



UNIWERSYTET ŚLĄSKI  
W KATOWICACH

Uniwersytet Śląski w Katowicach  
Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych  
Instytut Inżynierii Materiałowej



# DYSERTACJA DOKTORSKA

mgr inż. Bartosz Terlecki



*„Niejednorodność orientacji i struktury w monokrystalicznych  
odlewach CMSX-4 i CMSX-6”*

Dysertacja doktorska napisana pod kierunkiem  
Dr. hab. Włodzimierza Bogdanowicza, Prof. UŚ

CHORZÓW 2024

*Drogim Rodzicom za wsparcie, motywacje i opiekę*

*Dziękuję wszystkim, którzy wamnie przyczynili się do powstania niniejszej rozprawy doktorskiej W szczególności Panu dr hab. Włodzimierzowi Bogdanowiczowi za cierpliwość oraz pomoc, niezbędne do skomplementowania niniejszej pracy.*

## Streszczenie

Niejednorodności orientacji krystalicznej i struktury łopatek są niezmiernie ważne z punktu widzenia ich wytrzymałości. Podczas eksploatacji łopatek, narażonych na ogromne siły odśrodkowe, niejednorodności powodują lokalne koncentracje naprężeń, co zwiększa ryzyko zarodkowania pęknięć i ich propagacji. Przedmiotem niniejszej dysertacji doktorskiej była analiza porównawcza niejednorodności rozkładów przestrzennych orientacji krystalicznej i struktury dendrytycznej oraz fazowej struktury  $\gamma/\gamma'$  w zamkach monokrystalicznych łopatek nadstopów niklowych CMSX-4 i CMSX-6. Łopatki te otrzymano metodą kierunkowej krystalizacji w technice Bridgmana, przy prędkościach wyciągania ze strefy grzewczej pieca wynoszących 1 mm/min i 3 mm/min. Zamki są szczególnie istotnym elementem łopatki, ponieważ defekty krystalizacyjne w zamkach są dziedziczone przez pióra, które krystalizują później. Dodatkowo przeanalizowano obszary rzutu obwodu selektora, gdzie mógł występować istotny wpływ na niejednorodności orientacji i struktury zamka.

Do szczegółowej charakterystyki struktury krystalicznej nadstopów zastosowano dyfrakcyjną topografię rentgenowską o zmodyfikowanej technice Auleytnera oraz mapowanie rozkładu orientacji krystalicznej i parametru sieci fazy  $\gamma'$  metodą  $\Omega$ -scan, uzupełnione o techniki skaningowej i transmisyjnej mikroskopii elektronowej, w tym EBSD i EDS.

Wykazano, że zamki łopatek nadstopu CMSX-4 charakteryzują się większą liczbą bloków i granic niskiego kąta w porównaniu do zamków łopatek z nadstopu CMSX-6, niezależnie od zastosowanych przyjętych prędkości wyciągania. Na granicach niskiego kąta zamków nadstopu CMSX-4 występują mniejsze wartości składowej  $\alpha$  opisującej odchylenie od osi łopatki oraz składowej  $\beta$  opisującej precesję dendrytów, ale większe wartości składowej  $\gamma$  opisującej obrót dendrytów w porównaniu do CMSX-6. Oznacza to, że na granicach niskiego kąta w CMSX-4 występuje mniejsza dezorientacja pierwotna i większa dezorientacja wtórna dendrytów. Stwierdzono, że zjawisko to występuje jednocześnie z segregacją dodatków Re i W do granic, a Ta i Al od granic niskiego kąta, co potwierdzono analizą chemiczną TEM.

W zamkach łopatek nadstopu CMSX-4, wewnątrz bloków poza obszarami granic niskiego kąta, statystycznie obserwuje się większą wzajemną dezorientację zarówno

pierwotną, jak i wtórną sąsiednich dendrytów w porównaniu do nadstopu CMSX-6. Wzrost ten obejmuje składowe dezorientacji  $\alpha$ ,  $\beta$  i  $\gamma$ . W obszarach rzutu obwodu selektora w zamkach łopatek nadstopu CMSX-4 występuje większa dezorientacja pierwotna (składowe  $\alpha$  i  $\beta$ ) oraz orientacja wtórna (składowa  $\gamma$ ) w porównaniu do zamków łopatek CMSX-6, co jest szczególnie widoczne przy prędkości wyciągania  $V_t=3$  mm/min.

W zamkach łopatek nadstopu CMSX-4, otrzymanych przy prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min, obserwuje się obniżenie wartości parametru sieciowego fazy  $\gamma'$  w pobliżu granic niskiego kąta, co jest związane z wprowadzeniem dodatków renu i wolframu. Potwierdza to, że dodatki te koncentrują się w pobliżu granic niskiego kąta. W zamkach CMSX-4 występuje mniejszy statystycznie zakres zmian parametru sieciowego fazy  $\gamma'$  w porównaniu do zamków CMSX-6. Ponadto, w zamkach CMSX-4 obserwuje się zwiększoną liczbę krystalitów  $\gamma'$  w obszarach ramion II rzędu, gdzie przebiegają granice niskiego kąta, z wyraźną segregacją wolframu do krystalitów  $\gamma'$  oraz słabiej wyrażoną segregacją renu. W obszarze rzutu obwodu selektora, zarówno dla CMSX-6, jak i CMSX-4, nie występują zauważalne zmiany parametru sieciowego fazy  $\gamma'$  ( $a_0$ ) dla obydwu prędkości wyciągania.

W obszarach rzutu obwodu selektora zamka łopatek nadstopu CMSX-4 obserwuje się większe wartości lokalnych zmian wszystkich składowych dezorientacji przy najczęściej używanej na liniach produkcyjnych prędkości wyciągania, co podkreśla znaczenie wysokiej jakości połączenia selektora i zamka oraz geometrii tego połączenia dla minimalizacji niekorzystnych niejednorodności orientacji krystalicznej.

## *Abstract*

The uniform crystallographic orientation and structure of turbine blades is crucial for their mechanical strength. During operation, turbine blades are subjected to enormous centrifugal forces, and crystallography heterogeneities lead to local stress concentrations, increasing the risk of crack initiation and propagation. This dissertation presents a comparative analysis of the spatial distribution heterogeneities of crystallographic orientation and dendritic, as well as  $\gamma/\gamma'$  phase structures, in the roots of single-crystal CMSX-4 and CMSX-6 nickel-based superalloy blades acquired with different withdrawal rate. Blade roots are particularly significant because crystallization defects in the roots are inherited by the airfoil, which crystallize later. Additionally, the selector periphery areas were analysed for their significant impact on the heterogeneities of root orientation and structure. These blades were produced using the directional solidification Bridgman technique at withdrawal rates of 1 mm/min and 3 mm/min.

For detailed characterization of the crystal structure of the superalloys, X-ray diffraction topography using a modified Auleytner technique and  $\Omega$ -scan mapping of the  $\gamma'$  phase lattice parameter were employed, followed by scanning and transmission electron microscopy techniques, including EBSD and EDS.

The study demonstrated that the roots of CMSX-4 blades have a higher number of blocks and low-angle boundaries compared to CMSX-6, regardless of the withdrawal rates. Low-angle boundaries in CMSX-4 roots showed lower  $\alpha$  values, indicating deviation from the blade axis, and lower  $\beta$  values, indicating dendrite precession, but higher  $\gamma$  values, indicating dendrite rotation, compared to CMSX-6. This implies that CMSX-4 roots exhibit lower primary, and higher secondary misorientation of dendrites at low-angle boundaries. This phenomenon coincides with the segregation of Re and W alloying elements to the boundaries and Ta and Al away from the boundaries, as confirmed by TEM chemical analysis.

Within the blocks of CMSX-4 roots, outside low-angle boundary areas, a statistically higher primary and secondary misorientation of adjacent dendrites, in comparison with CMSX-6 was observed. This increase includes the  $\alpha$ ,  $\beta$ , and  $\gamma$  misorientation components. In the selector periphery areas of CMSX-4 roots, primary  $\alpha$

and  $\beta$  and secondary  $\gamma$  misorientation were greater compared to CMSX-6, particularly at a withdrawal rate of 3 mm/min.

For CMSX-4 roots produced at a withdrawal rate of 1 mm/min, a reduction in the  $\gamma'$  phase lattice parameter near low-angle boundaries was observed. It was associated with the addition of Re and W, confirming their concentration near these boundaries. CMSX-4 roots exhibited a statistically smaller range of  $\gamma'$  phase lattice parameter variations compared to CMSX-6 roots. Furthermore, CMSX-4 roots showed an increased number of  $\gamma'$  crystallites in the second-order dendrite arm areas, where low-angle boundaries occur, with a distinct segregation of W to the  $\gamma'$  crystallites and less pronounced Re segregation. In the selector periphery areas, for both CMSX-6 and CMSX-4, no noticeable changes in the  $\gamma'$  phase lattice parameter ( $a_0$ ) were observed for both withdrawal rates.

In the selector periphery areas of CMSX-4 roots, greater local changes in all misorientation components were observed at the most commonly used withdrawal rate in industry, highlighting the importance of high-quality selector-root connections and the geometry of this connection to minimize adverse crystallographic orientation heterogeneities.

# Spis treści

Streszczenie.....	3
Abstract .....	5
<b>Studium Literatury .....</b>	<b>9</b>
1. Wstęp.....	10
2. Wzrost monokryształów .....	12
3. Rozwój nadstopów na bazie niklu.....	15
4. Technologie wytwarzania monokrystalicznych nadstopów .....	16
5. Wady odlewnicze w nadstopach niklu .....	25
6. Charakterystyka nadstopów niklu .....	29
7. Anizotropia właściwości monokrystalicznych łopatek .....	37
8. Niejednorodność rozkładu przestrzennego orientacji krystalicznej łopatek .....	39
10. Właściwości nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 .....	43
11. Dyfrakcyjna topografia rentgenowska .....	47
11.1 Kontrast orientacyjny.....	49
11.2 Kontrast ekstynkcyjny .....	49
<b>Podsumowanie studium Literatury .....</b>	<b>53</b>
<b>Teza rozprawy doktorskiej.....</b>	<b>54</b>
<b>Cel i zakres pracy.....</b>	<b>55</b>
<b>Materiał badań i metodyka badawcza .....</b>	<b>57</b>
12. Materiał badań .....	58
12.1. Preparatyka zglądów metalograficznych.....	61
12.2. Preparatyka cienkich folii .....	67
12.3. Polerowanie elektrochemiczne.....	68
12.4. Ścienianie jonowe .....	71
13. Metody badawcze .....	73
13.1. Metoda Laue.....	73
13.2. Dyfrakcyjna topografia rentgenowska.....	76
13.2.1. Zmodyfikowana metoda Auleytnera.....	76
13.3. Mapowanie Orientacji $\Omega$ -Scan .....	79
13.4. Skaningowa mikroskopia elektronowa .....	84
13.4.1. Rejestracja struktury dendrytycznej w technice (BSE).....	84
13.4.2. Pomiar orientacji bloków mozaiki metodą EBSD .....	85
13.4.3. Rozkład pierwiastków faz $\gamma/\gamma'$ składu chemicznego nadstopów metodą EDS .....	87
13.5. Transmisyjna mikroskopia elektronowa .....	89



<b>Wyniki Badań.....</b>	<b>90</b>
14. Analiza niejednorodności orientacji sieci krystalicznej.....	91
15. Analiza porównawcza mikrostruktury $\gamma/\gamma'$ .....	131
16. Struktura i forma dendrytów .....	141
16.1. Strefa 1: rdzeń ramion I rzędu.....	146
16.2. Strefa 2: trzon ramion II rzędu .....	147
16.3. Strefa 3: peryferia ramion II rzędu .....	148
17. Analiza dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD (SEM) .....	151
18. Analiza składu chemicznego SEM EDS .....	161
18. Analiza składu chemicznego TEM EDS .....	169
18. Badania strukturalne metodami transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM).....	181
<b>Dyskusja Wyników .....</b>	<b>188</b>
<b>Wnioski.....</b>	<b>205</b>
<b>Literatura.....</b>	<b>208</b>

# *Studium Literatury*





## 1. Wstęp

Największy nacisk w nowoczesnych konstrukcjach samolotów kładzie się na rozwój technologii silników turboodrzutowych. Postęp w konstrukcji silników jest ściśle powiązany z opracowywaniem nowych materiałów o podwyższonych właściwościach użytkowych, co wydłuża ich okres eksploatacji. Działania te koncentrują się na poprawie parametrów ekonomicznych, takich jak zmniejszenie zużycia paliwa i ograniczenie mocy ciągu jednostkowego podczas startu. Osiąga się to poprzez zwiększenie natężenia przepływu powietrza przez silnik oraz podwyższenie temperatury strumienia spalin.

Maksymalna temperatura gazów spalinowych na wejściu do turbiny jest uzależniona od właściwości materiałów komponentów silnika, szczególnie jego sekcji gorącej. Kluczowymi komponentami odpowiedzialnymi za bezpieczeństwo i stabilność procesów w silniku są łopatki pierwszego i drugiego stopnia turbiny wysokiego ciśnienia. Ze względu na agresywne środowisko pracy łopatek, stosuje się zaawansowane techniki ich wytwarzania oraz kontroli jakości, w tym badania orientacji krystalicznej i procesy trawienia. Prowadzone są badania nad zwiększeniem odporności łopatek na pełzanie, zmęczenie oraz korozję. Odpowiedzią na te wymagania jest technologia wytwarzania monokrystalicznych odlewów łopatek z nadstopów niklu.

Nadstopy niklu, znalazły zastosowanie w odlewach łopatek silników lotniczych dzięki swojej wyjątkowej makro- i mikrostrukturze. Ponadto charakteryzują się wysoką żaroodpornością, żarowytrzymałością oraz stałością struktury w temperaturach bliskich temperaturze topnienia stopu. Te właściwości są kształtowane głównie podczas procesu monokryształizacji kierunkowej i zależą od składu chemicznego stopów oraz parametrów procesu krystalizacji.

Przemysł lotniczy wykorzystuje metody Bridgmana HRS (ang. High Rate Solidification) oraz LMC (ang. Liquid Metal Cooling) do wytwarzania monokrystalicznych odlewów z nadstopów niklu. Proces ten, polegający na wyciąganiu odlewów z zadaną prędkością od strefy grzewczej do części chłodzącej, może prowadzić do powstawania defektów strukturalnych oraz defektów odlewniczych. Większość defektów nie można usunąć podczas obróbki cieplnej, co wpływa na obniżenie właściwości mechanicznych odlewów. Wady odlewniczych oraz niektóre wady strukturalnych opisano na łamach rozpraw doktorskich, jak Roberta Albrechta ("*Defekty strukturalne oraz ich związek z krystalizacją monokrystalicznych łopatek silników lotniczych*") oraz Kamila Garnarczyka ("*Doskonałość struktury krystalicznej*").



monokryształów nadstopu niklu CMSX-4 i jej wpływ na właściwości mechaniczne w wysokiej temperaturze"), analizują wpływ metod wytwarzania oraz obróbki cieplnej na właściwości w wysokich temperaturach. Dariusz Szeliga w pracy ("*Wpływ gradientu temperatury na kształtowanie frontu krystalizacji monokrystalicznych odlewów z nadstopów niklu stosowanych w silnikach lotniczych*") opisuje metody odlewania DS (ang. Directional Solidification) i SC (ang. Single Crystal).

W niniejszej dysertacji przeprowadzono analizę porównawczą rozkładu przestrzennego orientacji krystalicznej, morfologii i struktury nadstopów niklowych CMSX-4 i CMSX-6. Skupiono się na różnicach struktury krystalicznej wynikających z różnic składu chemicznego, jak i procesów monokryształizacji. Scharakteryzowano strukturę krystaliczną nadstopów monokrystalicznych odlewów zamków. Z wykorzystaniem dyfraktometru firmy EFG zidentyfikowano obszary występowania dezorientacji struktury oraz dokonano rejestracji zmian rozkładu przestrzennego orientacji krystalicznej. Opisano niejednorodności i dezorientacje zamków łopatek, ich obszary występowania oraz wielkość, stosując zmodyfikowaną technikę Auleytnera. Techniki skaningowej mikroskopii elektronowej SEM (ang. Scanning Electron Microscopy) pozwoliła scharakteryzować morfologię struktury  $\gamma/\gamma'$ . Określono różnice w morfologii fazy  $\gamma'$  poprzez oszacowanie wielkości kryształitów  $\gamma'$  nadstopów CMSX-4 i CMSX-6. Wykorzystano technikę EDS (ang. Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) do mapowania rozkładu składników stopowych w strukturze dendrytycznej nadstopów CMSX-6 i CMSX-4. Zastosowanie techniki EBSD (ang. Electron Backscatter Diffraction) umożliwiło oszacowanie dezorientacji zdefektowanych bloków i analizę porównawczą z danymi uzyskanymi metodami dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej i  $\Omega$ -scan. Badania przeprowadzono metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM (ang. Transmission Electron Microscopy) z detektorem do obserwacji w trybie STEM/HAADF (ang. Scanning Transmission Electron Microscopy/High-Angle Annular Dark-Field) oraz analizą składu chemicznego metodą EDS. Techniki te pozwalają na rejestrowanie i analizę obrazów mikrostruktury faz  $\gamma$  oraz  $\gamma'$  oraz ich składu chemicznego. W ramach rozprawy dokonano szczegółowego przeglądu literatury dotyczącej monokryształizacji, procesów technologicznych wytwarzania łopatek lotniczych, wad odlewniczych oraz charakterystyki metalograficznej nadstopów niklowych i ich struktury krystalicznej. Kolejne rozdziały pracy poświęcono przedstawieniu materiałów badawczych i metodologii, prezentacji wyników badań własnych wraz z analizą porównawczą oraz podsumowaniu i wnioskowi dotyczącym realizacji założeń rozprawy doktorskiej.



## 2. Wzrost monokryształów

Wzrost monokryształów jest złożonym procesem fizykochemicznym, zależnym od wielu czynników. Jego prawidłowy opis jest trudny z uwagi na dużą liczbę parametrów oraz niewystarczającą wiedzę o ich związku z atomowo-molekularnym mechanizmem wzrostu. Przez dekady naukowcy udoskonalali teorie wzrostu i kinetyki zachowania monokryształów. Kluczowe były prace Gibbsa nad termodynamiczną teorią stanu równowagi, opierającą się na dwóch założeniach. Pierwsze z nich zakłada, że monokryształ w równowadze ze swoją fazą macierzystą powinien mieć postać geometryczną odpowiadającą minimum sumarycznej powierzchniowej energii swobodnej przy stałej objętości [1]

$$\sum \sigma_i S_i = \min^{(1)}$$

$$\text{przy } V = \text{const}^{(2)}$$

Kolejne założenie Gibbsa stwierdza, że wzrost monokryształu zachodzi w sposób dyskretno-ciągły (poskokowy), co leży u podstaw współczesnych teorii wzrostu. Teoria ta zakłada powstawanie dwuwymiarowych zarodków na ścianach kryształu przy dostatecznie dużym przesyleniu. Dalszy wzrost zarodka prowadzi do utworzenia nowej płaszczyzny atomowej (molekularnej) w sposób ciągły, bez barier, przy niewielkich przesyleniach. Ważne prace w tej dziedzinie to dzieło Herringa o strukturze i właściwościach ciał stałych, krytalografia Czernowa oraz badania Kossela i Franka, które powiązały dyslokacje z procesem wzrostu monokryształów. Kolejne publikacje Laudies'a, Parkera i Budurowa rozwijały teorie wzrostu i technologie otrzymywania monokryształów [1-3].



