

Kraków, 5.02.2021

Dr hab. inż. Beata Dubiel, profesor uczelni
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej
Al. A. Mickiewicza 30
30-059 Kraków

Recenzja

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Kamila Gancarczyka pt. Doskonałość struktury krystalicznej monokryształu nadstopu niklu CMSX-4 i jej wpływ na właściwości mechaniczne w wysokiej temperaturze

1. Ocena tematyki rozprawy doktorskiej

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Kamila Gancarczyka została wykonana pod kierunkiem Pana prof. dr hab. inż. Jana Sieniawskiego na Wydziale Budowy Maszyn i Lotnictwa Politechniki Rzeszowskiej. Promotorem pomocniczym rozprawy jest Pan dr inż. Dariusz Szeliga. Temat rozprawy związany jest z wytwarzaniem i charakteryzowaniem mikrostruktury i właściwości nadstopów niklu na łopatki gorącej części silników lotniczych. W związku z dążeniem do zwiększenia sprawności silników, wydłużenia ich trwałości eksploatacyjnej oraz obniżenia hałasu i emisji szkodliwych gazów konieczne jest udoskonalenie nadstopów niklu stosowanych na łopatki turbiny wysokiego ciśnienia. W ostatnich kilkudziesięciu latach prowadzone są intensywne prace nad modyfikacją składu chemicznego i warunków wytwarzania monokrystalicznych nadstopów niklu, których celem jest zwiększenie wytrzymałości na pełzanie i zmęczenie cieplno-mechaniczne, przy zachowaniu wysokiej odporności na korozję i stabilności mikrostruktury. W warunkach przemysłowych łopatki monokrystaliczne wytwarza się metodą Bridgmana - Stockbargera. Uzyskanie monokrystalicznych odlewów o jak najmniejszej liczbie defektów struktury wymaga zaprojektowania odpowiedniej konstrukcji formy oraz zachowania stabilnych warunków krystalizacji. Jest to niezbędne w związku z niezwykle wysokimi wymaganiami stawianymi przez przemysł lotniczy. Zależności pomiędzy parametrami procesu wytwarzania monokryształów nadstopów niklu, ich mikrostrukturą

i właściwościami są bardzo złożone. Pomimo wielu badań poświęconych temu zagadnieniu nie są one dostatecznie poznane i wyjaśnione. Dość liczne publikacje podejmują problematykę modyfikacji składu chemicznego monokrystalicznych nadstopów niklu oraz sposobu ich obróbki cieplnej. Celem nadrzędnym tych prac jest ograniczenie skłonności do wydzielania faz topologicznie zwarcie wypełnionych poprzez zmniejszenie niejednorodności składu chemicznego odlewów, zminimalizowanie różnic w wartości parametru niedopasowania sieci krystalicznej faz γ i γ' w obszarach dendrytycznych i międzydendrytycznych oraz na różnych wysokościach pióra łopatek. Ze względu na zastrzeżenie technologii produkcji łopatek monokrystalicznych, w ogólnie dostępnych źródłach literaturowych opublikowano niewiele informacji dotyczących badań charakterystycznych cech ich struktury, takich jak budowa kolumnowa, bloki mozaiki i dodatkowe ziarna. Nieliczne są również doniesienia dotyczące wpływu warunków przesycania i starzenia łopatek na rodzaj i ilość defektów struktury. W świetle aktualnego stanu wiedzy tematyka pracy doktorskiej Pana Kamila Gancarczyka dotycząca zbadania wpływu prędkości wyciągania oraz parametrów obróbki cieplnej na doskonałość struktury krystalicznej łopatek monokrystalicznych i ich właściwości mechaniczne w wysokiej temperaturze jest aktualna i oryginalna.

Do wytworzenia łopatek monokrystalicznych Doktorant wybrał nadstop niklu CMSX-4, który jest jednym z nadstopów najczęściej stosowanych przez czołowych producentów silników lotniczych.

