej przeprowadził dodatkowe badania metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Dla określenia przebiegu granic niskokątowych w skali mikro wykonał mapy orientacji (EBSD). Wykorzystując różne powiększenia uzyskał obrazy mikrostruktury z naniesionymi mapami czynnika Schmidta oraz mapę kątów Eulera. Dla dalszej analizy granicy w obszarze międzydendrytycznym koniecznym okazało się użycie TEM. Z obszarów badań metodą EBSD wycinano cienką folię do dalszych badań za pomocą metody trawienia jonami galu (technika FIB). Tak przygotowane cienkie folie badano STEM Titan 80-300 marki FEI oraz TEM JEOL JEM 3010.

Doktorant opanował i wykorzystał wiele nowoczesnych technik badawczych. Stwierdził, że jakość topogramów w metodzie Auleytnera z zastosowaniem rozbieżnej wiązki promieniowania rentgenowskiego silnie zależy od orientacji dendrytów względem badanej powierzchni. Uzyskiwał najbardziej poprawne odwzorowania wzajemnej dezorientacji sąsiednich obszarów, gdy rdzenie dendrytów ułożone były równoległe do tych powierzchni. Zastosował obróbkę komputerową złożonych obrazów mikrostruktury dendrytycznej w tym całej powierzchni zamka łopatek umożliwiło mu wizualizację granic niskokątowych tej mikrostruktury. Dla właściwej charakteryzacji granic niskokątowych niezbędne jest wykonanie topogramów z wykorzystaniem przynajmniej dwóch refleksów, z których jeden służy do dokładnego umiejscowienia granic na badanej powierzchni, drugi zaś służy do dokładnego określenia ich kąta dezorientacji.

Pan mgr inż. R. ALBRECHT wykorzystując powyższe metody przeprowadził obszerne badania realnej struktury monokrystalicznego nadstopu niklu CMSX-4. Stwierdził, że makroskopowe granice mikrokątowe przebiegające w obszarze międzydendrytycznym przez wlewkę, wzdłuż osi wzrostu dendrytów, tworzą się przy znacznym rozszerzeniu frontu krystalizacji na skutek szybkiego wzrostu długich ramion drugiego rzędu, których zdefektowanie i dezorientacja są znacznie wyższe w stosunku do rdzenia dendrytów. Granice niskokątowe przebiegają w fazie  $\gamma$ , w pobliżu wydzieleni fazy  $\gamma'$  wzdłuż granic międzyfazowych. Makroskopowe bloki w monokrystalicznych łopatkach nadstopów niklu CMSX-4 składają się z zespołu prawie równoległych dendrytów. Pomędzy sąsiednimi dendrytami mogą występować silne oraz słabe oddziaływania orientacyjne. Pierwsze prowadzą do tworzenia się bloków, w których wszystkie dendryty mają jednakową lub zbliżoną orientację krystalograficzną, w drugim zaś prowadzą do tego, iż w bloku mozaiki sąsiednie dendryty monotonicznie zmieniają swoją orientację krystalograficzną. Doktorant dla opisanego struktury blokowej monokrystalicznych nadstopów niklu

różnej istotnie od strikte monokryształów proponuje wprowadzenie terminu „struktura orientacyjna”. Wydaje się to być dyskusyjnym (wątpliwości: oddziaływania orientacyjne ważne są dla obu typów monokryształów, jak odróżnić od siebie orientacyjne interakcje silne od słabych itd. Poza tym stwierdził, że gwałtownie zmiany przekroju poprzecznego wlewka wzdłuż osi łopatek prowadzą do lokalnych odkształceń dendrytów oraz zmiany orientacji krystalograficznej, zatrzymania wzrostu dendrytów na ściankach formy w obszarze pióra łopatki i kontynuowania krystalizacji z udziałem kolejnych rzędów ramion dendrytów co powoduje wzrost jej zdefektowania itd.

Oprócz powyższych uwag przy lekturze recenzowanej rozprawy doktorskiej stwierdziłem szereg usterek natury redakcyjnej np.: nieujednolicona terminologia i granice i niskiego i granice nisko - kątowne str. 38, dowolny opis cytowanej literatury itp., prawdopodobnie spowodowane pośpiechem redakcji. Wszystkie powyższe uwagi mają charakter dyskusyjny i nie mają wpływu na jej merytoryczną ocenę, która oceniam na bardzo dobrze z wyróżnieniem wzięwszy pod uwagę zastosowania przez doktoranta szeregu metod badawczych i uzyskanych nowoczesnych wyników ważnych dla produkcji monokrystalicznych łopatek z nadstopu niklu, a przed wszystkim opublikowania w 14 pracach (z niewiadomych powodów zacytowanych jest tylko 6).

Reasumując stwierdzam, że praca doktorska Pana mgr inż. Roberta ALBRECHT pt. „<sup>Defekty</sup> ~~Defekty~~ strukturalne oraz ich związek z krystalizacją monokrystalicznych łopatek silników lotniczych” spełnia wymagania dotyczące prac, dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrany.