Obecny stan wiedzy i zaawansowanie technologiczne pozwoliły na opracowanie wielu metod wytwarzania monokryształów, zależnie od wymagań i zastosowań. Obecnie stosowane metody obejmują [1-3]:

- Powolne odparowanie rozpuszczalnika
- Powolne ochładzanie roztworu
- Powolną dyfuzję rozpuszczalników w fazie ciekłej
- Powolną dyfuzję reagentów
- Dyfuzję par
- Sublimację
- Wyciąganie ze stopionej substancji (metoda Czochralskiego)
- Metodę wiszącej kropli
- Metodę kropli typu „sandwich”
- Metodę mikro-mostka
- Metodę Bridgmana-Stockbargera (z substancji stopionych)
- Metodę Verneuil
- Metodę bez tyglową

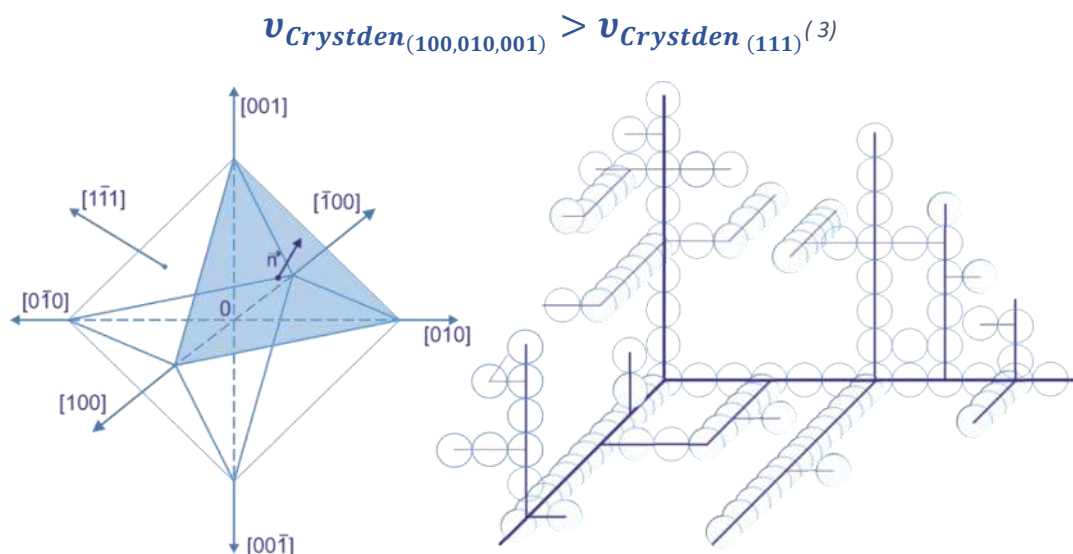
Nie jest jeszcze jednoznacznie określona budowa granicy rozdziału między rosnącym monokryształem a substancją stopioną. Uwzględnia się możliwość występowania na tej granicy stopni o zbliżonej strukturze do granic rozdziału w fazie parowej. Dla różnych orientacji ścian i temperatur, termiczne fluktuacje mogą naruszać gęste upakowanie ścian, czyniąc je szorstkimi na poziomie atomowym. Jednak w praktyce załamania są równomiernie rozłożone wzdłuż powierzchni, a wzrost ścian nie wymaga zarodków dyslokacji, ograniczony jedynie przez przewodnictwo cieplne i czas relaksacji. Warstwowy wzrost, zwany spiralnym, zaobserwowano eksperymentalnie na monokryształach salicylanu fenylu (salolu). Nieliniowa zależność normalnej szybkości wzrostu od przechłodzenia wskazuje na możliwość wzrostu warstwowego na dyslokacjach [4, 5].

Naukowcy i inżynierowie dysponują różnorodnymi metodami umożliwiającymi konstruowanie detali i półfabrykatów monokrystalicznych o dowolnych wymiarach i skomplikowanych kształtach. Monokrystaliczne odlewy łopatek z nadstopów niklu znalazły zastosowanie w nowoczesnych silnikach turbo odrzutowych. Wrażliwe na strukturę właściwości kryształów, takie jak wytrzymałość i współczynniki dyfuzji, są regulowane przez defekty wewnętrzne [5, 6].

Idealne monokryształy są wolne od wewnętrznych granic i defektów, a ich orientacja nie zmienia się w całej objętości, co daje charakterystyczny wzór



dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego. Przebieg krystalizacji wpływa na wielkość, kształt i orientację krystalograficzną kryształów. Podczas ochładzania ciekłego metalu w pewnej temperaturze pojawiają się zarodki – skupiska uporządkowanych atomów tworzące płaszczyzny, ale nie w pełni uformowane sieci krystaliczne. Zarodek rośnie w różnych kierunkach z różną szybkością, przyjmując formę zbliżoną do ośmiościanu, ponieważ wypełnianie atomami w kierunku prostopadłym do ściany ( $III$ ) następuje wolniej. Szybsze odprowadzanie ciepła od naroży niż od krawędzi, a zwłaszcza od ścian, prowadzi do powstania dendrytów (*Rysunek 1*) [6,7].



*Rysunek 1. Schemat zarodka krystalicznego oraz schematyczne przedstawienie tworzenia się dendrytycznego zarodka krystalizacji [1,3,6]*

Monokrystaliczne materiały lotnicze, mimo obecności dwóch faz  $\gamma$  i  $\gamma'$ , są nazywane monokrystalicznymi ze względu na ich obraz monokrystalicznej dyfrakcji rentgenowskiej (Laue), który jest bardzo zbliżony do obrazu stricte monokryształów. W niniejszej pracy doktorskiej materiały te będą charakteryzowane jako monokrystaliczne [1-7].



## 3. Rozwój nadstopów na bazie niklu

Wprowadzenie silników lotniczych zmieniło podejście do projektowania samolotów i doboru materiałów na ich komponenty. Na początku stosowano austenityczne stale chromowe odporne na korozję, odpowiednie do temperatur pracy turbiny do 953,15 K. Dynamiczny rozwój technologii napędu odrzutowego, podniósł wymagania dotyczące temperatury pracy turbiny i spalania paliwa, co zwiększyło efektywność i moc silników. Dodatek 5% aluminium do stali austenitycznych tworzył warstwę  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , odporniejszą na wysokotemperaturową korozję niż warstwa  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , co pozwoliło zmniejszyć zawartość chromu z 18% do 10%, obniżając masę i koszt stopu. W 1929 roku Bedford, Pilling i Merica odkryli, że dodatek aluminium i tytanu do stopu Ni-Cr „80/20” zwiększa jego odporność na pełzanie. W latach 40. XX wieku badania nad materiałami lotniczymi wykazały, że zwiększenie odporności na pełzanie wynika z obecności fazy  $\gamma'$ . Odkrycie to doprowadziło do powstania nadstopów (ang. superalloys), głównie na osnowie niklu i żelaza, które charakteryzują się wysoką odpornością na korozję temperaturową [8-10].

Rozwojowe badania, projekty zmian konstrukcyjnych i ciągła modyfikacja składu chemicznego nadstopów były kluczowe dla poprawy ich odporności na pełzanie i metod ich otrzymywania. Największy postęp w rozwoju nadstopów nastąpił jednak w latach 50. i 60., kiedy to metalurzy skupili się na udoskonalaniu i modyfikacji ich składu chemicznego. Powstały pierwsze generacje nadstopów niklowych, które cechowały się:

- Zwiększeniem dodatków pierwiastków trudno topliwych, poprawiających umocnienie roztworowe i tworzących węgliki.
- Dodaniem tytanu i aluminium w celu zwiększenia udziału fazy  $\gamma'$ .
- Obniżeniem zawartości chromu w celu zwiększenia udziału fazy  $\gamma'$ .

Modyfikacje te zwiększały żaroodporność i żarowytrzymałość, ale obniżały plastyczność nadstopów, utrudniając ich kształtowanie i obróbkę. Dalsze dodawanie pierwiastków stopowych prowadziło do powstawania kruchych faz, takich jak  $\mu$ ,  $\gamma$  oraz faza Lavesa, co mogło katalizować pękanie komponentów silnika podczas eksploatacji. Zjawisko to zwróciło uwagę na potrzebę kontrolowania składu chemicznego w celu zapobiegania tworzeniu się niepożądanych faz. W późniejszych latach do kontroli tworzenia się kruchych faz zastosowano program komputerowy Phacomp, który obliczał rozdział





pierwiastków w poszczególnych fazach nadstopów, umożliwiając wyznaczenie prawdopodobieństwa tworzenia się kruchych faz międzymetalicznych [9, 10].

Kolejnym udoskonaleniem nadstopów było wykorzystanie efektu umocnienia granic ziaren. Znaczne zwiększenie wytrzymałości na pełzanie uzyskano przez dodatek hafnu, zastosowanego po raz pierwszy w latach 70. Dodatkowo zmniejszono zawartość węglików w nadstopie. Lata 70. to prace nad zwiększeniem czystości i spójności odlewów, a największy rozwój przypadł na przełom lat 70. i 80. Wówczas skupiono się na technologii otrzymywania i procesach wytwórczych. Badania te przyniosły innowacje w kontroli jakości i wytwarzaniu elementów turbin, najbardziej narażonych na korozję wysokotemperaturową i obciążenia. Udoskonalano nadstopy, zwiększając ich wytrzymałość poprzez uzyskanie mikrostruktury bardziej odpornej na pękanie, zmniejszenie skali struktury i rozmiarów defektów odlewniczych oraz modyfikację składu chemicznego [10-12].

Początkowo elementy, takie jak łopatki wirujące turbiny, uzyskiwano głównie przez kucie. Pierwsze próby odlewania elementów z nadstopów miały miejsce pod koniec II wojny światowej, ale prymitywna technologia nie zastąpiła elementów uzyskiwanych przez obróbkę plastyczną. Przełomem było zastosowanie metalurgii próżniowej, która umożliwiła usunięcie zanieczyszczeń i tlenków, kontrolę składu chemicznego oraz odlewanie skomplikowanych kształtów. Początkowo odlewy miały ziarna równoosiowe, ale w latach 80. zaczęto stosować odlewy kierunkowe, które następnie zostały zastąpione przez odlewy monokrystaliczne (SC) uzyskiwane w procesie kierunkowej krystalizacji [8, 11-13].

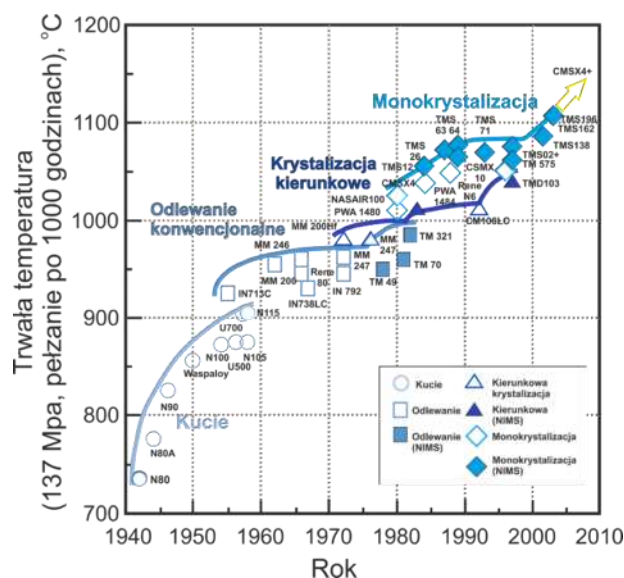
## *4. Technologie wytwarzania monokrystalicznych nadstopów*

Współczesne trendy w rozwoju lotniczych silników turbinowych koncentrują się na zwiększeniu ekonomiczności (zmniejszeniu jednostkowego zużycia paliwa) i ciągu właściwego (mocy silnika) poprzez podwyższenie temperatury spalin przed sekcją turbin i poprawę przepływu powietrza przez cały silnik. Osiągi i rozwój turbin lotniczych oraz przemysłowych turbin gazowych IGT (ang. Industrial Gas Turbines) są powiązane z technologią nowych materiałów żaroodpornych, szczególnie nadstopów na bazie niklu, kobaltu i tytanu [14].



Temperatura spalin na wlocie turbiny zależy od mikrostruktury i składu chemicznego materiałów zastosowanych na podzespoły gorących części turbin silników lotniczych, przede wszystkim łopatek turbiny wysokociśnieniowej. Odlewy monokrystaliczne SC (ang. Single Crystal) można uzyskać dzięki specjalnie zaprojektowanym formom ceramicznym oraz zastosowaniu startera i selektora ziaren w konstrukcji formy. Obecnie najczęstszym rodzajem odlewów stosowanym do produkcji elementów turbin są odlewy SC, zwłaszcza w dużych odlewach elementów IGT (ang. Industrial Gas Turbines) [14, 15].

Odlewy SC z nadstopów niklu stosowane w turbinach silników lotniczych oraz IGT są wytwarzane w technologii monokryształizacji Bridgman - metodą szybkiego krzepnięcia (HRS) i chłodzenia ciekłym metalem (LMC) (*Rysunek 2*). Do produkcji odlewów SC z nadstopów na bazie niklu najważniejsze są szybkość wyciągania ze strefy grzewczej pieca, oraz gradient temperatury, które determinują kształt frontu krystalizacji, a tym samym mikrostrukturę odlewu. Zwiększenie szybkości wyciągania zmniejsza odległość między pierwotnymi i wtórnymi ramionami dendrytu, skalę eutektyki  $\gamma/\gamma'$ , charakterystycznych wymiarów fazy  $\gamma$  oraz  $\gamma'$ . Zmniejsza to mikrosegregację dendrytyczną oraz czas i koszt dalszej obróbki cieplnej [14, 15].



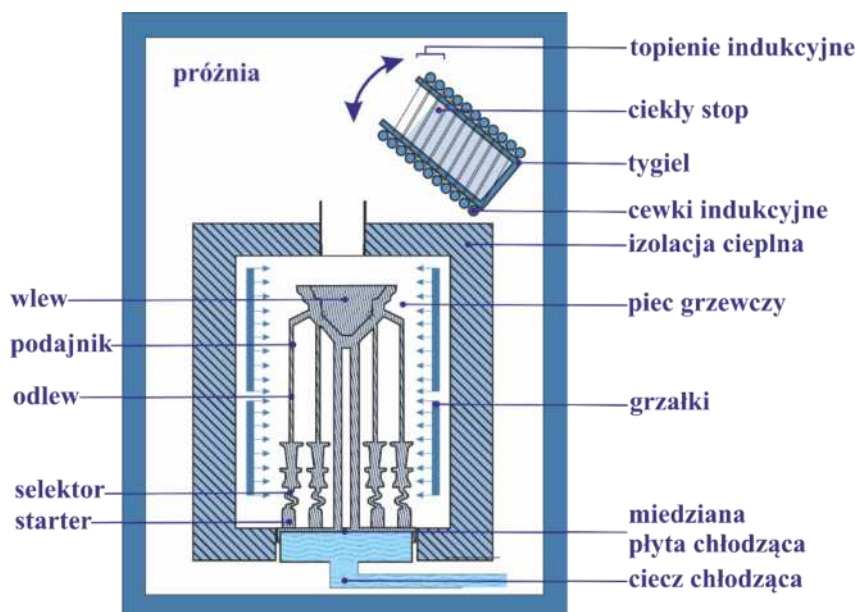
Rysunek 2. Ilustracja rozwoju technologicznego materiałów na łopatkę lotniczą pokazująca przewagę materiałów monokrystalicznych pod względem temperatury pracy łopaty [15]

Gradient temperatury i skład chemiczny stopu wpływają na rodzaj i ilość wad („freckles”, obce ziarna, granice wysokiego i niskiego kąta). Wzrost gradientu temperatury zmniejsza tendencję do tworzenia freckles, obcych ziaren i skurczowej porowatości [14-16]. Metoda kierunkowej krystalizacji polega na przemieszczaniu ceramicznej formy wypełnionej roztopionym metalem z określoną prędkością ze strefy



nagrzewania do strefy chłodzenia, co zapewnia dodatni gradient temperatury i ciągły ruch frontu krzepnięcia wzdłuż wysokości odlewu. Dodatni gradient temperatury uzyskuje się poprzez kontrolę przepływu ciepła w odlewie, głównie przez intensywne chłodzenie formy poniżej strefy grzewczej [14, 16].

Jedną z metod nazwano metodą wyłączania polegającą na stopniowym obniżaniu temperatury w strefach grzania pieca, bez potrzeby wyciągnięcia formy z roztopionym metalem z pieca (*Rysunek 3*). Ceramiczna forma jest umieszczana w piecu na chłodzonej wodą miedzianej płycie chłodzącej i podgrzewana do żądanej temperatury. Po osiągnięciu jednakowej temperatury w całej objętości formy, wypełnia się ją ciekłym metalem. Kierunkowy przepływ ciepła jest możliwy dzięki zastosowaniu płyty chłodzącej, pieca grzewczego i stopniowej regulacji temperatury formy ceramicznej za pomocą dwóch niezależnych stref grzewczych. Po zalaniu formy, dolna strefa grzewcza zostaje wyłączona, co powoduje, że ciekły metal w kontakcie z płytą chłodzącą rozpoczyna proces krzepnięcia. Gradient temperatury o dużej wartości, uzyskany dzięki przechłodzeniu przez płytę chłodzącą, powoduje wzrost ziaren kolumnowych równoległe do przepływu ciepła. Po pewnym czasie w odlewie ustalają się stabilne warunki przepływu ciepła, kończąc proces kierunkowego wzrostu ziarna [14, 16, 17].



Rysunek 3. Schemat metody wyłączania procesu odlewania łopatek lotniczych [17,18]

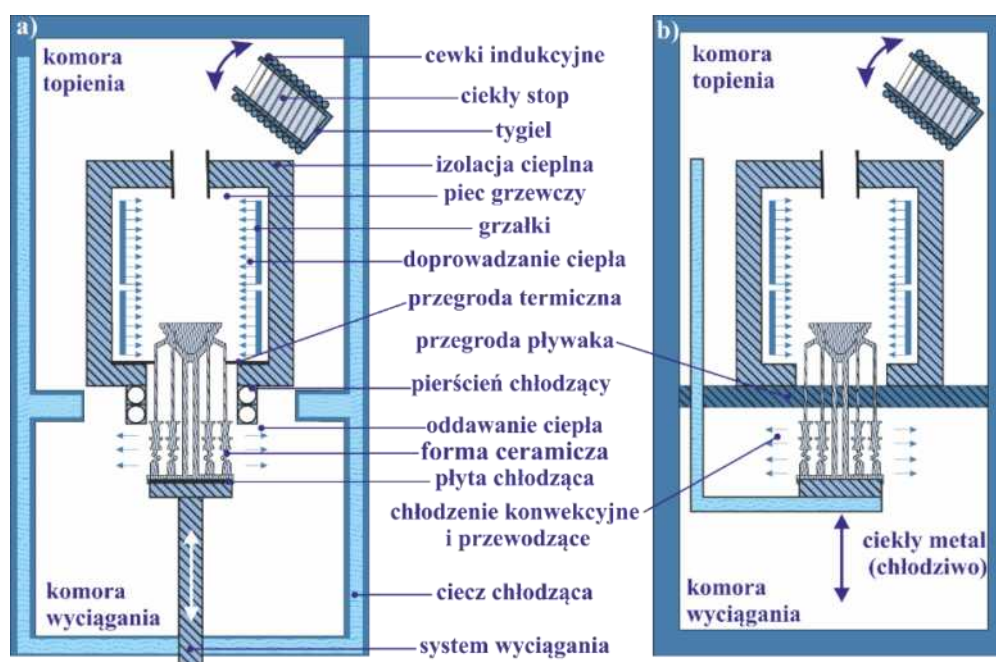
Gdy temperatura drugiej strefy grzewczej zostanie obniżona, możliwy jest dalszy proces krzepnięcia. W ten sposób front krzepnięcia (krystalizacji) i dalszy proces krzepnięcia przemieszczają się w sposób ciągły. Opisaną metodę zastosowano również do kierunkowego krzepnięcia odlewów SC. Ma ona dużo cech wspólnych ze statycznymi



metodami Bridgmana, stosowanymi do otrzymywania półprzewodnikowych mono krystalitów [10].

Metoda Bridgmana (dokładniej dynamiczna metoda Bridgmana) charakteryzuje się wyciąganiem i chłodzeniem formy ceramicznej i odlewu (Rysunek 4 a). W tej metodzie forma ceramiczna umieszczona na miedzianej płycie chłodzącej jest przenoszona do pieca grzewczego, gdzie nagrzewa się do stałej temperatury [19,20]. Wsad nadstopu jest topiony indukcyjnie w próżni, a forma napełniana stopionym metalem, który wypełnia starter, selektor i wnękę odlewniczą łopatki. Forma ceramiczna z metalem jest przesuwana z pieca do strefy chłodzenia z prędkością zazwyczaj 1–7 mm/min. Aby zmniejszyć straty ciepła i zwiększyć gradient temperatury, stosuje się przegrodę chłodzącą, zazwyczaj w postaci pierścienia grafitowego. Przegroda ta wpływa na równomierny rozkład temperatury, kształtując granicę faz ciało stałe-ciecz. Szybkość chłodzenia odlewu i formy z przegrodą jest większa niż bez niej [21].

Otrzymywanie odlewów SC metodą LMC jest analogiczne do metody Bridgmana, z tą różnicą, że pod piecem grzewczym znajduje się zbiornik z kąpielą chłodzącą, wypełniony ciekłym metalem. Chłodzenie ciekłym metalem pozwala na zwiększenie gradientu temperatury. Forma ceramiczna jest nagrzewana promieniowaniem cieplnym, a następnie przesuwana z zadaną prędkością do zbiornika z kąpielą chłodzącą, gdzie intensywnie przenosi ciepło przez konwekcję. Do chłodzenia używa się metali o niskiej temperaturze topnienia, takich jak Al lub Sn [23].