W podsumowaniu oceny tematyki opiniowanej pracy doktorskiej stwierdzam, że problematyka doskonałości struktury krystalicznej monokrystalicznych łopatek z nadstopów niklu jest aktualna i istotna dla uzyskania nowej wiedzy na temat nowoczesnych materiałów dla lotnictwa.

2. Szczegółowa charakterystyka rozprawy doktorskiej

Rozprawa doktorska liczy 99 stron i podzielona jest na osiem rozdziałów. Pierwsze dwa rozdziały zawierają wprowadzenie do problematyki pracy oraz omówienie literatury przedmiotu bezpośrednio związanej z jej tematem. Cytowane źródła literaturowe obejmują 112 pozycji, w tym 11 artykułów, w których Doktorant jest współautorem. Dobrane źródła bibliograficzne świadczą o tym, że Autor wykonał rzetelne studium literatury krajowej i zagranicznej, a opracowanie stanu zagadnienia oparł o dobrze dobrane publikacje książkowe oraz artykuły w renomowanych

czasopismach naukowych. Doktorant umiejętnie scharakteryzował najważniejsze etapy rozwoju monokrystalicznych nadstopów niklu na łopatki turbin w silnikach lotniczych. Wykazał, jak kolejne modyfikacje składu chemicznego oraz technologii ich wytwarzania wpłynęły na zmiany mikrostruktury i właściwości nadstopów. Szczegółowo omówił związane bezpośrednio z tematem pracy aspekty wpływu różnych warunków krystalizacji na defekty odlewów z ziarnami równoosiowymi, ziarnami kolumnowymi i monokrystalicznymi. Krótko scharakteryzował cechy struktury składników fazowych nadstopów monokrystalicznych, opisał ich poszczególne generacje oraz wskazał osiągnięcia umożliwiające stopniowe podwyższanie temperatury pracy i odporności na pełzanie. Na uwagę zasługuje wnikliwie opracowany przegląd literatury związanej z charakteryzowaniem makro- i mikrostruktury nadstopów niklu. Autor przedstawił syntetyczny przegląd publikacji dotyczących badań wpływu składu chemicznego nadstopów i czynników technologicznych, takich jak gradient temperatury i prędkość przemieszczania się frontu krystalizacji na budowę dendrytyczną nadstopów niklu. Scharakteryzował także cechy struktury i morfologii głównych składników strukturalnych – faz γ i γ' oraz eutektyki ($\gamma + \gamma'$) oraz omówił problemy związane z niejednorodnością składu chemicznego i jej wpływem na rozmieszczenie wydzielań fazy γ' w obszarach dendrytów i w przestrzeniach międzidendrytycznych. Szczególną uwagę poświęcił zagadnieniom wpływu warunków krystalizacji kierunkowej nadstopów monokrystalicznych na rodzaj i ilość defektów struktury, takich jak dezorientacja pomiędzy blokami mozaiki, granice małego kąta, frekle i dodatkowe ziarna. Przytoczył dane literaturowe świadczące o szerokim zakresie rozmiarów ww. defektów odlewów monokrystalicznych od skali makro do mikrometrycznych wymiarów wad struktury na poziomie krystalitów faz γ i γ' .

W ocenie przeglądu literatury na pochwałę zasługuje wnikliwy opis technologii monokrystalicznych łopatek z nadstopów niklu. Doktorant kompetentnie scharakteryzował etapy wytwarzania odlewów począwszy od opracowania ich trójwymiarowych odlewów, aż do oceny jakości struktury krystalicznej odlewu. Przytoczył także dane literaturowe wskazujące, że prędkość wyciągania formy ceramicznej oraz parametry geometryczne startera i selektora są kluczowymi czynnikami wpływającymi na krystalizację kierunkową odlewów o budowie kolumnowej i monokrystalicznej. Autor przedstawił także syntetyczną analizę literatury