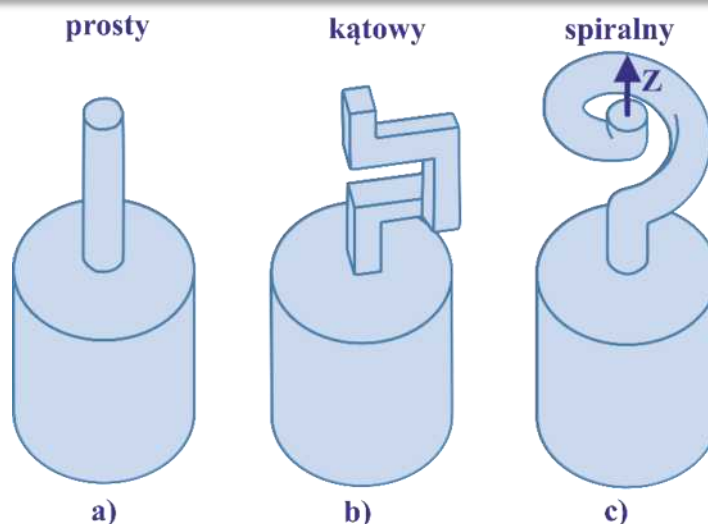


Rysunek 4. Schematy współczesnych metod otrzymywania łopatek lotniczych, a) metoda Bridgmana b) metoda LMC [20]



Metoda GCC (ang. Gas Cooling Casting) została opracowana w celu efektywnego chłodzenia i zmniejszenia liczby defektów w dużych odlewach. W tej metodzie ciepło jest usuwane z odlewu przez formę ceramiczną za pomocą intensywnej konwekcji i promieniowania cieplnego, wynikających z przepływu gazu. Strumień gazu chłodzącego, takiego jak argon (Ar) czy hel (He), jest kierowany na powierzchnię formy ceramicznej za pomocą dysz pod przegrodą termiczną. Metoda GCC jest szczególnie korzystna w produkcji odlewów składających się z ziaren monokrystalicznych i kolumnowych [23, 24].

Do wytwarzania odlewów SC (monokrystalicznych) z nadstopów na bazie niklu o określonej orientacji krystalicznej najczęściej stosuje się selektor ziarna (*Rysunek 5*). Kształt selektora ewoluował wraz z rozwojem technologii odlewów SC i obejmuje warianty proste, kątowe oraz spiralne, z których najczęściej stosowany jest spiralny selektor ziarna (*Rysunek 5 c, d*). W procesie przemysłowym pojedyncze ziarno uzyskuje się poprzez odlewanie w dolnej części formy ceramicznej, gdzie selektor połączony jest z blokiem startowym umieszczonym na płycie chłodzącej. Blok startowy ma zwykle kształt walca o wysokości 20–30 mm i średnicy 10–20 mm. Głównym celem startera jest minimalizacja liczby ziaren kolumnowych na wejściu do selektora przy zachowaniu minimalnego kąta odchylenia kierunku krystalizacji  $[001]$  od osi Z całego odlewu (*Rysunek 5*). W gradientowym polu temperatury skierowanym wzdłuż osi Z tworzą się równoległe ziarna kolumnowe, zgodne z kierunkiem odprowadzania ciepła. Liczba ziaren jest największa w obszarze największego przechłodzenia, czyli w kontakcie płyty chłodzącej z początkiem startera i maleje wraz ze wzrostem odległości od podstawy startera. W produkcji przemysłowej zazwyczaj stosuje się starter o wysokości 20–30 mm. Krzepnięcie zachodzi powyżej startera w selektorze ziaren, a jego kształt sprawia, że pozostaje tylko jedno ziarno. [25,26,28-30].



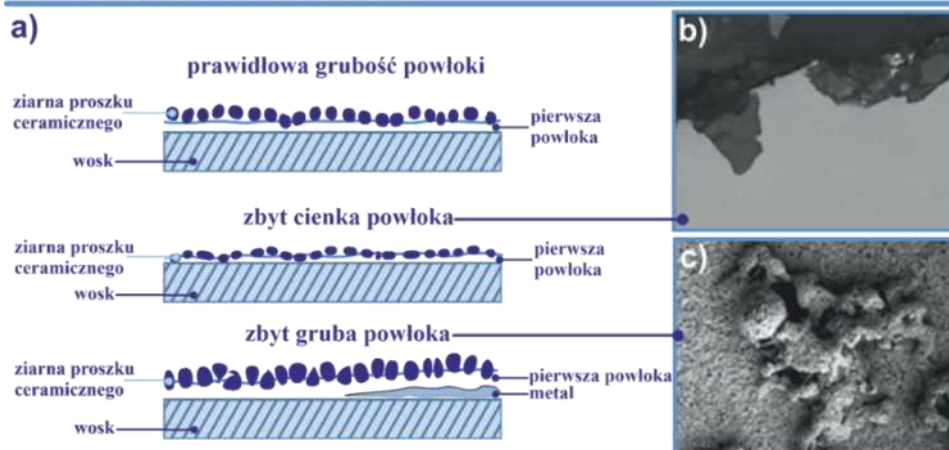
Rysunek 5. Kształty różnych selektorów ziarna, a) selektor prosty b) selektor kątowy c) selektor spiralny zastosowany do otrzymania odlewów na rzecz niniejszej pracy [19-21]

Kierunkowy wzrost dendrytów w starterze powoduje blokowanie przez jego ścianki tych dendrytów, których kierunek  $[001]$  nie jest zgodny z osią Z [28-30].

Produkcja ceramicznych form skorupowych w przemyśle obejmuje kilka mas formujących, które składają się z trzech rodzajów mieszanek ceramicznych: pierwszej, drugiej i kolejnych warstw. Każda z nich ma różny skład chemiczny i właściwości reologiczne. Główna warstwa formy ceramicznej, znana jako warstwa modelowa, bezpośrednio styka się z ciekłym stopem (Rysunek 6). Powinna być stabilna termicznie i chemicznie oraz odpowiednio gruba, aby zapobiec wnikaniu ziaren sztukaterii, które mogą powodować wtrącenia niemetaliczne. Zbyt gruba warstwa może jednak prowadzić do powstawania narostów ceramicznych na powierzchni odlewu (Rysunek 6 c). Pierwsza warstwa musi równomiernie pokrywać model woskowy, co bywa trudne na krawędziach o małym promieniu. Druga warstwa formująca może być wykonana z mieszaniny o mniejszej lepkości i większej wielkości cząstek proszku, co zapewnia lepsze połączenie między warstwą modelową a kolejnymi warstwami konstrukcyjnymi.



## Pierwsza powłoka ceramiczna

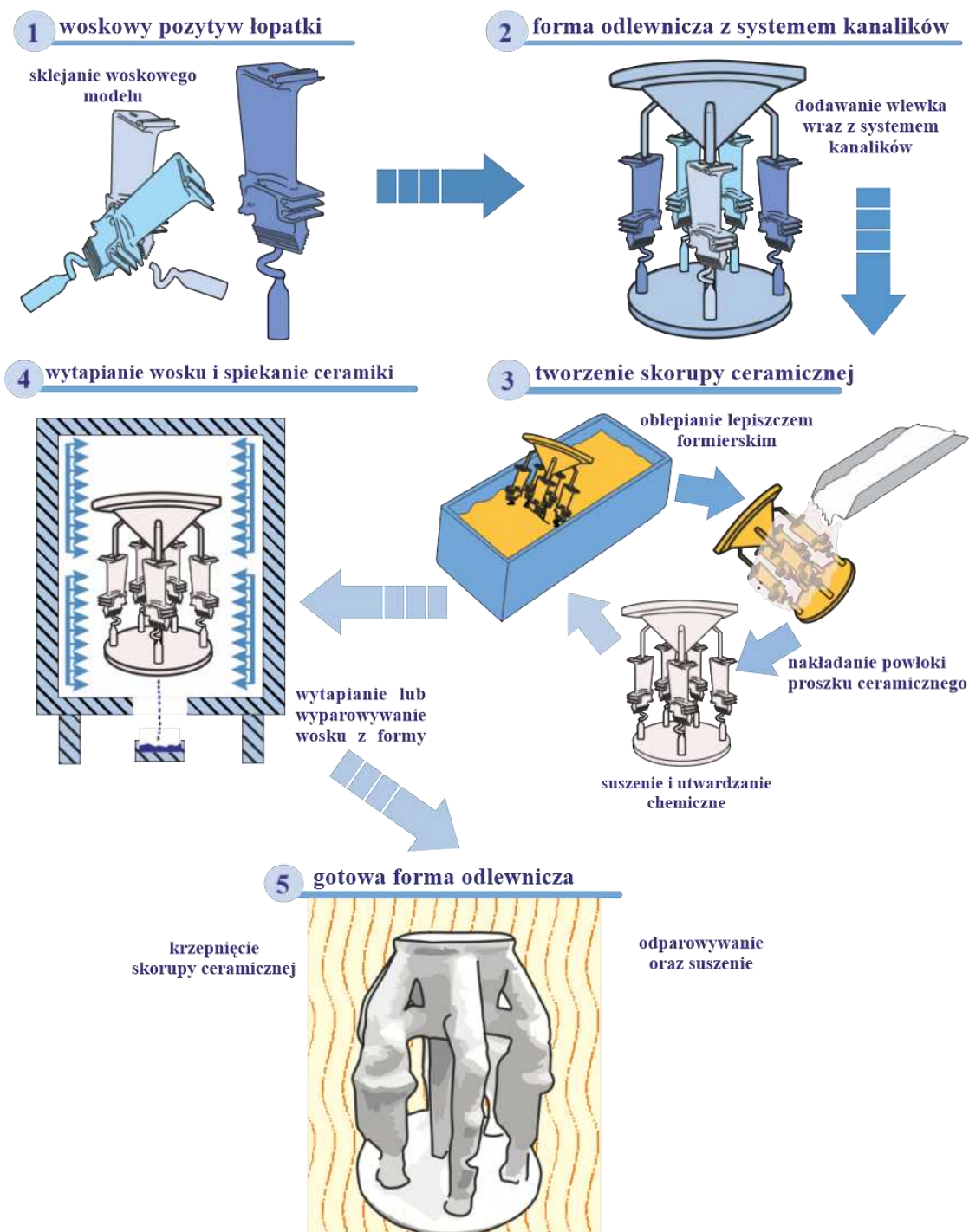


Rysunek 6. Pierwsza powłoka ceramiczna a) schemat grubości powłoki ceramicznej nakładanej na woskowy pozytyw, b) obraz SEM zbyt cienkiej powłoki ceramicznej, c) obraz SEM zbyt grubej powłoki ceramicznej [opracowanie własne]

Produkcja mieszanek ceramicznych obejmuje kilka etapów, zaczynając od właściwej kolejności wprowadzania składników, takich jak spoiwo, środki zwilżające, przeciw pieniające oraz proszki ceramiczne. Składniki powinny być dodawane w małych porcjach, od największej do najmniejszej wielkości ziaren, co ma kluczowe znaczenie dla właściwości reologicznych mieszanki i uzyskania pożądanej wydajności. Minimalny czas mieszania wynosi około 30 minut dla każdego dodanego składnika. Weryfikacja parametrów mieszanki powinna być przeprowadzona po co najmniej 12 godzinach od jej wykonania. Starzenie mieszanek ceramicznych na bazie krzemionki koloidalnej jest wynikiem trwałych zmian strukturalnych podczas przejścia spoiwa zolu w żel. Choć spoiwa te są stabilne przez co najmniej rok, zmiana pH lub zanieczyszczenie mieszaniny może łatwo wypchnąć cząsteczki  $\text{SiO}_2$  z równowagi, prowadząc do tworzenia trójwymiarowej sieci i zmiany parametrów mieszanki, a w skrajnych przypadkach do jej galaretowacenia. Proces przejścia zol-żel może być bardzo powolny lub niezwykle szybki (w ekstremalnych przypadkach w mniej niż 1 sekundę). Mieszanka ceramiczna jest często wzbogacana dodatkami organicznymi, takimi jak modyfikatory reologii lub polimery, które mogą sprzyjać rozwojowi mikroorganizmów przyspieszających proces starzenia. Poziom bakterii i grzybów powinien być regularnie monitorowany za pomocą testów inokulacyjnych. Dostępne w handlu preparaty i środki przeciwdrobnoustrojowe stosuje się do celów kontrolnych. Właściwości mieszanin należy monitorować co najmniej raz dziennie, a wyniki dokumentować. Formy ceramiczne, na przykład do odlewania łopatek turbin silników lotniczych, wykonuje się metodą "sztukatorską" na bazie modelu woskowego. Proces



ten polega na nałożeniu kilku warstw ceramicznych (około 5–15) w zależności od wagi i wymiarów odlewu. Warstwy formy przygotowuje się przez zanurzenie modelu woskowego w mieszaninie formierskiej, a następnie posypywanie go proszkiem ceramicznym (Rysunek 7). [33,34]



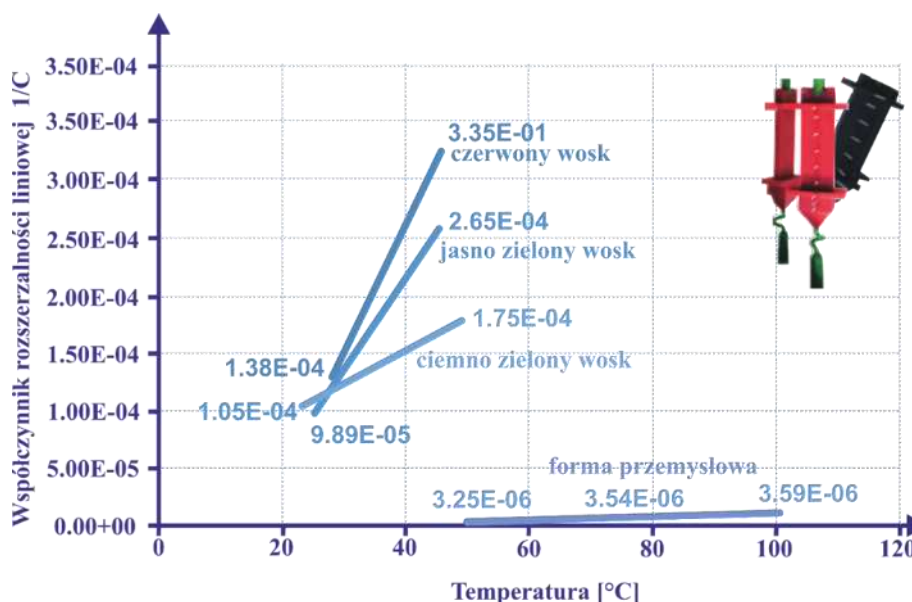
Rysunek 7. Schemat procesu tworzenia ceramicznej formy odlewniczej łopatek lotniczych [opracowanie własne]

Proces produkcji form ceramicznych może być w dużym stopniu zautomatyzowany. W dużych odlewniach stosuje się specjalistyczne zespoły do automatycznego zanurzania modeli woskowych w ciekłych mieszkach





ceramicznych, ceramicznego malowania proszkowego oraz suszenia. Suszenie formy jest kluczową operacją, podczas której następuje utwardzanie warstw ceramicznych. Nieodpowiedni czas schnięcia i niedostateczna wilgotność mogą powodować pęknięcia, rozwarstwienia i zapadanie się warstwy ceramicznej podczas usuwania wosku w autoklawie, co skutkuje defektami w geometrii odlewów. Jest to wynikiem różnic we współczynniku rozszerzalności cieplnej wosku i materiału formierskiego (Rysunek 8). Do określenia parametrów suszenia stosuje się metody grawimetryczne, termiczne, prądowe i ultradźwiękowe. Po nałożeniu wymaganej liczby warstw i ich wyschnięciu, usuwanie wosku przeprowadza się w gorącym powietrzu, we wrzącej wodzie lub w autoklawie. W odlewniach produkujących elementy turbin silników lotniczych najczęściej stosuje się metodę odparafinowania w autoklawie. Formy ceramiczne poddawane są szokowej obróbce przegrzaną parą w komorze autoklawu. Temperatura przegrzanej pary zależy od ciśnienia i zwykle mieści się w zakresie od 383,15 K do 433,15 K, przy ciśnieniu od 0,2 do 0,8 MPa. Czas przetwarzania waha się od kilku do kilkudziesięciu minut. Po usunięciu wosku, formy są myte w wodzie i poddawane procesowi wyżarzania w temperaturze od 973,15 K do 1773,15 K w celu wypalenia resztek wosku i uzyskania wymaganych właściwości mechanicznych. Tak przygotowana forma ceramiczna jest gotowa do procesów odlewania i monokryształizacji [16,32,34]



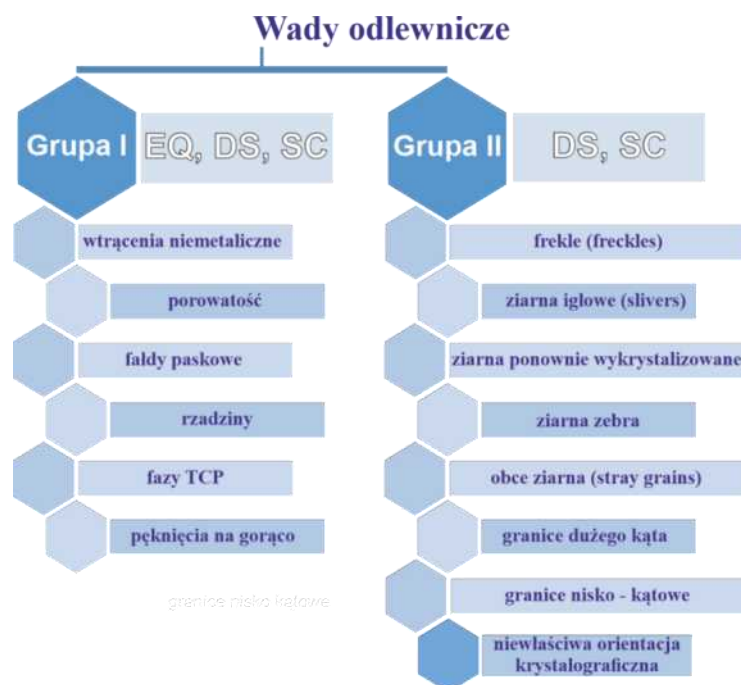
Rysunek 8. Wykres zależności współczynnika rozszerzalności liniowej od temperatury dla różnego rodzaju wosków stosowanych przy tworzeniu pozytywu formy odlewniczej [34-37]



## 5. Wady odlewnicze w nadstopach niklu

Rozważając kryterium występowania wady odlewniczych w odlewanych z nadstopu niklu, można je podzielić w zasadniczy sposób na dwie grupy (Rysunek 9) [38-40]. Do pierwszej grupy wad zalicza się min. wtrącenia niemetaliczne, wydzielienia niekorzystnych faz topologicznie zwartych TCP (ang. Topologically Close Packed), rzadziny, mikroporowatość, pęknięcia na gorąco. Owe wady występują we wszystkich typach odlewów nadstopów niklowych tj. (EQ, DS, SC) [38-40. 45-46].

Drugą grupę wad w procesie odlewania monokrystalicznego (SC) stanowią frekle (ang. freckles), obce ziarna (ang. stray grains), granice ziaren dużego i małego kąta, ziarna iglaste (ang. slivers), ziarna typu „zebra” (ang. zebra grains), fałdy paskowe (ang. wrinkles) oraz ziarna ponownie wykryształizowane. Ten zespół wad jest ściśle związany z procesem kierunkowej krystalizacji i jest charakterystyczny dla odlewów monokrystalicznych. Dodatkowo, w procesie krystalizacji kierunkowej, wyróżnia się stopień odchylenia osi odlewu od właściwej orientacji krystalicznej, określane jako odchylenie  $\alpha$ . Wady te można zakwalifikować jako nową podgrupę wad związanych z krystalizacją kierunkową. [40, 41, 46-49].



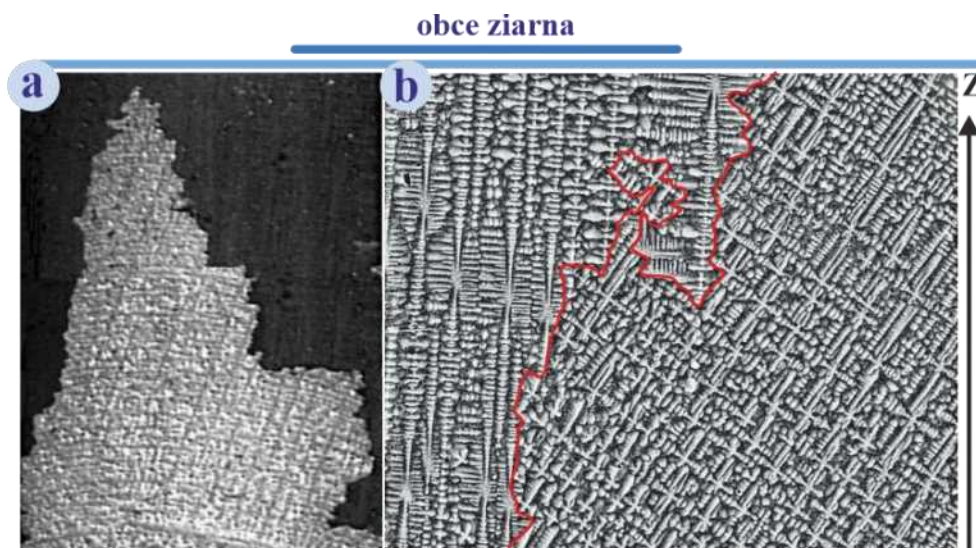
Rysunek 9. Schemat podziału wad odlewniczych ze względu na ich charakterystyczne występowanie w różnego rodzaju stopach odlewniczych-(opracowano na podstawie [15,43,44])

W kolejnych stronach pracy omówiono tylko te wady odlewnicze które dotyczą badanych monokrystalicznych nadstopów CMSX-4 i CMSX-6.



## 5.1 Obce ziarna (stray grains)

W odniesieniu do monokrystalicznych odlewów z nadstopu na bazie niklu stosowanych w lotnictwie, występowanie obcych ziaren (ang. stray grains) jest wysoce niepożądane (Rysunek 10). Obecność tego rodzaju wady zdyskwalifikuje odlew jako monokrystaliczny, czyniąc go bezużytecznym dla zamierzonych zastosowań. [47-50].



Rysunek 10. Typowe mikrografie obcego ziarna w monokrystalicznych odlewach nadstopów lotniczych, a- powłoka zewnętrzna odlewu (mikroskop świetlny) b- obraz obcego ziaena na przekroju wzdłużnym odlewu (skanigowy mikroskop elektronowy)[opracowanie własne]

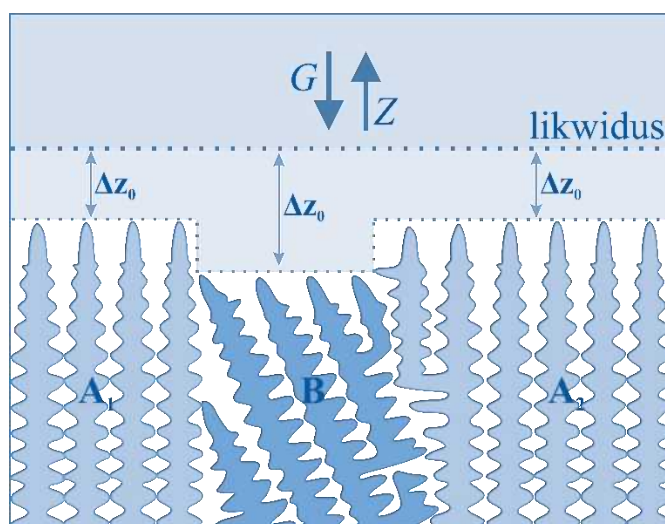
Przyczyn powstawania tej wady może być wiele, ale za najbardziej prawdopodobne uznaje się:

- Nieprawidłowy przebieg selekcji pojedynczego ziarna w obrębie selektora - błędy w procesie selekcji mogą prowadzić do wzrostu zdefektowanych dendrytów o innej orientacji.
- Wzrost zdefektowanego dendrytu krystalizującego z ramion kolejnego rzędu w obrębie selektora - proces dziedziczenia tych defektów może skutkować przedostaniem się obcych ziaren do formy odlewu właściwego.
- Zarodkowanie i krystalizacja zdeorientowanych ziaren na ściankach selektora lub formy odlewu - nieprawidłowe odprowadzanie ciepła może powodować powstawanie ziarna o niewłaściwej orientacji.

Obce ziarna są stosunkowo rzadką wadą [51-53]. Podczas krystalizacji odlewów monokrystalicznych następuje zjawisko konkurencyjnego wzrostu dendrytów. Do opisu konkurencyjnego wzrostu ziaren stosuje się teorię Waltona i Chalmersa. Schemat tego



procesu dla odlewów SC i nadstopów niklowych przedstawiono na rysunku 12. Ziarna  $A_1$  i  $A_2$ , prawidłowo zorientowane równoległe do osi odlewu  $Z$ . Ziarno  $B$  jest zdezorientowane względem osi  $Z$  i gradientu temperatury  $G$ . W przypadku rozbieżnego wzrostu dendrytów między ziarnami  $B$  i  $A_2$ , nowe dendryty ziarna  $A_2$  mogą przerosnąć dendryty ziarna  $B$ , tworząc nachyloną granicę ziaren. W zbieżnym wzroście dendrytów między ziarnami  $A_1$  i  $B$ , dendryty ziarna  $B$  napotykać na dendryty ziarna  $A_1$ , zatrzymując ich wzrost. Granica ziaren przebiega równoległe do kierunku dendrytów ziarna  $A_1$  i  $A_2$  (Rysunek 11). Badania wskazują, że obce ziarna pojawiają się najczęściej przy rozbieżnej granicy ziaren, a rzadziej przy zbieżnej granicy ziaren. Obce ziarna często tworzą się podczas rozrostu ramion wtórnych i trzeciorzędowych dendrytów. Mechanizm, przez który niepożądane ziarna mogą wzrastać szybciej niż prawidłowo zorientowane ziarna, nie jest w pełni poznany, ale oddziaływania wierzchołków dendrytów odgrywają tu istotną rolę [51].



Rysunek 11. Schemat konkurencyjnego wzrostu ziaren według modelu Waltona i Chalmersa [51-53]

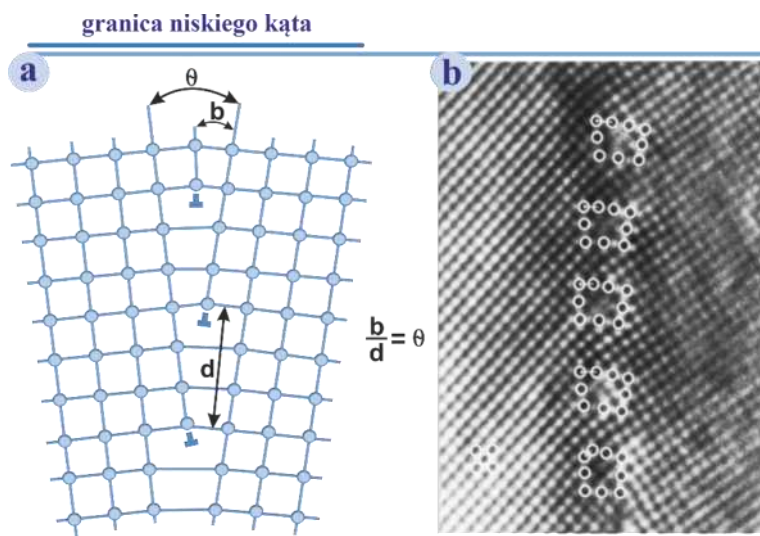
## 5.2 Granice ziaren dużego i małego kąta

Rozpatrując rodzaje granic ziaren pod względem stopnia dezorientacji między dwoma ziarnami, stosuje się podział na granice ziaren dużego kąta (HAB, ang. High Angle Boundaries) i granice ziaren małego kąta (LAB, ang. Low Angle Boundaries). Literatura klasyfikuje granice LAB jako te, które nie przekraczają  $10^\circ$  kątowych dezorientacji, natomiast granice HAB to wszystkie granice przekraczające  $15^\circ$  kątowych. Występowanie granic znacząco osłabia właściwości wytrzymałościowe oraz skraca czas pracy łopaty, zwłaszcza w przypadku granic ziaren dużego kąta (HAB).



Najprostszym przykładem powstawania i opisu granic jest granica nachylenia, gdzie oś obrotu jest równoległa do płaszczyzny granicznej.

Granicę tą można wyobrazić sobie jako tworzącą się w pojedynczym krystalicie, który jest stopniowo wyginany przez siłę zewnętrzną. Energię elastycznego zginania sieci można zmniejszyć poprzez powstanie dyslokacji, co powoduje trwałą dezorientację kątową między dwoma fragmentami krystalitu. Przy zwiększeniu kąta  $\alpha$  dezorientacji granicy, wprowadza się w niej coraz więcej dyslokacji. Występują również nisko kątowe granice skręcenia, gdzie dezorientacja występuje wokół osi prostopadłej do płaszczyzny granicznej. Ten typ granicy obejmuje dwa zestawy dyslokacji śrubowych. Jeśli wektory Burgersa dyslokacji są ortogonalne, dyslokacje nie oddziałują silnie, tworząc kwadratową sieć. W innych przypadkach dyslokacje mogą oddziaływać, tworząc bardziej złożoną strukturę heksagonalną. Koncepcje granic nachylenia i skręcenia reprezentują wyidealizowane przypadki. Większość granic jest typu mieszanego, zawierającego dyslokacje różnych typów i wektory Burgersa, w celu uzyskania jak najlepszego dopasowania między sąsiednimi ziarnami (Rysunek 12) [44,56].

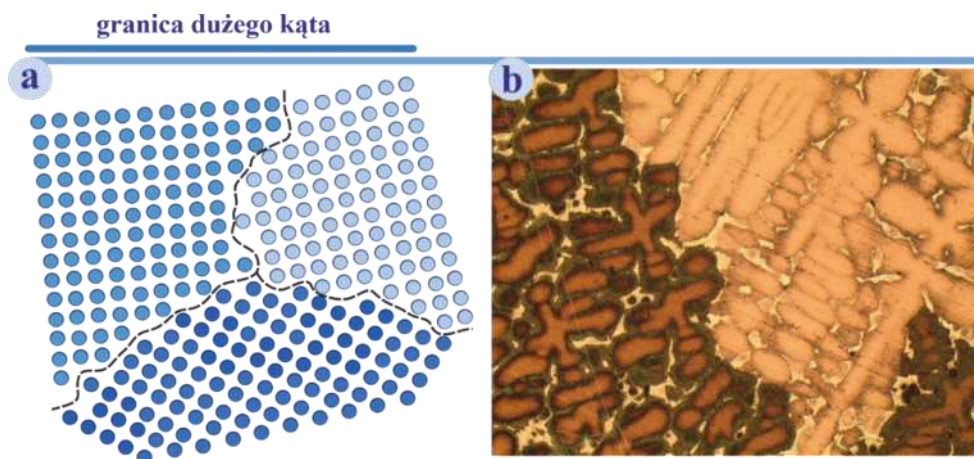


Rysunek 12. Granica niskiego kąta, a- Schemat niskokątowej granicy wraz z charakterystycznymi parametrami w skali nanometrycznej, b- obraz wysokorozdzielczy granicy niskiego kąta (transmisyjna mikroskopia elektronowa)[opracowanie własne]

Jeśli dyslokacje na granicy pozostają odizolowane i wyraźne, granicę można uznać za granicę niskiego kąta (LAB). Przy dalszym wzroście kąta  $\alpha$  gęstość dyslokacji wzrośnie, zmniejszając odstęp między sąsiednimi dyslokacjami. W końcu rdzenie dyslokacji zaczną się pokrywać, powodując załamanie uporządkowanego charakteru granicy. W takim przypadku mamy do czynienia z granicą dużego kąta (HAB). Podczas kierunkowej krystalizacji obserwuje się wzrost pierwotnych dendrytów w przeciwnym kierunku do przepływu ciepła, prostopadłe do granicy strefy ciekło-stałej. Jeśli granica



ta nie jest płaska, tworzą się pierwotne ramiona dendrytów o różnych kierunkach wzrostu w różnych miejscach strefy. Kontakt wierzchołków dendrytów o odmiennej orientacji krystalograficznej i ich wzajemne oddziaływanie powodują powstawanie granic ziaren małego kąta (LAB) lub granic ziaren dużego kąta (HAB), w zależności od wielkości kąta między kierunkami wzrostu pierwotnych ramion dendrytów (*Rysunek 13*).



Rysunek 13. Granica dużego kąta, a – schemat granicy dużego kąta w skali nanometrycznej, b- ułożenie dendrytów powodujące tego typu granice (mikroskopia optyczna) [opracowanie własne]

Wszelkie zmiany profilu granicy faz strefy ciekło-stałej są zazwyczaj związane ze znacznymi zmianami przekroju poprzecznego odlewu. Na przykładzie geometrii łopatkki lotniczej, w obszarach przejścia między masywnym zamkiem a piórem o mniejszej grubości, obserwuje się lokalne zmiany przechłodzenie. Lokalne przechłodzenie może powodować tworzenie się granic niskiego kąta (LAB) lub granice dużego kąta (HAB). Granice (LAB) i (HAB.) mogą też powstawać poprzez zanieczyszczenia pochodzące od formy [57-59].

## 6. Charakterystyka nadstopów niklu

Nadstopy należą do klasy materiałów o wyjątkowych właściwościach wysokotemperaturowych, charakteryzujących się zdolnością do pracy przez tysiące godzin w temperaturach powyżej 1273,15 K bez istotnej degradacji struktury. Uwzględniając materiał osnowy, nadstopy można podzielić na nadstopy na bazie żelaza, kobaltu i niklu.



Wśród wymienionych nadstopów największym zainteresowaniem oraz zastosowaniem cieszą się nadstopy na bazie niklu, które są głównym przedmiotem niniejszej dysertacji. Fragment historii rozwoju tych stopów wraz z podsumowaniem ich metalurgii i aspektów fizyko-chemicznych przedstawiono w pracy [15]. Pojawienie się silnika z turbiną gazową w latach trzydziestych XX wieku spowodowało zapotrzebowanie na nowe materiały o podwyższonych właściwościach w wysokich temperaturach, takich jak odporność na korozję na gorąco i pełzanie. Głównym kryterium projektowym dla silników turbinowych jest temperatura na wejściu do turbiny TET (ang. Turbine Entry Temperature), czyli temperatura gazu roboczego na wejściu do turbiny po sprężeniu i spalaniu. Wyższa TET przekłada się na większą oszczędność paliwa i wyższy stosunek ciągu do masy. W miarę wzrostu zapotrzebowania na wyższe temperatury, stopy niklu wykazały najlepsze właściwości wśród nadstopów [62-65].

Nadstopy na bazie niklu są szczególnie interesujące w zastosowaniach wysokotemperaturowych ze względu na ich stabilność strukturalną i właściwości. Nikiel i jego stopy charakteryzują się grupą przestrzenną  $Fm\bar{3}m$ , co oznacza, że mają sześcienną ściennie centrowaną (FCC) regularną komórkę Bravais. Osnowę nadstopów niklowych tworzy roztwór stały na bazie niklu, czyli faza gamma ( $\gamma$ ) FCC. Faza ta zachowuje stabilność struktury blisko temperatury topnienia. Umocnieniem w nadstopach na bazie niklu uzyskuje się dzięki obecności krystalitów fazy  $\gamma'$   $Ni_3Al$ . Stabilność struktury w wysokich temperaturach jest główną przyczyną zastosowań nadstopów lotniczych w ekstremalnych środowiskach, takich jak turbiny lotnicze i systemy energetyczne [63].

Nadstopy na bazie niklu należą do grupy stopów o jednej z najbardziej złożonych metalurgicznych kompozycji chemicznych stworzonych przez człowieka. Skład tych superstopów, zależnie od generacji, obejmuje od 8 do 12, a w szczególnych przypadkach nawet więcej pierwiastków stopowych (Tabela 1). Ciągłe poszukiwania optymalnego składu chemicznego, który optymalizuje właściwości nadstopów, doprowadziły do stworzenia hierarchii zależnej od dodatków stopowych, zwanej generacjami nadstopów niklowych. Nadstopy są klasyfikowane na podstawie ich składu chemicznego i technologii metalurgicznej. Badania nad nadstopami niklowymi koncentrują się na znalezieniu optymalnych proporcji pierwiastków stopowych, co prowadzi do ciągłego rozwoju i poprawy właściwości tych materiałów [63,64].



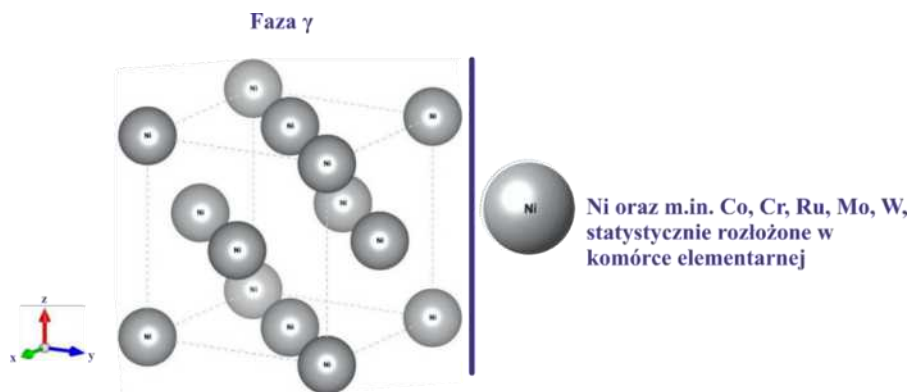
Tabela 1. Zestawienie składów chemicznych różnych typów nadstopów niklowych dla poszczególnych generacji [63]

Generacja Nadstop		Skład chemiczny % mas.											
		Cr	Co	Mo	Re	Ru	W	Al	Ti	Ta	Nb	Hf	Inne
I	CMSX-2	8	4,6	0,6	-	-	8	5,6	1	6	-	-	
	CMSX-3	8	4,6	0,6	-	-	8	5,6	1	6	-	0,1	
	CMSX-6	9,8	5	3	-	-	-	4,8	4,7	2	-	0,1	
	PWA1480	10	5	-	-	-	4	5	1,5	12	-	-	
	Rene N4	9	8	2	-	-	6	3,7	4,2	4	0,5	-	
	SRR99	8	5	-	-	-	10	5,5	2,2	3	-	-	
II	CMSX-4	6,5	9	0,6	3	-	6	5,6	1	6,5	-	0,1	
	PWA1484	5	10	2	3	-	6	5,6	-	8,7	-	0,1	
	Rene N5	7	8	2	3	-	5	6,2	-	7	-	0,2	
	SC180	5	10	2	3	-	5	5,2	1	8,5	-	0,1	
	SMP14	4,8	8,1	1	3,9	-	7,6	5,4	-	7,2	1,4	-	
III	CMSX-10	2	3	0,4	6	-	5	5,7	0,2	8	0,1	0,03	
	Rene N6	4,7	12,5	1,4	5,4	-	6	5,75	-	7,2	-	0,15	0,05 C
	TMS 75	3	12	2	5	-	6	6	-	6	-	0,1	
	TMS80	2,9	11,6	1,9	4,9	-	5,8	5,8	-	5,8	-	0,1	3 Ir
IV	PWA1497	2	16,5	2	5,95	3	6	5,55	-	8,25	-	0,15	

Wykorzystanie szerokiej gamy pierwiastków stopowych w nadstopach niklowych jest podyktowane ich segregacją do ich głównych faz  $\gamma$  i  $\gamma'$ . Pierwiastki o promieniu atomowym zbliżonym do niklu, takie jak kobalt, ruten, żelazo, chrom, molibden, wolfram, hafn, iryd, ren, wanad, itr oraz nikiel, segregują do fazy  $\gamma$ , która odpowiada za stabilizację i przenoszenie obciążeń. Natomiast pierwiastki takie jak aluminium, tytan, niob, tantal segregują do fazy  $\gamma'$ . Dodatki boru, cyrkonu i węgla, stosowane wcześniej do stabilizacji granic ziaren w stopach polikrystalicznych, nie są wykorzystywane w nadstopach monokrystalicznych [63, 64]. Szczególnie badania monokrystalicznych nadstopów niklowych wykazały, że oprócz dwóch podstawowych faz  $\gamma$  i  $\gamma'$  zawierają one dodatkowo choć w małej ilości eutektykę  $\gamma/\gamma'$ , kruche fazy TCP (ang. topologically close-packed) oraz węgliki (pochodzenia niestopowego) [64].