na temat obróbki cieplnej nadstopów monokrystalicznych i jej wpływu na mikrostrukturę nadstopów niklu. Ze względu na integralny związek z tematyką pracy szczególną uwagę w studium literatury Pan mgr inż. Kamil Gancarczyk poświęcił doniesieniom dotyczącym parametrów charakteryzujących stopień doskonałości struktury krystalicznej monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu, takich jak wartość kąta odchylenia pomiędzy kierunkiem krystalograficznym [001] a kierunkiem wyciągania α_z , wartość kąta obrotu kierunku krystalograficznego [001] względem kierunku wyciągania β_z , a także parametrów mikrostruktury, takich jak kształt, rozmiar i objętość względna fazy γ' oraz porów skurczowych.

W podsumowaniu przeglądu literatury Doktorant wskazał na konieczność uzupełnienia wiedzy na temat wpływu warunków procesu krystalizacji kierunkowej i następującej po nim obróbki cieplnej na rodzaj, liczbę i gęstość defektów struktury krystalicznej monokrystalicznych nadstopów niklu. Na podstawie krytycznej oceny stanu zagadnienia przedstawionego w literaturze oraz wyników badań własnych sformułował tezę rozprawy:

„Dobór warunków procesu krystalizacji monokrystalicznych odlewów łopatek z nadstopu niklu CMSX-4 oraz prawidłowe wykorzystanie efektów przemian fazowych, zachodzących podczas ich obróbki cieplnej, umożliwi podniesienie stopnia doskonałości struktury krystalicznej i jednocześnie zwiększenie wytrzymałości na pełzanie”

W mojej ocenie sformułowana teza naukowa rozprawy jest słuszna i wynika z niej bezpośrednio nadrzędny cel pracy doktorskiej, który został sformułowany jako:

„Ustalenie wpływu warunków procesu krystalizacji kierunkowej, przede wszystkim prędkości wyciągania i obróbki cieplnej monokrystalicznych odlewów z nadstopu niklu CMSX-4 na ich skład fazowy, jednorodność struktury krystalicznej i mikrostruktury oraz wytrzymałość na pełzanie”

Cel pracy uważam za zasadny i jasno sformułowany oraz jednoznacznie określający przyjęty sposób udowodnienia przyjętej tezy. Wybrany do badań materiał jest nadstopem komercyjnym stosowanym w przemyśle lotniczym, więc oprócz aspektów naukowych realizacja celu pracy ma także znaczenie użytkowe.

Dla osiągnięcia zamierzonego celu Doktorant zaplanował prawidłowo program badań własnych, który przedstawił na rys. 22 w formie schematu. Zakres badań jest obszerny i ambitny. Podstawę dla jego pomyślnego zrealizowania stanowiło wytworzenie próbek monokrystalicznego nadstopu niklu CMSX-4 metodą Bridgmana-Stockbargera przy zastosowaniu czterech prędkości wyciągania oraz wykonanie ich obróbki cieplnej.

Do zbadania struktury krystalicznej łopatek i składu chemicznego faz Doktorant wykorzystał metody dyfrakcji rentgenowskiej, mikroskopii świetlnej i elektronowej, spektroskopii Mössbauera i energodispersyjnej mikroanalizy charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego. Parametry struktury krystalicznej monokryształów zostały określone za pomocą metod mikroskopii świetlnej, skaningowej i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (SEM, TEM), spektroskopii Mössbauera i dyfrakcji rentgenowskiej. Badania właściwości mechanicznych w wysokiej temperaturze określono w próbie pełzania.

Metody badawcze zostały odpowiednio dobrane dla uzyskania niezbędnych danych umożliwiających określenie wpływu parametrów krystalizacji i obróbki cieplnej na doskonałość struktury krystalicznej łopatek i ich wytrzymałość na pełzanie.