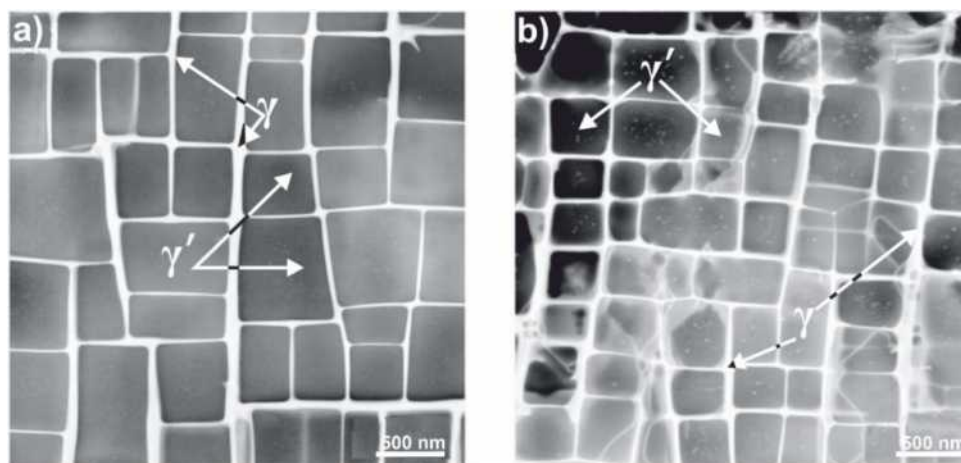
**Faza  $\gamma$**  – jest roztworem stałym niklu o sieci regularnej, ściennie centrowanej, należącej do grupy przestrzennej  $Fm\bar{3}m$ . Spełnia rolę osnowy monokrystalicznych odlewów nadstopów na bazie niklu (Rysunek 14). W składzie chemicznym fazy  $\gamma$  może znajdować się nawet 10 pierwiastków stopowych, jednak głównymi jej składnikami są: kobalt (Co), chrom (Cr), molibden (Mo), wolfram (W) oraz ren (Re), które umacniają ją poprzez mechanizm umocnienie roztworowe. Zwiększenie parametru sieciowego fazy  $\gamma$  jest spowodowane obecnością składników stopowych takich jak W, Mo i Re, które mają duże promienie atomowe, powodując ekspansję sieci.





Rysunek 14. Model komórki elementarnej fazy  $\gamma$  [opracowanie własne]

Pierwiastki stopowe o większych promieniach atomowych, takie jak ren (Re), molibden (Mo) i wolfram (W), segregują się do fazy  $\gamma$ , co wpływa na zwiększenie parametru sieciowego  $a\gamma$ . Oznacza to, że parametr sieciowy osnowy jest większy niż parametr sieci fazy  $\gamma'$  ( $a\gamma' < a\gamma$ ), co skutkuje ujemną wartością parametru niedopasowania  $\delta$ . Ren jest jednym z najważniejszych pierwiastków w składzie osnowy. Jego nanometryczne wydzielenia umacniają fazę  $\gamma$ , polepszając odporność na pełzanie przez blokowanie ruchu dyslokacji. Faza  $\gamma$ , wypełnia przestrzeń między krystalitami fazy  $\gamma'$ , spajając je i zapewniając zespolenie stopu (Rysunek 15).

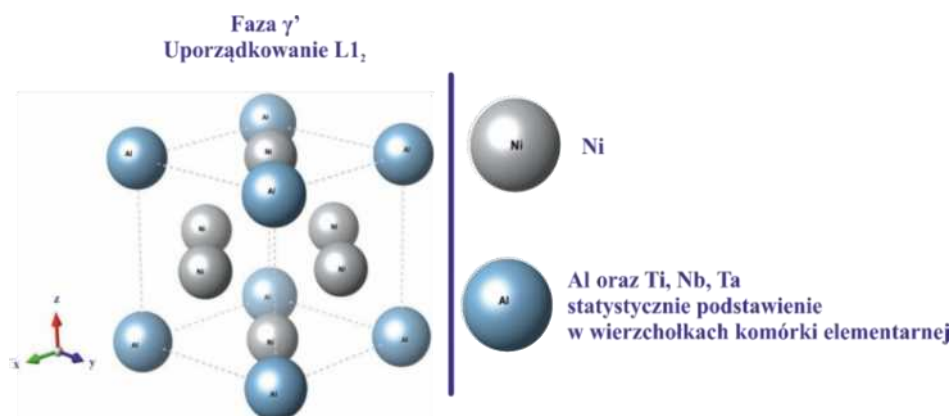


Rysunek 15. Mikrostruktura  $\gamma/\gamma'$  nadstopów niklowych (transmisyjna mikroskopia elektronowa), a) (w jasnym polu widzenia), b) (w ciemnym polu widzenia)[65]

Drugim podstawowym składnikiem nadstopów niklowych jest faza  $\gamma'$ . W nadstopach niklowych faza  $\gamma'$  ma wzór  $\text{Ni}_3\text{Al}$  i charakteryzuje się regularną strukturą  $Pm\bar{3}m$ .



**Faza  $\gamma'$**  charakteryzuje się wyjątkowymi właściwościami wysokotemperaturowymi, a jej wytrzymałość w próbie rozciągania jednoosiowego wzrasta wraz ze wzrostem temperatury aż do temperatury około 1143,15 K. Udział objętościowy krystalitów fazy  $\gamma'$  w stopie może wynosić nawet powyżej 70%. Komórka elementarna fazy  $\gamma'$  prezentuje charakterystyczny układ atomów: atomy Al są ułożone w narożach, a atomy Ni w środkach ścian, tworząc tzw. ordering  $L1_2$  (Rysunek 16) [65].



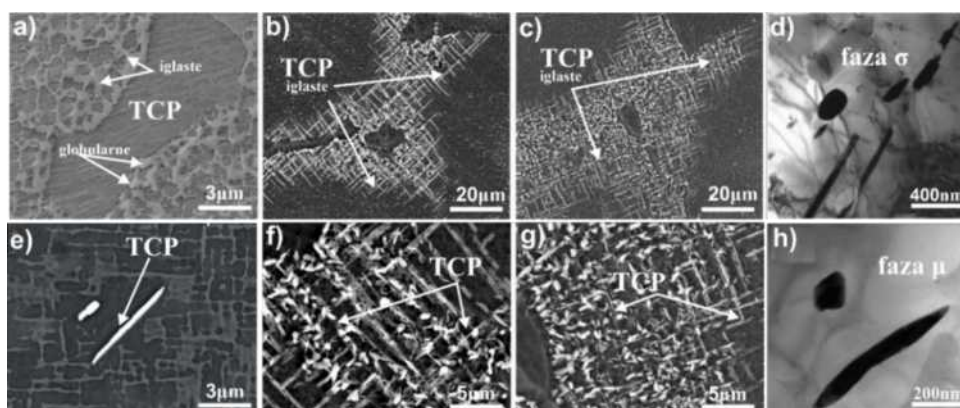
Rysunek 16. Model komórki elementarnej fazy  $\gamma'$  [opracowanie własne]

Niekorzystne **fazy TCP** (topologicznie zwarcie wypełnione) mogą tworzyć się po długim okresie pracy nadstopów niklowych w wysokich temperaturach [65]. Fazy te mają złożoną strukturę, składającą się z klastrów w kształcie trójkątów, pięciokątów i sześciokątów, gdzie warstwy atomów o mniejszej średnicy (Cr, Ni) są przedzielane warstwami atomów o większych średnicach (Ta, W, Re), co tworzy strukturę topologicznie zwarcie wypełnioną (Rysunek 17). Fazy TCP spotykane w nadstopach niklu są następujące:

- **Faza  $\sigma$** : Ma wzór  $A_2B$ , strukturę tetragonalną i zawiera 30 atomów (Cr, Mo, Co, Re, Ru). Przykładowe składy:  $Cr_2Ru$ ,  $Re_{67}Mo_{33}$ .
- **Faza  $\mu$** : Ma wzór  $A_6B_7$ , strukturę trygonalną i zawiera 13 atomów (W, Mo, Co). Przykłady:  $Mo_6Co_7$ ,  $W_6Co_7$ .
- **Faza P**: Trygonalna struktura zawierająca 56 atomów w komórce elementarnej, np.  $Cr_{18}Mo_{42}Ni_{40}$ .
- **Faza R**: Romboedryczna struktura zawierająca 52 atomy w komórce elementarnej, np.  $Fe_{52}Mn_{16}Mo_{32}$ .
- **Fazy Lavesa**: Mają strukturę regularną lub heksagonalną i wzór ogólny  $A_2B$ , gdzie miejsca B zawierają atomy pierwiastków ciężkich.

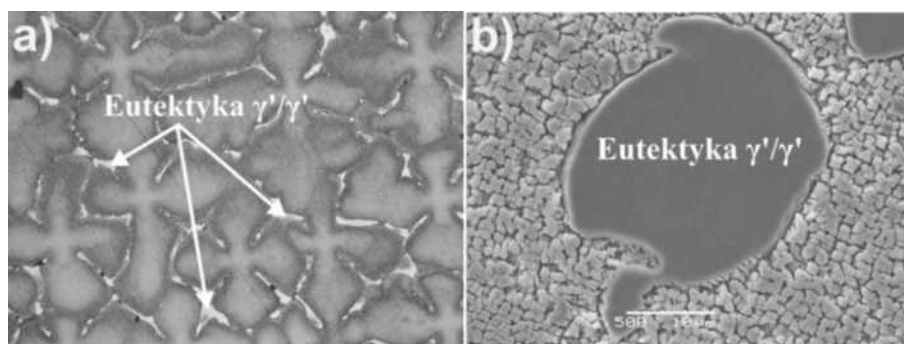


Te fazy TCP są niepożądane, ponieważ mogą osłabiać materiał przez ich skłonność do kruchego pęknięcia i obniżenie plastyczności stopu [64,65].



Rysunek 17. Przykładowe mikrofotografie faz TCP, a) fazy TCP iglaste oraz globularne (SEM), b), c) fazy TCP iglaste (SEM), d) faza  $\sigma$  w polu jasnym (TEM), e) fazy TCP wewnątrz fazy  $\gamma'$  (SEM), f), g) fazy TCP iglaste, h) faza  $\mu$  w polu jasnym (TEM)

Niekorzystna eutektyka  $\gamma/\gamma'$  to pozostałość po procesie krystalizacji, która tworzy kruche fazy w strukturze materiału, osłabiając go i powodując kruchość w fragmentach monokryształu. Obszary eutektyczne wykazują tendencje do inicjowania pęknięcia, dlatego dąży się do ich eliminacji poprzez długotrwałą obróbkę cieplną. Większość nadstopów stosowanych do monokrystalicznych odlewów zawiera około 2% eutektyki choć niektóre szacunki wskazują na większy udział objętościowy, sięgający nawet do 5%. Fragmenty eutektyki są usytuowane w przestrzeniach między dendrytycznych (Rysunek 18) [63-65].

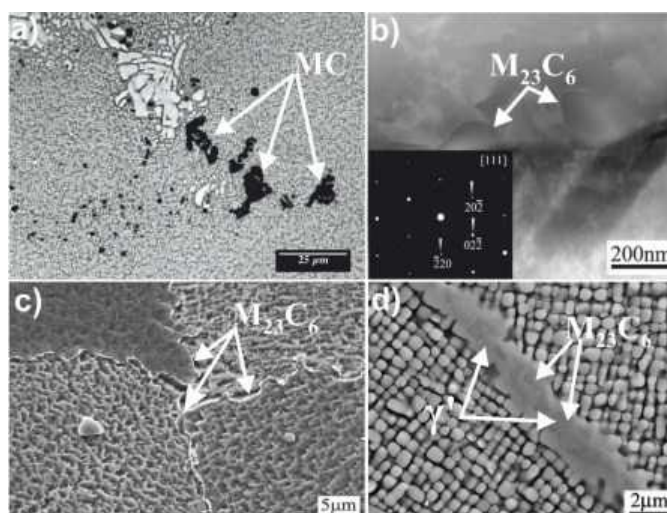


Rysunek 18. Obszary Eutektyki  $\gamma/\gamma'$  w nadstopach niklowych, a) usytuowanie eutektyki w strukturze dendrytycznej (mikroskopia optyczna), b) pomiędzy krystalitami fazy  $\gamma'$  (mikroskopia skaningowa) [opracowanie własne]

**Węglik** są kolejnym istotnym elementem strukturalnym nadstopów niklowych. Najczęściej występują w formie prostych węglików typu MC o strukturze regularnej oraz heksagonalnej, takich jak TaC, TiC, WC, HfC. Powstają one głównie z udziałem takich pierwiastków jak Cr, Mo, W, Nb, Ta, Ti, Hf podczas krystalizacji w niektórych



nadstopach niklu pierwszych trzech generacji. Obróbka cieplna może prowadzić do przemiany prostych węglików MC w złożone węgliki typu  $M_{23}C_6$  lub  $M_6C$  (Rysunek 19). Węgliki są zazwyczaj izolowane w procesach wytwórczych nadstopów, co sprawia, że dostarczenie węgla do stopu jest mało prawdopodobne. [63-65].



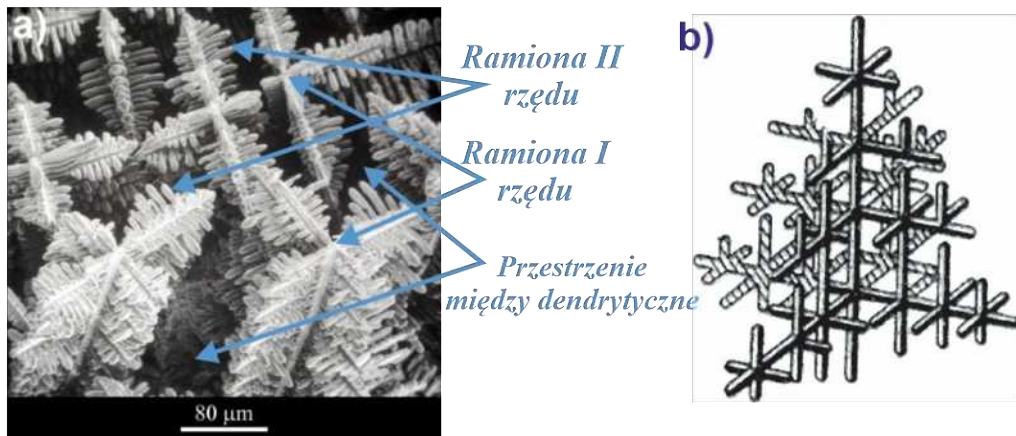
Rysunek 19. Obrazy mikroskopowe węglików a) węgliki MC usytuowane w strukturze fazy nadstopów CMSX zarejestrowane za pomocą (SEM BSE), b) usytuowanie węglika  $M_{23}C_6$  i dyfrakcja zarejestrowane w technice (TEM), c) usytuowanie węglika  $M_{23}C_6$  na granicach faz, d) usytuowanie węglika  $M_{23}C_6$  na granicy ziarna [64]

Opis struktury monokrystalicznych nadstopów niklu oraz jej defektów wymaga złożonej analizy zarówno w skali makro, jak i mikro. Wszelkie zakłócenia regularności struktury dendrytycznej, można zaliczyć do makroskopowych defektów nadstopu. Dobrym przykładem defektów makroskopowych są makroskopowe granice niskiego kąta, które tworzą strukturę blokową (subgrain structure). Ta struktura, powszechna w monokrystalicznych odlewach nadstopów niklu, jest bardziej złożona niż struktura blokowa monokryształów półprzewodnikowych. Struktura dendrytyczna i obszary między dendrytyczne, zbudowane z faz  $\gamma$  i  $\gamma'$ , sugerują, że makroskopowe defekty mogą mieć swoje źródło już w mikroskali, podczas krystalizacji mikrostruktury  $\gamma/\gamma'$  (Rysunek 20). Z tego powodu analiza strukturalna różnych skali jest kluczowa w odkryciu zależności i wzajemnych korelacji poszczególnych defektów [65,66].

Celem takiej analizy wieloskalowej jest możliwość całkowitej eliminacji defektów lub znaczące ograniczenie ich występowania w monokrystalicznych odlewach z nadstopów niklu, zwłaszcza w precyzyjnych i skomplikowanych odlewach łopatek silników lotniczych [63-67].



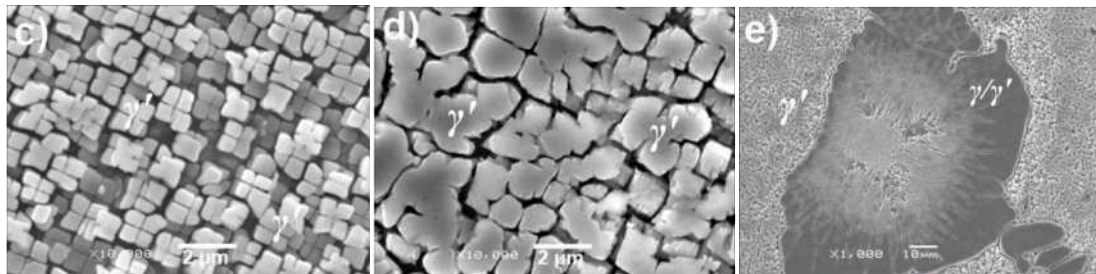
**Makro**



**Mikro**

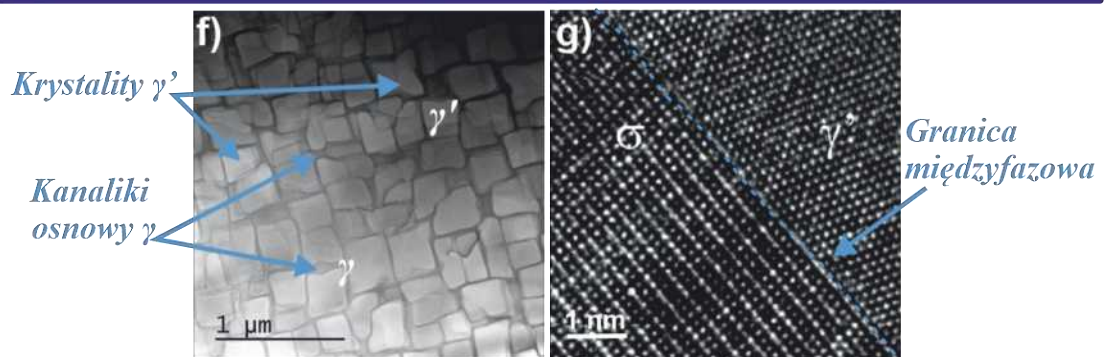
*Rdzeń dendrytu*

*Przestrzeń międzydendryczny*



*Eutektyka  $\gamma/\gamma'$*

**Nano**



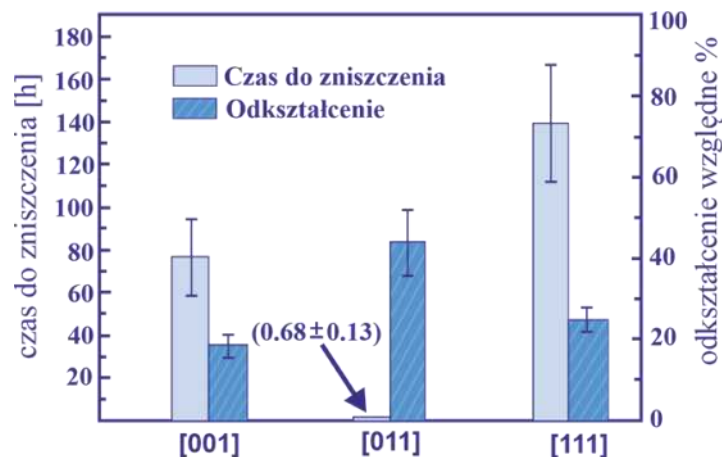
Rysunek 20. Wieloskalowa struktura monokrystalicznych nadstopów nikowych, a), b) makrostruktura dendrytyczna, c) mikrostruktura rdzenia dendrytu, d), e) mikrostruktura przestrzeni międzydendrytycznej, f) struktura fazowa  $\gamma$  oraz  $\gamma'$ , g) granica międzyfazowa [66]



## 7. Anizotropia właściwości monokrystalicznych łopatek

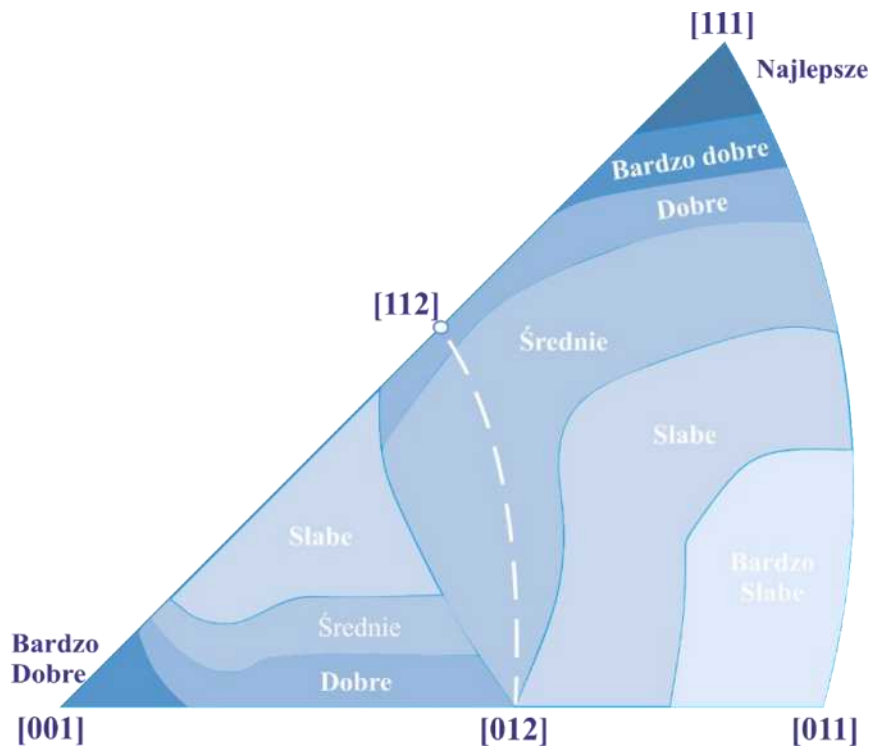
Odlewy łopatek lotniczych z nadstopów niklu mają ukierunkowaną strukturę dendrytyczną. Powoduje to silną zależność ich właściwości mechanicznych od orientacji krystalicznej. Szczególnie istotna jest wytrzymałość na pełzanie, która jest kluczowa dla łopatek sekcji wysokiego ciśnienia. Badania wykazały, że odlewy z nadstopów niklu mają bardzo dużą wytrzymałość na pełzanie w kierunku typu  $[001]$  [15]. Jednakże w kierunku typu  $[111]$  odlewy te wykazują niemal dwukrotnie większą wytrzymałość na pełzanie. Niestety technologia produkcji monokrystalicznych odlewów o orientacji typu  $[111]$  jest bardzo skomplikowana i kosztowna, co ogranicza jej zastosowanie w przemyśle lotniczym [8,15,43].

Obecnie odlewy łopatek lotniczych o orientacji krystalicznej typu  $[001]$  zyskały szerokie uznanie w praktyce przemysłowej, gdyż czas do ich zniszczenia i odkształcenie w próbie pełzania są porównywalne w stosunku do odlewów o orientacji  $[111]$  (Rysunek 21).



Rysunek 21. Czas do zniszczenia i odkształcenie względne monokrystalu nadstopu niklu DD33 o orientacji krystalicznej  $[001]$ ,  $[011]$  i  $[111]$ . Próba pełzania: temperatura:  $T = 850^{\circ}\text{C}$ , naprężenie  $\sigma = 500 \text{ MPa}$  [61]

Zazwyczaj po krystalizacji łopatek kierunek krystaliczny typu  $[001]$  jest równoległy lub nieznacznie odchylony od głównej osi łopatki – Z, która w silniku lotniczym jest równoległa do siły odśrodkowej działającej na łopatki podczas eksploatacji (Rysunek 22). [15,60].



Rysunek 22. Właściwości monokrystalicznego nadstopu niklu w próbie pełzania (760°C, jednoosiowy stan naprężeń) w zależności od jego orientacji wzdłuż osi obciążenia [15,60]

Odchylenie kierunku  $[001]$  od osi przyłożenia siły rozciągającej (równoległej do osi odlewu) przekraczające  $15^\circ$  obniża odporność na pełzanie materiału i skraca czas do zerwania [8,15,60]. Wartość kąta odchylenia kierunku  $[001]$  od osi Z jest kluczowym parametrem określającym stopień doskonałości monokrystalicznych odlewów z nadstopów niklu. Parametr ten, dotyczy tzw. orientacji pierwotnej (ang. primary orientation), gdyż w kierunku  $[001]$  rosną ramiona pierwszo rzędowych dendrytów.



## 8. Niejednorodność rozkładu przestrzennego orientacji krystalicznej łopatek

Kąt odchylenia głównej osi łopatki, równoległej do siły odśrodkowej, od kierunku [001] odlewu oznacza się zwykle symbolem  $\alpha$  (*Rysunek 23*). Zazwyczaj przyjmuje się, że gdy  $\alpha$  przekracza  $15^\circ$  to taki odlew łopatki są dyskwalifikowane z procesu produkcyjnego [15,60].

W związku z ciągłym rozwojem technologii odlewów, producenci monokrystalicznych łopatek silników lotniczych stosują bardziej rygorystyczne kryteria, często wymagając by  $\alpha$  było mniejsze od  $10^\circ$ , a nawet  $7^\circ$ . Parametr  $\alpha$  może nieznacznie zmieniać się wewnątrz odlewu łopatki, co opisuje jego niejednorodność rozkładu przestrzennego. Obecne badania koncentrują się na zwiększeniu czasu pracy monokrystalicznych łopatek w warunkach pełzania poprzez zapewnienie jednorodnego rozkładu wartości  $\alpha$  w całej łopatce, ze szczególnym uwzględnieniem najbardziej obciążonego fragmentu, jakim jest obszar połączenia pióra łopatki z jej zamkiem. Niejednorodności rozkładu  $\alpha$  wewnątrz łopatki bierze się z występowania niepożądanych granic niskiego kąta (LAB), na których koncentrują się naprężenia obciążonej przez siłę odśrodkową łopatki.

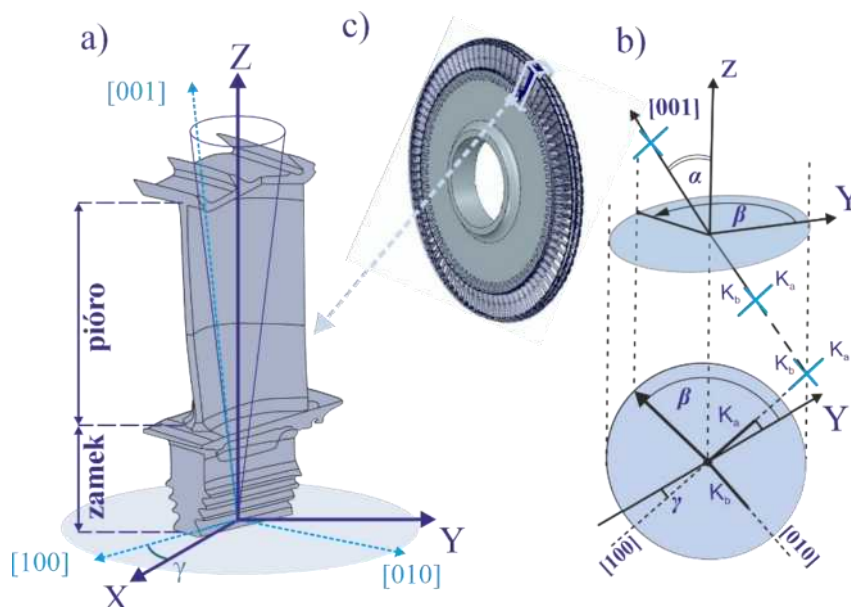
Kolejnym istotnym zagadnieniem w ocenie doskonałości monokrystalicznych łopatek jest jednorodność rozkładu kąta obrotu sieci krystalicznej łopatki względem jej osi Z. Kąt tego obrotu jest oznaczony symbolem  $\gamma$  i odnosi się do orientacji wtórnej (*Rysunek 23*), gdyż opisuje ułożenie wtórnych ramion dendrytów rosnących w kierunku [100] i [010] prostopadłych do kierunku [001] [69,70]. Parametr ten może zmieniać się na przekroju odlewu wzdłuż osi Z. Zmiany te wykazują znaczną koincydencję ze zdefektowaniem strukturalnym, takim jak bloki mozaiki i granice niskiego kąta. Granice niskiego kąta, mogą inicjować zarodkowanie i propagację mikropęknięć [69,70].

Kąt  $\alpha$  nie opisuje w pełni przestrzennej orientacji ramion pierwszorzędowych. Do pełnego opisu potrzebny jest dodatkowy kąt  $\beta$  (*Rysunek 23*) będący kątem pomiędzy rzutem kierunku [001] na płaszczyźnie prostopadłej do osi Z łopatki a wybraną osią referencyjną na przykład osią Y (*Rysunek 23*). Kąty  $\alpha$ ,  $\beta$  są składowymi wektora [001] określonego kierunkiem wzrostu pierwszorzędowych ramion dendrytów. Można też mówić, że  $\alpha$  i  $\beta$  są składowymi pierwotnej orientacji łopatki, a  $\alpha$ ,  $\beta$  i  $\gamma$  razem określają





pełna lub całkowita orientację krystaliczną dendrytów. Jednorodność rozkładu  $\beta$  wewnątrz łopatki jest kluczowa dla utrzymania wysokiej jakości i wytrzymałości monokrystalicznych łopatek, a kontrola tego parametru może znacząco poprawić właściwości mechaniczne odlewów, minimalizując defekty strukturalne [69,70].

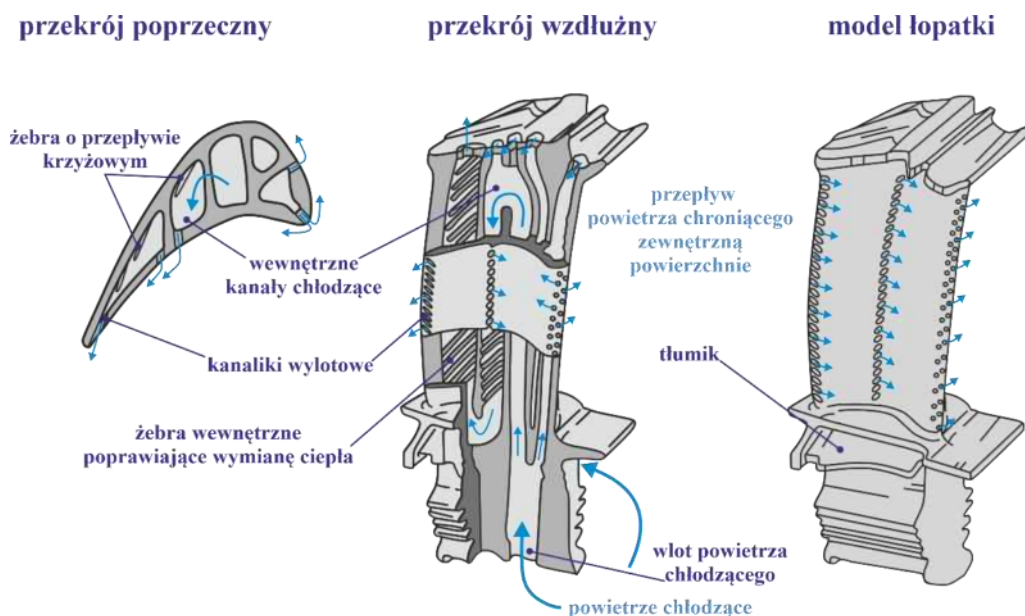


Rysunek 23. Wizualizacja łopatki lotniczej, a) schemat typowej łopatki lotniczej, X,Y i Z – przyjęte osie referencyjne, b) schemat wyznaczania składowej orientacji  $\alpha$  (odchylenia dendrytu), składowej  $\beta$  (precesji dendrytu) oraz składowej  $\gamma$  (obrotu dendrytu),  $K_a, K_b$  II rzędowe ramiona prostopadłe do osi Z, X,Y-kierunki powiązany z jedną z krawędzi zamka, c) umiejscowienie w pierścieniu sprężarki silnika odrzutowego, [opracowanie własne]

Do niedawna orientacja drugorzędowa była marginalizowana i pomijana podczas kontroli jakości odlewów w procesach produkcyjnych. Jednak prace opublikowane w ostatnich latach wykazały bezpośredni wpływ ułożenia kierunków II rzędowych ramion na odporność na pękanie monokrystalicznych nadstopów niklu [69]. Badania dowodzą, że orientacja drugorzędowa znacząco wpływa na czas do zerwania próbek z karbem. Wyniki tych badań doprowadziły do wprowadzenia ścisłej kontroli zarówno orientacji pierwszorzędowej (składowej  $\alpha$ ), jak i drugorzędowej (składowej  $\gamma$ ) przez producentów łopatek lotniczych, aby eliminować odlewy o obniżonej wytrzymałości. Wpływ parametru  $\gamma$  jest szczególnie widoczny w nowoczesnych, zaawansowanych modelach wentylowanych łopatek silników lotniczych. Wentylowane łopatki mają skomplikowane kształty, z sekcjami o zróżnicowanym przekroju poprzecznym ścianek oraz otworach wentylacyjnych. Obszary takie jak żebrowanie, elementy stabilizacyjne, miejsca



otworów wentylacyjnych na krawędzi natarcia oraz na krawędzi spływu pióra łopatki są najbardziej narażone na powstawanie pęknięć (Rysunek 24) [69,70].



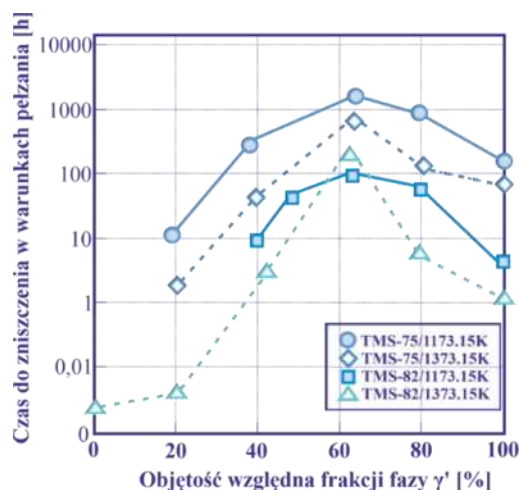
Rysunek 24. Schemat konstrukcyjny łopatki wentylowanej ujęty w płaszczyźnie przekroju poprzecznego oraz przekroju wzdłużnego (opracowanie na podstawie [69,70])

Defekty monokrystalicznych odlewów z nadstopów niklu, takie jak bloki i granice niskiego kąta, wpływają zarówno na pełzanie, jak i zarodkowania i propagację pęknięć. Obniżenie odporności na pełzanie obniżają efekty wspinania i poślizgu dyslokacji oraz dyfuzja składników stopowych wzdłuż granic niskiego kąta, zgodnie z mechanizmem Coble'a [69,70]. Obecność granic niskiego kąta sprzyja procesom pęknięcia, szczególnie podczas eksploatacji, gdy tworzą się kruche fazy TCP i powstają zarodki pęknięcia na granicach. Pomiary składowych orientacji pierwszorzędowej ( $\alpha$ ,  $\beta$ ) i drugorzędowej ( $\gamma$ ) w kilku punktach mogą być niewystarczające do pełnego odzwierciedlenia doskonałości całej łopatki. Całkowite opisanie doskonałości strukturalnej łopatki wymaga uwzględnienia jednorodności rozkładów przestrzennych składowych  $\alpha$ ,  $\beta$  oraz  $\gamma$  [69,70].



## 9. Elementy struktury $\gamma/\gamma'$ a właściwości nadstopów

Ilość ogólnie dostępnych informacji dotyczących badań strukturalnych nad nadstopami niklu jest niewielka, co wynika z ochrony technologii i własności intelektualnej. Dowiedziono, że objętość względna frakcji fazy  $\gamma'$  ma znaczący wpływ na wytrzymałość temperaturową nadstopów niklu. Zwiększenie objętości względnej fazy umacniającej  $\gamma'$  prowadzi do zwiększenia odporności na pełzanie. Morfologię fazy  $\gamma'$  też ma znaczenie w tej kwestii. Można ją kształtować poprzez obróbkę cieplną. Badania wykazały, że monokrystaliczne odlewy łopatek z objętością względną fazy umacniającej  $\gamma'$  w przedziale 65-70% ( $V_{\gamma'}$ ) charakteryzują się największą wytrzymałością na pełzanie (Rysunek 25) [15].



Rysunek 25. Czas do zniszczenia nadstopów niklu 3. generacji TMS-75 i TMS-82 w zależności od objętości względnej fazy  $\gamma'$ . Próba pełzania: temperatura  $t = 1173,15$  i  $1373,15$  K, naprężenie  $\sigma = 392$  MPa [15]

Czynnikami wpływającymi na właściwości wysokotemperaturowe stopu, w tym wytrzymałość na pełzanie są morfologia i liczebność krystalitów fazy  $\gamma'$ . Badania wykazały, że nadstopy, w których faza  $\gamma'$  przybiera kształt zbliżony do równoległociąnu, a długości boków mieszczą się w przedziale  $0,2 - 0,6 \mu\text{m}$ , cechują się największą odpornością na pełzanie [15].

Podczas kierunkowej krystalizacji łopatek o złożonym kształcie powstają duże lokalne niejednorodności ich struktury i składu chemicznego. Do ich likwidacji stosuje się procesy obróbki cieplnej. Jednakże obróbka cieplna, zawierająca wieloetapowe procesy przesycania i starzenia, powodują powstawanie nowych porów w strukturze odlewu, zwiększając ich objętość względną w materiale [62]. Powstałe podczas krystalizacji pierwotne pory skurczowe są usytuowane w przestrzeniach między dendrytycznych

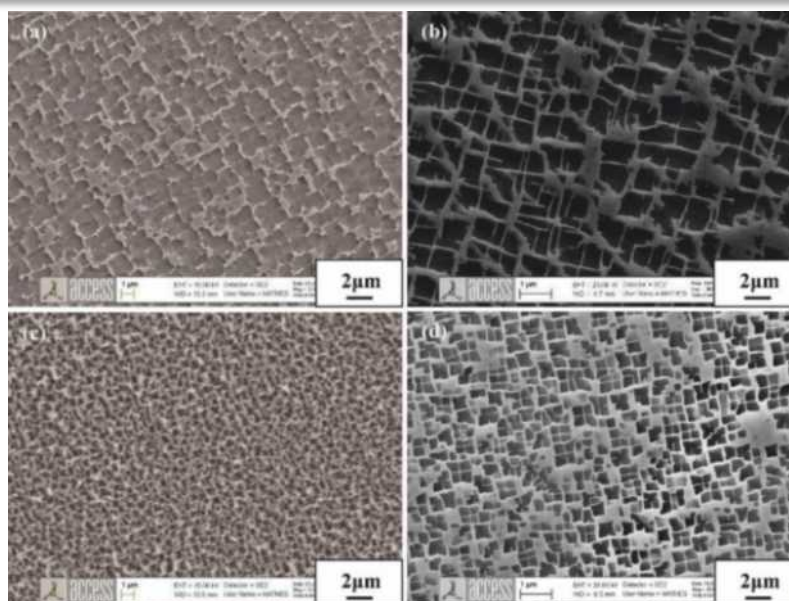


i często znajdują się w pobliżu frakcji kruchej eutektyki  $\gamma/\gamma'$  [67-70]. Obecność porów obniża parametry wytrzymałościowe odlewów, a zwiększenie ich frakcji podczas obróbki cieplnej dodatkowo przyspiesza mechanizm pełzania [62,67-70].

## 10. Właściwości nadstopów CMSX-6 i CMSX-4

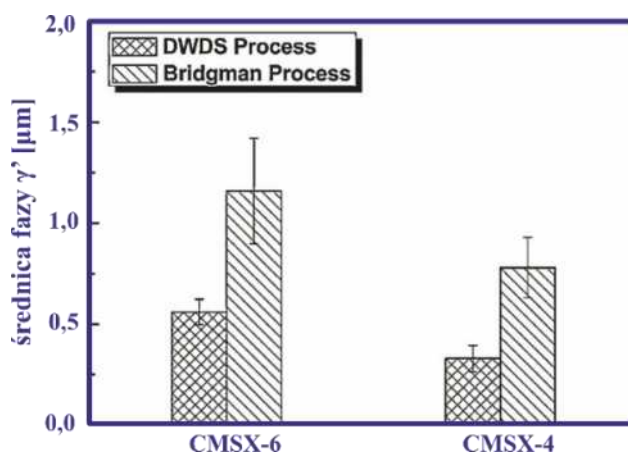
Nadstopy niklowe są kluczowymi materiałami stosowanymi w wysokotemperaturowych komponentach turbin wysokiego ciśnienia. Wśród nich, nadstopy CMSX-6 i CMSX-4 zyskały szerokie uznanie szczególnie w przemyśle lotniczym dzięki swoim unikalnym właściwościom. Niniejsza zestawienie porównawcze właściwości skupia się na różnicach właściwości mechanicznych oraz mikrostrukturalnych obu nadstopów. Porównanie nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 jest uzasadnione z kilku powodów. CMSX-6 i CMSX-4 reprezentują dwie kolejne generacje nadstopów niklowych, różniące się składem chemicznym, mikrostrukturą oraz właściwościami.

Mikrostruktura obu nadstopów składa się z fazy  $\gamma$  (osnowy) i fazy  $\gamma'$  (fazy umacniającej  $\text{Ni}_3\text{Al}$ ). CMSX-4 charakteryzuje się mniejszymi i bardziej jednorodnym rozmieszczeniem krystalitów fazy  $\gamma'$  w porównaniu do CMSX-6 [71]. W nadstopie CMSX-6, faza  $\gamma'$  stanowi około 66% objętości względnej, a szerokość kanałów fazy  $\gamma$  wynosi około 80 nm. Natomiast w CMSX-4, szerokość kanałów matrycy jest zbliżona, ale krystality  $\gamma'$  są bardziej równomiernie rozłożone i stabilniejsze przy procesach obróbki cieplnej jak długotrwałe starzenie [71]. Mikrostruktura CMSX-4 po obróbce cieplnej charakteryzuje się dobrze rozwiniętymi sześciennymi krystalitami  $\gamma'$  oraz niższym procentem resztkowej fazy eutektycznej w porównaniu do CMSX-6 (*Rysunek 26*) [72].