Użycie wielu nowoczesnych technik badawczych istotnie przyczyniło się do realizacji zamierzonych celów pracy. Pan Kamil Gancarczyk położył znaczny nacisk na opracowanie warunków eksperymentów, zwłaszcza badań orientacji krystalograficznej metodami rentgenowskiej analizy dyfrakcyjnej z wykorzystaniem unikalnych dyfraktometrów dedykowanych do zastosowań dla monokrystalicznych nadstopów niklu. Na uznanie zasługuje również opracowanie procedury badań lokalnego uporządkowania struktury fazy γ' metodą spektroskopii efektu Mössbauera. Moim zdaniem było to trudne wyzwanie, które wymagało zmierzenia się problemami doboru odpowiednich warunków pomiarów, lecz zarazem umożliwiło otrzymanie bardzo ciekawych wyników.

Pierwszą część zaprezentowanych w pracy wyników badań własnych stanowią rezultaty badań mikrostruktury po krystalizacji kierunkowej i po obróbce cieplnej metodami mikroskopii świetlnej i SEM. Doktorant stwierdził, że w badanych warunkach krystalizacji kierunkowej odlewy nadstopu CMSX-4 mają budowę monokrystaliczną typu dendrytycznego, zaś po obróbce cieplnej następuje zmiana budowy do monokrystalicznej typu kolumnowego. Wykazał również, że przesycanie i dwukrotne starzenie prowadzi do uzyskania zbliżonej zawartości wydzielań fazy γ'

w monokryształach wytworzonych przy różnej prędkości wyciągania i ujednorodnienia ich mikrostruktury. Badania za pomocą TEM umożliwiły zaobserwowanie podstruktury dyslokacyjnej w stanie lanym i po poszczególnych etapach obróbki cieplnej. Doktorant opisał konfiguracje dyslokacji i wyznaczył ich gęstość. Badania dyslokacji pozwalają na uzyskanie istotnych informacji na temat doskonałości struktury monokryształów, jednak ten kierunek charakterystyki mikrostruktury nie został szerzej podjęty w pracy. W oparciu o wyniki rentgenowskiej analizy fazowej i dyfrakcji elektronów Autor zidentyfikował w nadstopie CMSX-4 występowanie dwóch faz – roztworu stałego nieuporządkowanego γ o strukturze regularnej (grupa przestrzenna Fm3m) oraz uporządkowanego roztworu stałego γ' o strukturze regularnej (grupa przestrzenna Pm3m). Na podstawie wyników mikroanalizy składu chemicznego uzyskanych za pomocą EDS w TEM wykazał, że segregacja składników stopowych pomiędzy fazy γ i γ' nie ulega istotnym zmianom wskutek zwiększenia prędkości wyciągania odlewów, jak również po poszczególnych etapach obróbki cieplnej.

W kolejnym podrozdziale Autor przedstawił wyniki badań dotyczących określenia stopnia uporządkowania atomów w strukturze fazy γ' metodą spektroskopii Mössbauera. Wykazał, że zarówno prędkość wyciągania odlewu monokrystalicznego, jak również warunki obróbki cieplnej wpływają na zmiany parametru uporządkowania dalekiego zasięgu atomów w fazie γ' .

W dalszej części pracy Doktorant porównał wartości stałych sieciowych faz γ i γ' wyznaczone teoretycznie na podstawie mikroanalizy składu chemicznego oraz eksperymentalnie za pomocą wysokorozdzielczego dyfraktometru rentgenowskiego. Istotnym wynikiem tej części badań jest ustalenie, że pełna obróbka cieplna (przesycanie i dwukrotne starzenie) prowadzi do zmniejszenia różnicy wartości stałych sieciowych faz γ i γ' .