Rysunek 26. Struktura  $\gamma/\gamma'$  w rdzeniu dendrytu nadstopów (a i c) CMSX-6 oraz (b i d) CMSX-4. (a i b) Proces Bridgmana; (c i d) proces krzepnięcia od dolnego DWDS (ang. downward directional solidification process)

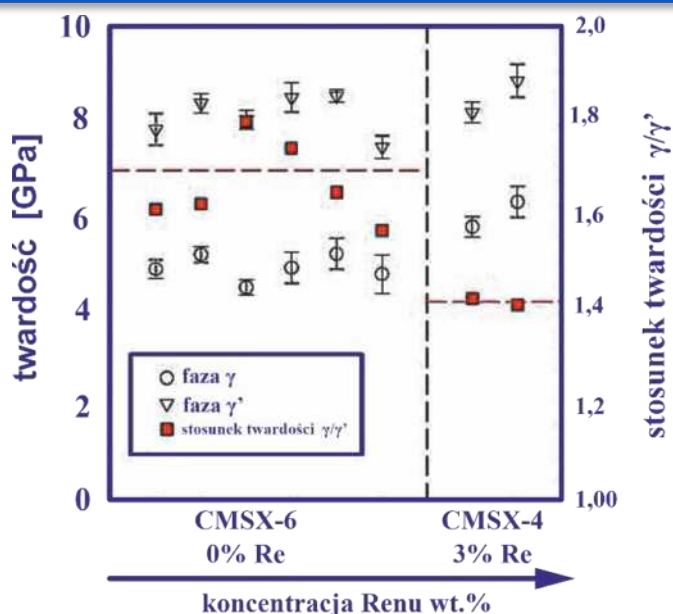
Wyniki pracy [72] dodatkowo zawierały porównanie średnicy wielkości fazy  $\gamma'$  nadstopów CMSX-4 oraz CMSX-6 w ujęciu różnych metod wytwarzania w tym przypadku metody Bridgmana i (DWDS) procesu oddolnej krystalizacji kierunkowej (ang. downward directional solidification process) (Rysunek 27) [72].



Rysunek 27. Średnie średnice fazy  $\gamma'$  próbek krystalizowanych metodami DWDS i Bridgmana [72]

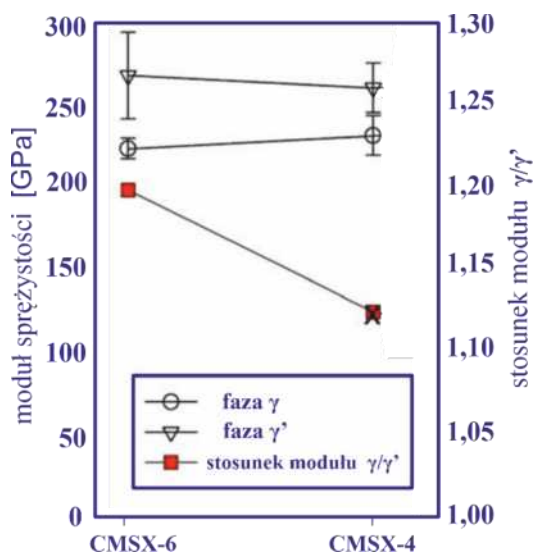
Krystality fazy  $\gamma'$  w rdzeniach dendrytów stopu CMSX-6 ma kształt sześcienny, ale ich rozmiary nie są jednolite, a niekiedy są nieregularne [72].

Dotychczasowe badania wykazały, że twardość osnowy ( $\gamma$ ) wzrasta wraz ze wzrostem zawartości składników wysokotopliwych w nadstopach (Rysunek 28). Twardość nadstopów CMSX-6, CMSX-4 i była mierzona metodą nanoindentacji. CMSX-4 wykazał większą twardość osnowy w porównaniu do CMSX-6, co przypisuje się obecności renu (Re) w składzie CMSX-4[73].



Rysunek 28. Twardość nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 [73]

Ponadto, moduł sprężystości zarówno fazy  $\gamma$ , jak i  $\gamma'$  zwiększa się wraz ze wzrostem zawartości składników wysokotopliwych. Twardość osnowy w CMSX-6 wynosiła 3.2 GPa, natomiast w CMSX-4 była wyższa, osiągając wartość 3.6 GPa [73]. Moduł sprężystości w CMSX-4 również był wyższy (220 GPa) w porównaniu do CMSX-6 (210 GPa) (Rysunek 29) [73].

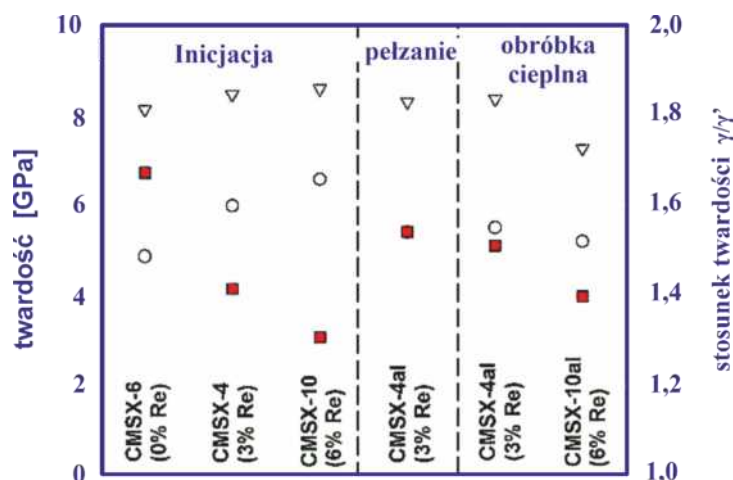


Rysunek 29. Moduł sprężystości nadstopu CMSX-6 i CMSX-4 [73]

Ponadto CMSX-4 wykazuje lepsze właściwości po pełzaniu w porównaniu do CMSX-6, co jest efektem wyższej zawartości renu, który zwiększa stabilność mikrostrukturalną przy wysokich temperaturach. W badaniach porównawczych, CMSX-4 utrzymuje wyższą twardość osnowy po długotrwałym starzeniu w temperaturze 870°C, podczas



gdy CMSX-6 wykazuje większą obniżenie twardości w tych samych warunkach (Rysunek 30) [73].



Rysunek 30. Twardość CMSX-6 i CMSX-4 i CMSX-10 w stanie po odlaniu, CMSX-4 po pełzaniu, CMSX-4 i CMSX-10 po obróbce cieplnej [73]

Odporność na pełzanie obu nadstopów jest zbliżona, jednak CMSX-4 wykazuje lepszą stabilność mikrostrukturalną i mniejszą porowatość, co przekłada się na lepszą odporność na pełzanie. W przypadku CMSX-6, czas do zerwania przy pełzaniu zmniejsza się wraz ze wzrostem temperatury, jednak nadal jest porównywalny z właściwościami pełzania CMSX-4 [74,75].

Ponadto oba nadstopy wykazują dobrą odporność na utlenianie i korozję, jednak CMSX-6 ma wyższe średnie szybkości utleniania i większą masę łuszczących się tlenków w porównaniu do CMSX-4 w wyższych temperaturach [74]. CMSX-4, dzięki zastosowaniu procesu DWDS, uzyskuje wyższy roboczy gradient temperatury, co przekłada się na lepszą mikrostrukturę i mniejszą porowatość, a w konsekwencji na lepszą odporność na utlenianie i korozję [74,75].

Zestawienie porównawcze nadstopów CMSX-6 i CMSX-4, opracowane na podstawie istniejących badań i literatury, koncentruje się głównie na analizach strukturalnych i mechanicznych właściwości tych materiałów. Kluczowymi aspektami badawczymi są zależności między postacią struktury a metodami wytwarzania oraz właściwości odporności na pełzanie w wysokich temperaturach, jak również wpływ kolejnych procesów obróbki cieplnej.

Pomimo szerokiego zakresu badań, w literaturze nie ma opracowań dotyczących niejednorodności orientacji krystalicznej i struktury łopatek monokrystalicznych. Szczególnie ważnym wydaje się też określenie wpływu geometrii łopatek (np. zmiany



ich przekroju poprzecznego) na takie niejednorodności. Brakuje szczegółowych analiz powiązań między różnymi składami chemicznymi nadstopów a ich mikrostrukturą i właściwościami mechanicznymi. Niejednorodność monokrystalicznych łopatek powinna być zbadana w różnych skalach: skali makroskopowej obejmującej grupy dendrytów (kilka mm), pojedynczych dendrytów o rozpiętości II rzędowych ramion rzędu kilku set mikrometrów, skali struktury  $\gamma/\gamma'$  (około 1  $\mu\text{m}$ ) oraz skali komórki elementarnej fazy  $\gamma$  i  $\gamma'$  (kilka dziesiątych nm). Porównanie ww. niejednorodności łopatek stopów CMSX-6 i CMSX-4 może pozwolić na określenie wpływu takich składników stopowych Re, W oraz Ta i Al, na charakter niejednorodności struktury i orientacji krystalicznej, gdyż zmiana składu chemicznego stopu CMSX-4 w stosunku do CMSX-6 polega głównie na zwiększeniu zawartości tych składników. Tendencja ta jest obserwowana w następnych, kolejnych generacji, np. CMSX-10 (Tabela 1).

## 11. Dyfrakcyjna topografia rentgenowska

Metody dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej (XRT) (ang. X Ray Topography) to nieniszczące techniki obrazowania defektów makro i mikrostruktury kryształu. Oferują bogatą i różnorodną informację strukturalną oraz pozwala na wizualizację niektórych wad odlewniczych [79].

Istnieje wiele metod topografii rentgenowskiej. Interpretacja obrazów topografii jest niekiedy dość skomplikowana. W technice dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej próbka monokrystaliczna jest oświetlana wiązką promieniowania rentgenowskiego, a obrazy powstałe od wiązki ugiętej na płaszczyznach krystalicznych materiału rejestrowane są na specjalnych kliszach lub kamerach CCD (ang. charge-coupled device). Obrazy doskonałego kryształu bez defektów są zwykle jednorodne. Zmiany kontrastu są widoczne, gdy w kryształach występują defekty strukturalne. Zazwyczaj same defekty nie są bezpośrednio widoczne na obrazie dyfrakcyjnym, lecz widoczne są deformacje sieci krystalicznej otaczające wady.

W szeroko stosowanej odbiciowej geometrii Bragga uzyskuje się informacje o mikrostrukturze poprzez uzyskanie obszaru dyfrakcyjnego od powierzchni kryształu, Wiązka dyfrakcyjna „prezentuje” zwykle cienką warstwę przypowierzchniową o grubości od 1 do 10  $\mu\text{m}$ . W transmisyjnej geometrii Laue topografia uwidacznia litą mikrostrukturę kryształu, umożliwiając rejestrację obrazu nawet z głębokości kilku





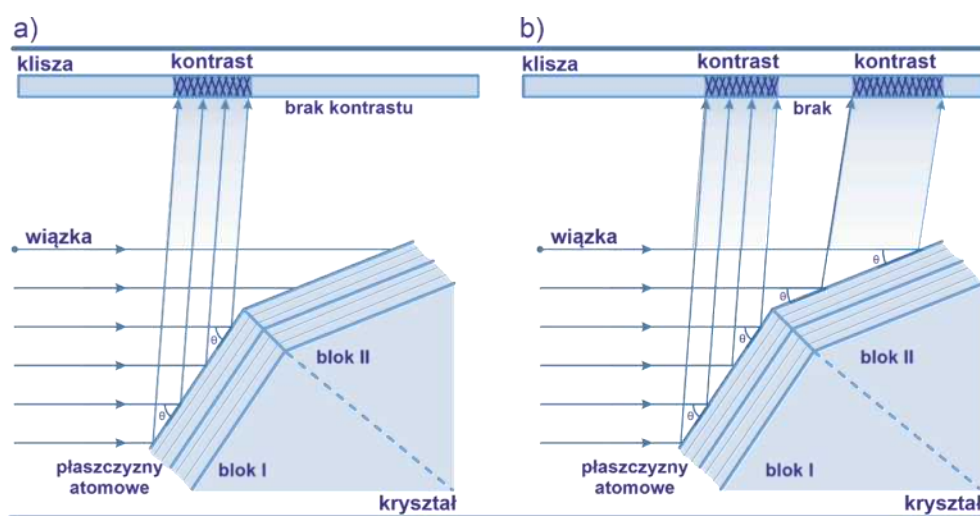
milimetrów materiału w przypadku mało zdefektowanych kryształów. Metody topografii rentgenowskiej oferują szeroki zakres informacji o kryształach, takich jak gęstość i rozkład dyslokacji, analiza wektorów Burgersa dyslokacji, rozkład niejednorodnego odkształcenia (spowodowanego obróbką termiczną lub zmianą stężenia zanieczyszczeń), struktura podziarna i mozaiki kryształu, kąty dezorientacji bloków, głębokość defektów pod powierzchnią oraz obecność pustek, faz wtórnych i bliźniaków. Zarówno w topografii transmisyjnej, jak i odbiciowej, widoczność defektów zależy od ich orientacji krystalicznej w stosunku do sieci przestrzennej. Metody dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej opierają się na fotograficznej rejestracji różnicy natężeń wiązki rentgenowskiej odbijanej przez doskonałe części kryształu oraz obszary sieci zaburzonej. Doskonały kryształ odwzorowuje się jako jednorodne zaczerwienie na materiale fotograficznym, podczas gdy w przypadku kryształów realnych obserwuje się zmiany natężenia wiązki spowodowane lokalnymi zmianami stałej sieci i orientacji płaszczyzn dyfrakcyjnych. Zmiany te są związane z charakterystycznymi polami naprężeń defektów krystalicznych.

W geometrii Lauego refleksy dyfrakcyjne zarejestrowane na dyfraktogramach nie mają jednakowego kontrastu. W idealnych warunkach dyfrakcji, regiony wysoce mozaikowe kryształu (obszary zawierające małe podziarna, lekko pochylone w stosunku do idealnego kryształu) będą ulegały dyfrakcji kinematycznej, podczas gdy prawie idealne obszary kryształu będą ulegały dyfrakcji dynamicznej. Dyfrakcja kinematyczna charakteryzuje się brakiem pierwotnych efektów ekstynkcji, które są kluczowe dla dyfrakcji dynamicznej. Efekty te, powstałe z interferencji między falami ugiętymi i padającymi, prowadzą do zmniejszenia intensywności ugiętej fali w idealnym niezdefektowanym kryształach w porównaniu do kryształu mozaikowego. Wzrost stopnia mozaiki zwiększa intensywność dyfrakcji. Różnica między intensywnościami dyfrakcyjnymi z regionu kryształu ulegającego dyfrakcji kinematycznej a regionem ulegającym dyfrakcji dynamicznej jest jednym ze sposobów, w jaki np. dyslokacje mogą być widoczne w topografii rentgenowskiej. Dyfrakcyjna intensywność jest czułą funkcją lokalnego zniekształcenia kryształu. Rodzaj kontrastu wynikający z określonego rodzaju zniekształcenia zależy również od warunków absorpcji w kryształach. Istnieje kilka wariantów rentgenowskiej topografii dyfrakcyjnej, różniących się typem kontrastu. Najczęściej spotykane są dwa rodzaje kontrastu stosowane w badaniach „stricte” monokryształów orientacyjny i ekstynkcyjny [71,72]:



## 11.1 Kontrast orientacyjny

Efekt ten jest bezpośrednim następstwem prawa Bragga i objawia się w różnie zorientowanych obszarach kryształu, nazywanych blokami mozaiki lub subziarnami (ang. subgrains). W skrajnych przypadkach dużej dezorientacji między subziarnami może wystąpić brak kontrastu dyfrakcyjnego w obszarach niespełniających warunku Bragga. Dla obszarów o niewielkiej dezorientacji kątowej, spełniających warunek Bragga w granicach rozbieżności wiązki lub oscylacji próbki, wiązki dyfrakcyjne z miejsc o różnych orientacjach będą miały różne kierunki. To prowadzi do lokalnego zwiększenia kontrastu w jednym miejscu topogramu i jego zaniku w innym (Rysunek 31).



Rysunek 31 Schemat powstawania kontrastu orientacyjnego od zdezorientowanych względem siebie bloków mozaiki: a)- promieniowanie monochromatyczne (rozbieżność wiązki < dezorientacja) blok II mozaiki nie spełnia warunku Bragga (brak odbicia); b)- promieniowania monochromatyczne (rozbieżność wiązki > dezorientacja) blok II mozaiki spełnia warunek Bragga (odbicie zachodzi w różnych kierunkach)[72]

## 11.2 Kontrast ekstynkcyjny

W przypadku zdefektowanego obszaru, innego niż lokalne zmiany orientacji krystalicznej, intensywność wiązki dyfrakcyjnej zależy od lokalnej zdolności rozpraszania wiązki rentgenowskiej. Kontrast ekstynkcyjny można opisać za pomocą kinematycznej i dynamicznej teorii dyfrakcji rentgenowskiej, gdzie natężenie kontrastu zależy od kwadratu modułu czynnika struktury  $|F|^2$ . Czynniki struktury  $F$  zależą od składu chemicznego, położenia atomów w komórce elementarnej, stopnia uporządkowania atomów dla roztworów stałych oraz lokalnych odkształceń sieci krystalicznej.

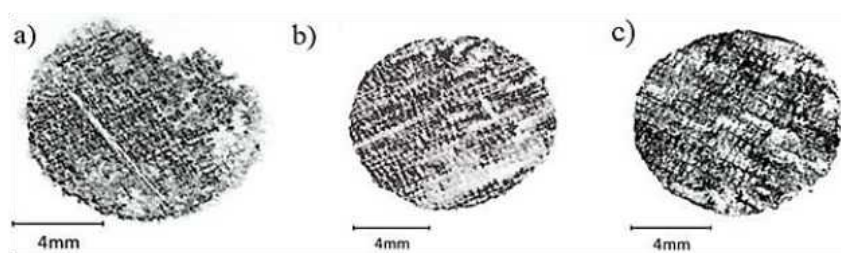
Topogramy rentgenowskie mogą być rejestrowane w dwóch geometriach odbicia: symetrycznego i asymetrycznego. Wybór geometrii zależy od orientacji krystalicznej



próbki względem badanej powierzchni. Symetryczne odbicie, gdzie płaszczyzny dyfrakcyjne leżą równoległe do badanej powierzchni próbki, a wektor dyfrakcji jest ułożony wzdłuż normalnej do powierzchni, jest idealne do uzyskania topogramów wysokiej jakości. Jednak nie odzwierciedla defektów związanych z lokalnym obrotem sieci krystalicznej (bloków mozaiki) wokół normalnej do badanej powierzchni. Asymetryczne odbicia umożliwiają obrazowanie defektów orientacyjnych (bloków mozaiki) związanych z lokalnym obrotem sieci względem normalnej do badanej powierzchni.

Obecnie stosuje się wiele modyfikacji metody topografii rentgenowskiej, różniących się charakterem wiązki pierwotnej (typ widma, geometria wiązki) oraz geometrią ruchu detektora (kliszy) i próbki. Wykorzystuje się także metody topografii z zastosowaniem kryształu monochromatora wiązki pierwotnej, które są bardzo czułe na wiele typów defektów, nawet przy niewielkim odkształceniu sieci w obszarach o wymiarach rzędu 100  $\mu\text{m}$ . W przypadku kryształów silnie zdefektowanych stosuje się mniej czułe metody, takie jak Berga-Barretta [72, 73] czy Auleytnera [72-74]. Pozwalają one na uwidocznienie różnorodnych defektów oraz lokalnych dezorientacji od kilku minut kątowych do kilku stopni. Zasady odbiciowej topografii rentgenowskiej zostały zaproponowane przez Berga, Barretta i Schulza [72-74].

W metodzie **Berga-Barretta** wykorzystywane jest promieniowanie charakterystyczne z ogniska liniowego, co pozwala uzyskać zdolność rozdzielczą rzędu kilku mikrometrów (Rysunek 32).