W kolejnych eksperymentach Doktorant badał doskonałość struktury i jakości monokrystalicznych odlewów łopatek z nadstopu CMSX-4 metodami dyfrakcji rentgenowskiej. Pragnę podkreślić, że są to badania na bardzo dobrym poziomie, a analiza wyników została wykonana bardzo starannie. Autor ustalił, że kąt odchylenia osi dendrytów równoległych do kierunku [001] od kierunku wyciągania monokryształu α_2 przyjmuje wartości mniejsze niż 15° , co oznacza, że spełnione zostało przemysłowe kryterium przydatności użytkowej łopatek. W dalszej części pracy Doktorant wykonał topogramy rentgenowskie, które pozwoliły na scharakteryzowanie budowy

dendrytyczno-kolumnowej na przekrojach poprzecznych i podłużnych odlewów monokrystalicznych w kształcie walców o średnicy 12 mm.

Kolejna część pracy dotyczy badań porowatości. Doktorant przeprowadził ocenę porowatości wytworzonych monokryształów w stanie lanym i po obróbce cieplnej przy użyciu metody metalograficznej. Wykazał, że liczba porów nie zmienia się wskutek obróbki cieplnej odlewów i na tej podstawie słusznie stwierdził, że tworzą się one w procesie krystalizacji kierunkowej.

W dalszej części pracy Doktorant opisał wyniki badań żarowytrzymałości monokrystalicznych odlewów nadstopu niklu CMSX-4 w próbie pełzania w temperaturze 982°C przy naprężeniu 151,8 MPa. W przypadku monokrystalicznych nadstopów niklu warunki te mieszczą się w zakresie wysokich temperatur i niskich naprężeń, w których krzywe pełzania wykazują wyraźne *plateau*, poprzedzone niewielkim umocnieniem odkształceniowym. Wykonanie prób pełzania w takich warunkach, oprócz wyznaczenia czasu do zniszczenia i wydłużenia względnego, umożliwiło również ocenę wpływu warunków procesu krystalizacji kierunkowej oraz poszczególnych etapów obróbki cieplnej na umocnienie odkształceniowe monokryształów. Niewątpliwie istotnym rezultatem jest ustalenie wyraźnego wpływu obróbki cieplnej na ponad dwukrotne, a nawet trzykrotne zwiększenie ich odporności na pełzanie. Doktorant stwierdził, że najlepszą kombinację właściwości wytrzymałościowych i plastycznych wykazały monokryształy wytworzone z prędkością wyciągania $v_w = 1 \text{ mm/min}$ poddane przesycaaniu i dwukrotnemu starzeniu.

W końcowej części pracy w rozdziale *Analiza wyników badań – podsumowanie* Doktorant przedstawił krytyczną analizę uzyskanych wyników i przedyskutował je w oparciu o doniesienia literaturowe. Wykazał się umiejętnością pogłębionej analizy wyników badań własnych, która umożliwiła ustalenie wpływu warunków krystalizacji kierunkowej monokryształów i obróbki cieplnej na ich doskonałość strukturalną i właściwości wytrzymałościowe. Udowodnił zatem postawioną tezę pracy i zrealizował zamierzone cele badawcze. Podsumowując wyniki pracy Doktorant sformułował poprawne wnioski.

Ocena rozprawy

W mojej ocenie podjęty w recenzowanej rozprawie doktorskiej Pana mgr inż. Kamila Gancarczyka problem naukowy dotyczący doskonałości struktury monokrystalicznego nadstopu niklu CMSX-4 jest aktualny i istotny dla uzupełnienia dotychczasowej wiedzy

na temat wpływu parametrów wytwarzania na mikrostrukturę i właściwości odlewów monokrystalicznych łopatek silników lotniczych. Jest to trudny problem, ze względu na konieczność opracowania metod oceny doskonałości strukturalnej łopatek monokrystalicznych oraz zbadania zależności pomiędzy warunkami ich wytwarzania, cechami mikrostruktury i właściwościami. Ma on zarówno znaczenie teoretyczne, jak również służy rozwiązaniu zagadnień istotnych dla praktycznego zastosowania łopatek monokrystalicznych w przemyśle lotniczym.

Doktorant opracował krytyczny przegląd literatury przedmiotu, w którym przedstawił aktualny stan wiedzy związanej z tematem pracy. Wskazał, że problem oceny doskonałości struktury krystalicznej monokryształów nadstopów niklu jest dotychczas niewystarczająco zbadany, co uzasadnia w pełni podjęty cel pracy.

Dla osiągnięcia zamierzonego celu wykonał szeroko zakrojone badania własne, które niewątpliwie wymagały dużego nakładu pracy i umiejętności korzystania z różnorodnej aparatury badawczej. Wykazał się umiejętnościami planowania badań, doboru metod badawczych i posługiwania się nowoczesną aparaturą oraz interpretacji uzyskanych wyników. Za najistotniejsze osiągnięcia pracy uważam:

- Określenie wpływu prędkości wyciągania monokrystalicznych odlewów łopatek na ich budowę dendrytyczną.
- Wykazanie wpływu obróbki cieplnej (przesycania i dwukrotnego starzenia) na zmianę budowy monokrystalicznej typu dendrytycznego do monokrystalicznej typu kolumnowego.
- Opracowanie sposobu pomiaru kąta odchylenia osi dendrytów równoległych do kierunku [001] od kierunku wyciągania monokryształu i wykazanie, że w wykonanych odlewach kąt $\alpha_z < 10^\circ$.
- Wyznaczenie parametru uporządkowania dalekiego zasięgu w częściowo uporządkowanym roztworze stałym na osnowie fazy międzymetalicznej γ' Ni₃(Al, Ti, Ta) oraz wyznaczenie stałych sieciowych struktury krystalicznej faz γ i γ' po różnych etapach wytwarzania łopatek monokrystalicznych.
- Wskazanie, że monokryształy wytworzone z prędkością wyciągania $v_w = 1 \text{ mm/min}$ poddane przesycaniu i dwukrotnemu starzeniu wykazują najlepszą kombinację właściwości wytrzymałościowych i plastycznych z punktu widzenia ich zastosowania na łopatki części gorącej silników lotniczych.

Praca jest opracowana bardzo starannie pod względem edytorskim, napisana poprawnym językiem z użyciem właściwej terminologii naukowej. Oceniając pozytywnie rozprawę doktorską mam kilka uwag o charakterze dyskusyjnym, dotyczących zaprezentowanych wyników badań:

- Na rys. 49b na obrazie SEM uzyskanym w elektronach wstecznie rozproszonych (BSE) widoczne są cząstki o jasnym kontraście w pobliżu obszarów eutektyki ($\gamma + \gamma'$) w stopie w stanie lanym. O czym świadczy taki kontrast? Czy wykonano analizę EDS tych cząstek?
- Czy obserwowane na rys. 52 konfiguracje dyslokacji w postaci linii „falistych” wskazują na przecinanie cząstek fazy γ' przez dyslokacje? O czym może świadczyć taki kształt linii dyslokacji?
- Wyznaczone stałe sieciowe faz γ i γ' po przesycaeniu i dwukrotnym starzeniu podane w tabeli 10 wskazują na dodatnią wartość parametru niedopasowania sieci definiowanego jako $\delta = 2(a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / (a_{\gamma'} + a_{\gamma})$. Czy taka wartość jest typowa w monokrystalicznych nadstopach niklu? Czy dodatnia wartość parametru δ jest bardziej korzystna od ujemnej ze względu na stabilność mikrostruktury i odporność na pełzanie?

Wniosek końcowy

Mając na uwadze aktualny temat pracy, rzetelny przegląd literatury, precyzyjne sformułowanie celu badań, odpowiedni dobór zadań i metod badawczych oraz wykonanie szeroko zakrojonych prac eksperymentalnych, których wyniki zostały prawidłowo zinterpretowane, pozytywnie oceniam rozprawę doktorską Pana mgr inż. Kamila Gancarczyka. W oparciu o sporządzoną opinię stwierdzam, że praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim i wnioskuje do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Rzeszowskiej o dopuszczenie Pana mgr inż. Kamila Gancarczyka do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