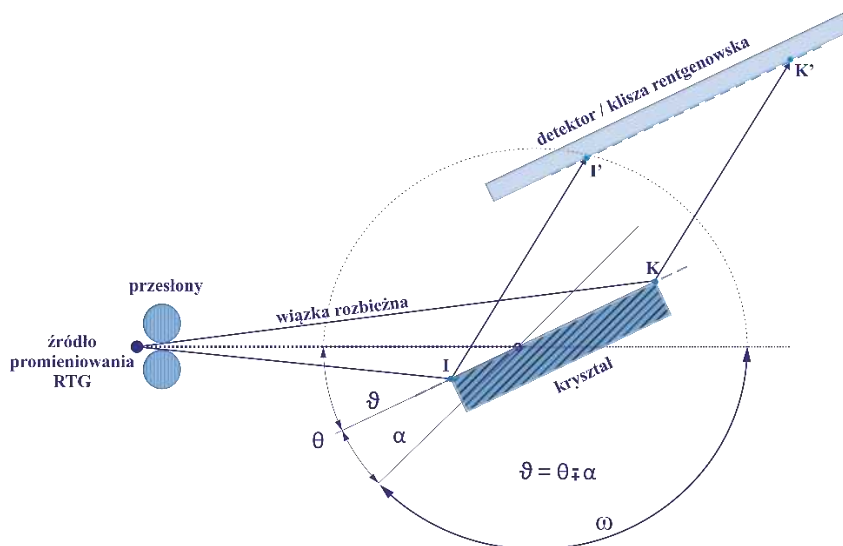


Rysunek 32. Topogramy rengenowskie przekrojów poprzecznych odlewu pręta z nadstopów niklowych uzyskanych metodą Berga-Barretta uzyskanego z różnymi prędkościami wyciągania, a)-1mm/min, b) 3mm/min, c) 5 mm/min [77-80]

Metoda oscylującego filmu, zaproponowana przez Auleytnera, wykorzystuje wiązkę rentgenowską promieniowania charakterystycznego ze mikroogniskowego źródła. Wiązka przechodzi przez wąską szczelinę i pada na kryształ, który może oscylować

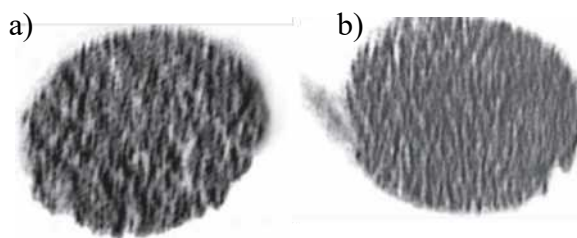


w sprzężeniu z detektorem bądź kliszą rentgenowska lub przy oscylacji kryształu nieruchomym detektorze/kliszy rentgenowskiej (Rysunek 33).



Rysunek 33. Schemat topografii rentgenowskiej w geometri Auleytnera [77]

Metodę tę zastosowano do badania struktury mozaikowej, granic nisko kątowych i gęstości dyslokacji. Na rysunku 40 przedstawiono topogramy rentgenowskie przekrojów poprzecznych prętów odlanych z nadstopu CMSX-4 uzyskane w metodzie Auleytnera a) z oscylacją kliszy i próbki, b) z oscylacją jedynie próbki (Rysunek 34).



Rysunek 34 Topogramy rentgenowskie przekrojów poprzecznych dla prętów odlanych z nadstopu typu CMSX-4 uzyskanych metodą Aulaytnera, a) z zastosowaniem oscylacji kliszy i próbki, b) z oscylacją jedynie próbki [77-80]

Podsumowując, techniki dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej są nieocenionym narzędziem do badań monokryształów, umożliwiając określenie wielu parametrów strukturalnych, w tym zdefektowania materiału. Adaptując te techniki do badań struktury omonokrystalicznych łopatek lotniczych i posiłkując się literaturą, wyselekcjonowano metodę Auleytnera pozwalającą na wizualizację na jednym topogramie zarówno obszarów o dezorientacji kątowej rzędu kilku stopni jak i kilku minut kątowych. Wykonanie odpowiednio spreparowanych zglądów metalograficznych z wybranych



obszarów łopatek powinno pozwolić na wystarczająco obrazowanie wewnętrznej struktury łopatek monokrystalicznych [77-81].

Krystalizacja, a zatem i defekty strukturalne zamka i pióra łopatki są różne. Bieże się to z faktu, iż zamek jest masywny, a pióro jest cienkie. W cienkościennym piórze wpływ bocznych ścianek formy odlewniczej na tworzenie defektów podczas krystalizacji jest znacznie silniejszy niż w masywnym zamku. Zbadanie niejednorodności rozkładu orientacji krystalicznej i struktury całej konstrukcji łopatki wykracza poza zakres jednej pracy doktorskiej. W obecnej dysertacji zdecydowano ograniczyć się do badań masywnego zamka, gdzie istnieją obszary ustalonej krystalizacji o małym stężeniu lokalnych zmian. Dzięki obecności takich obszarów łatwiej zaobserwować eksperymentalne defekty. Obszary ustalonej krystalizacji mogą służyć jako obszary odniesienia. W cienkim piórze ograniczonym dwoma bocznymi, spiralnie skręconymi ściankami formy krystalizacja ma cały czas charakter nieustalony.

## *Podsumowanie studium Literatury*

Stażość parametru sieciowego jest kluczowa dla przewidywalności zachowania materiału w ekstremalnych warunkach eksploatacyjnych. Zmiany w parametrach sieciowych mogą wpływać na naprężenia wewnętrzne, a w konsekwencji na wytrzymałość mechaniczną i trwałość nadstopów. Porównanie CMSX-4 i CMSX-6 pod kątem stabilności parametru sieciowego jest istotne, ponieważ może ujawnić lokalne różnice wynikające z różnic stężeń dodatków stopowych. Pomimo licznych badań nad nadstopami niklu, w literaturze brakuje bezpośrednich porównań rozkładów przestrzennych parametru sieci fazy  $\gamma'$ . CMSX-4 i CMSX-6. Oba te stopy są szeroko stosowane, jednak różnice w ich strukturze, orientacji krystalicznej i parametrach sieciowych nie zostały systematycznie zestawione i przeanalizowane. Bezpośrednie porównanie tych nadstopów jest zatem uzasadnione i konieczne dla zrozumienia, jak różne dodatki stopowe i procesy technologiczne wpływają na rozkład przestrzenny orientacji krystalicznej, morfologię i właściwości. Takie badania mogą prowadzić do lepszej optymalizacji składu chemicznego i procesów produkcyjnych, co z kolei może skutkować poprawą wydajności i trwałości komponentów wykonanych z tych materiałów. Badania nad nadstopami niklu typu CMSX-4 koncentrowały się głównie na ich strukturze. Jednak wpływ dodatków stopowych, takich jak ren (Re), wolfram (W), tantal (Ta) i glin (Al) na lokalne zmiany orientacji krystalicznej oraz składu chemicznego w odlewach zamków łopatek, nie został jeszcze dokładnie określony. Lokalne zmiany powstają w miejscach nagłych zmian przekroju poprzecznego, takich jak połączenia selektora i zamka, gdzie front krystalizacji nagle wzrasta, oraz w pobliżu granic niskiego kąta. Przestrzenne rozkłady orientacji krystalicznej mogą być analizowane za pomocą dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej oraz metody  $\Omega$ -scan. Lokalne zmiany parametru sieci fazy  $\gamma'$ , wykrywane metodą  $\Omega$ -scan, mogą ujawniać niejednorodności rozkładu dodatków stopowych i być identyfikowane za pomocą skaningowej oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Przeprowadzone studium literatury jasno wykazuje, że porównanie nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6 pod względem struktury, orientacji krystalicznej oraz stałości parametru sieciowego jest nie tylko uzasadnione, ale również konieczne. Brak bezpośrednich porównań w literaturze stanowi lukę wiedzy, którą należy wypełnić, aby umożliwić dalszy rozwój i optymalizację tych kluczowych materiałów.

## Teza rozprawy doktorskiej

Na podstawie doniesień literatury dotyczącej struktury, defektów oraz orientacji krystalicznej odlewów monokrystalicznych nadstopu niklu CMSX-6 i CMSX-4 przyjęto hipotezę, że:

*„Dodatkowe składniki stopowe Re, W obecne w nadstopach CMSX-4 drugiej generacji istotnie zmieniają niejednorodność orientacji krystalicznej i struktury zamków łopatek monokrystalicznych w porównaniu do zamków łopatek nadstopów CMSX-6 pierwszej generacji.*

*Porównanie zamków monokrystalicznych łopatek tych dwóch nadstopów pozwoli na określenie tendencji zmian niejednorodności krystalicznej i struktury w zamkach monokrystalicznych łopatek następnych, kolejnych generacji, w których zawartość Re i W jest zwiększana.”*

# Cel i zakres pracy

*Głównym celem badań była charakterystyka porównawcza przestrzennych rozkładów składowych orientacji krystalicznej oraz parametru sieci fazy  $\gamma'$  w zamkach monokrystalicznych łopatek nadstopów CMSX-6, oraz nadstopu CMSX-4 wzbogaconego o te pierwiastki. Taka charakterystyka pozwoliłaby na określenie wpływu wzrostu stężenia tych składników stopowych na umiejscowienie i charakter lokalnych zmian orientacji krystalicznej struktury  $\gamma/\gamma'$  oraz struktury dendrytycznej w zamkach monokrystalicznych łopatek.*

Dodatkowym celem było określenie charakteru związku między lokalnymi zmianami orientacji krystalicznej a stężeniem dodatków stopowych w obszarach granic niskiego kąta i w obszarach zamka łopatek związanych z geometrią jego połączenia z selektorem

Analiza rozkładu przestrzennego orientacji oraz parametru sieci fazy  $\gamma'$  metodami dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej oraz mapowania orientacji metodą  $\Omega$ -scan, może być uzupełniona przez badania metodami mikroskopii elektronowej lokalnych różnic składu chemicznego. Mikroskopia elektronowa pozwala na określenie obszarów wskazywanych przez powyższe metody

Nowoczesne techniki mikroskopii elektronowej i spektroskopii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego, umożliwiają precyzyjne badanie struktury oraz składu chemicznego poszczególnych faz nadstopów oraz poszczególnych obszarów dendrytów.

Analiza porównawcza umiejscowienia lokalnych zmian orientacji krystalicznej i parametru sieci  $a_0$  odlewów nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6 ma na celu zrozumienie mechanizmów tworzenia defektów w odlewach łopatek i ich związku z dodatkami stopowymi.



Aby zrealizować cele badawcze pracy niezbędnym było:

- Opracowanie ścieżki badawczej i adaptacja metod badawczych, takich jak dyfrakcyjna topografia rentgenowska oraz mapowanie orientacji metodą  $\Omega$ -scan do analizy niejednorodności orientacji i struktury w zamkach nadstopów niklu (Rysunek 35).
- Wybranie odpowiednich obszarów i płaszczyzn cięcia łopatek do przygotowania zglądów metalograficznych zamków.
- Opracowanie i stworzenie najefektywniejszej ścieżki preparatyki dostosowanej do wymagań poszczególnych metod badawczych.
- Uzupełnienie badań orientacji: Wykonanie dodatkowych badań metodami mikroskopii elektronowej w celu charakterystyki strukturalnej i fazowej.
- Analiza i opracowanie wyników: Przeprowadzenie analizy porównawczej uzyskanych wyników i opracowanie wniosków.



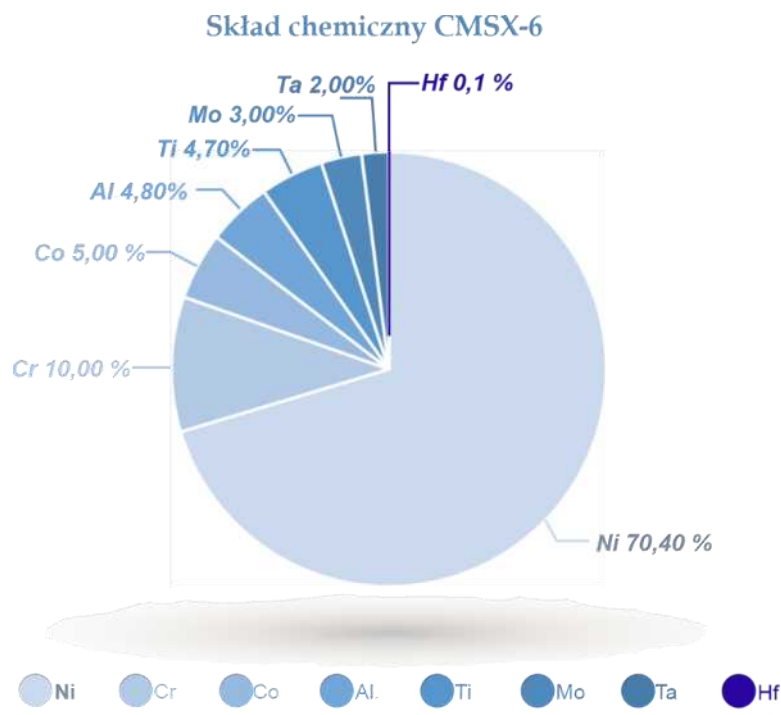
Rysunek 35. Schemat procedury ścieżki badawczej [opracowanie własne]

# *Material badań i metodyka badawcza*



## 12. Material badań

Badania przeprowadzono na precyzyjnych odlewach monokrystalicznych (SX) dwóch rodzajów nadstopów na bazie niklu: CMSX-6 (I generacji) i CMSX-4 (II generacji), produkowanych przez Cannon-Muskegon Corporation (USA). Te skomercjalizowane stopy, objęte ochroną patentową, są przeznaczone do odlewania skomplikowanych monokrystalicznych komponentów turbin 1. i 2. stopnia części gorącej silników lotniczych. Gotowe odlewy łopatek zostały dostarczone przez Laboratorium Badań i Materiałów dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej, WSK „PZL Rzeszów” S.A. oraz ALD Vacuum Technologies GmbH w Hanau. Proces zalewania form ceramicznych przeprowadzono przy temperaturze ciekłego stopu  $\approx 1793$  K. Skład chemiczny nadstopu CMSX-6 przedstawiono na wykresie (Rysunek 36) [15,71-74].



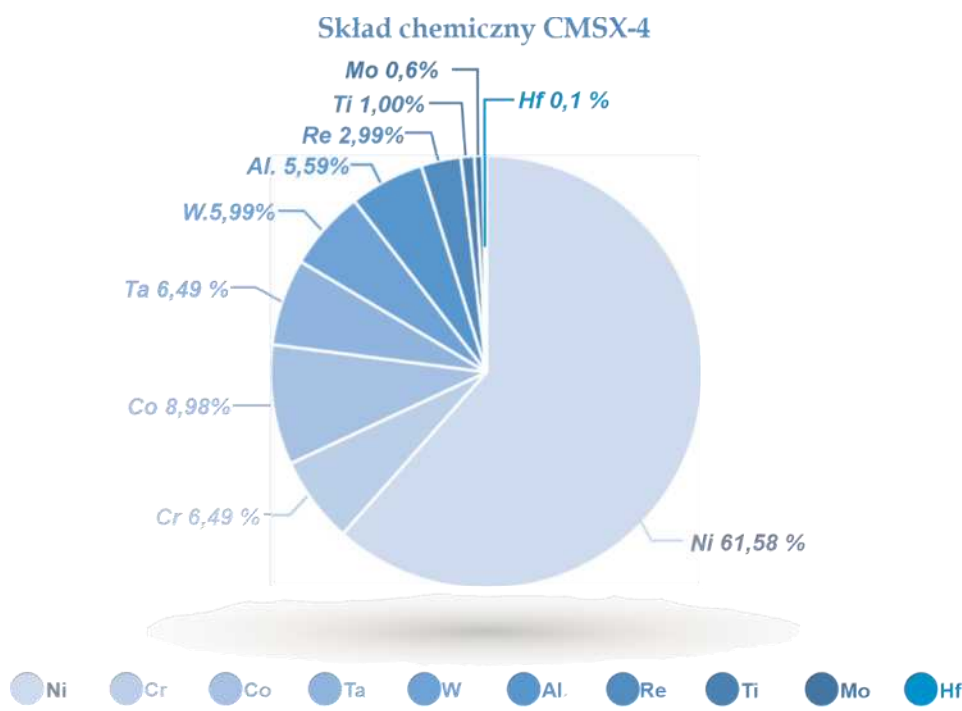
Rysunek 36 .Skład chemiczny nadstopu CMSX-6 (w% wag)

Nadstop na bazie niklu o kompozycji chemicznej przedstawionej na wykresie 1 (w % wag.) CMSX jest znakiem towarowym firmy Cannon-Muskegon Corporation. CMSX-6 należy do pierwszej generacji (cRe = 0%) nadstopów niklowych, przeznaczonych do jednoziarnistych elementów turbin wysokotemperaturowych. Jest to nadstop o małej gęstości, wzmocniony wytrącaniem twardych i kruchych cząstek sub-mikrometrowych fazy  $\gamma'$  w bardziej plastycznej osnowie fazy  $\gamma$ . Stop ten jest pozbawiony węgla i niemal wolny od pierwiastków stabilizujących



granice ziaren, takich jak Hf i Zr, co podnosi temperaturę topnienia i wytrzymałość na pełzanie w wysokiej temperaturze [73,74].

W technologii nadstopu CMSX-4 udoskonalono stabilność strukturalną w wysokich temperaturach poprzez dodatek renu, zwiększenie zawartości kobaltu oraz pierwiastków trudno topliwych, takich jak wolfram i tantal. Dodatkowo, uzyskanie około 70% (objętościowo) udziału fazy  $\gamma'$  w stopie przyczyniło się do poprawy wytrzymałości. Skład chemiczny stopu CMSX-4 w procentach masowych przedstawiono na wykresie (Rysunek 37), co pozwala na pracę komponentów w temperaturze do 1436,15 K [74,75].



Rysunek 37. Skład chemiczny nadstopu CMSX-4 (w % wag.)

Analizując właściwości odlewnicze stopu CMSX-4, można zauważyć, że charakteryzuje się przeciętnymi właściwościami, zwłaszcza przy procesach odlewniczych z dużymi gradientami temperatury. Niemniej jednak, CMSX-4 wyróżnia się dobrą wytrzymałością w wysokiej temperaturze do około 1443,15 K oraz niskim kosztem w porównaniu z nowszymi generacjami nadstopów. Właściwości nadstopów wynikają z doboru odpowiednich składników stopowych. Celem badań jest porównanie doskonałości strukturalno-krytalograficznej dwóch najbardziej rozpowszechnionych i stosunkowo tanich nadstopów, CMSX-6 i CMSX-4, które zachowują dobre parametry wytrzymałościowe. Badania koncentrują się na wpływie dodatków stopowych



charakterystycznych dla przedstawicieli I i II generacji nadstopów na bazie niklu. Zmiany między tymi nadstopami przedstawiono w tabeli poniżej (Tabela 2) [73-75].

Tabela 2 Różnice składu chemicznego CMSX-4 względem nadstopu CMSX-6 z uwzględnieniem reguły Vegarda [15,71-75]

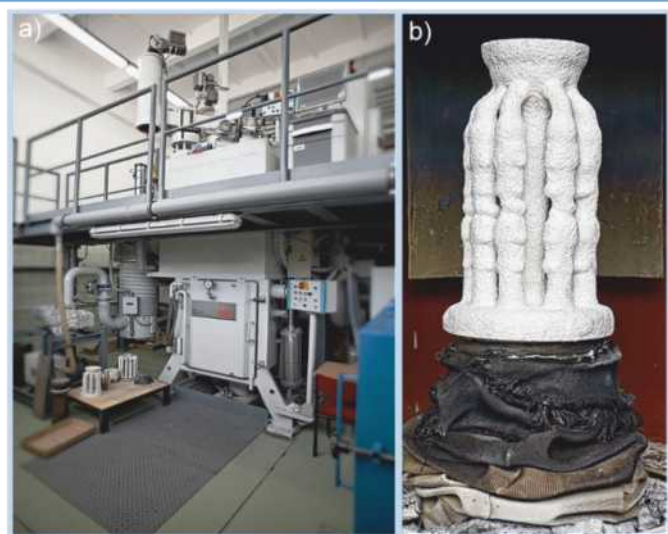
€ CMSX-6			€ CMSX-4			€ Δ% <sub>(SX-4 w.rtl. SX-6)</sub>			wsp. Vegarda		Średnica at. wzgl[%]	Δ[at%]	
Składnik stopowy	at %	wt %	Składnik stopowy	at %	wt %	Składnik stopowy	at %	wt %	Składnik stopowy	γ'	γ	Ni	SX-4 w.rtl. SX-6
Al	9,9	4,80	Al	12,72	5,59	Al	+1,57	+4,49	Al	+0,500	+0,179	+6	+1,57
Ti	5,47	4,70	Ti	1,28	1,00	Ti	-4,2	-3,7	Ti	+0,258	+0,422	+9	-4,2
Cr	10,7	10,00	Cr	7,66	6,49	Cr	-3,09	-1,02	Cr	-0,004	+0,11	+3	-3,09
Co	4,72	5,00	Co	9,36	8,98	Co	+4,57	+1,49	Co	-	-	+1	+4,57
Ni	66,85	70,40	Ni	63,37	61,58	Ni	-4,86	-8,91	Ni	-	-	0	-4,86
Mo	1,74	3,00	Mo	0,38	0,60	Mo	-1,7	-2,4	Mo	+0,308	+0,475	+12	-1,7
Hf	0,003	0,10	Hf	0,034	0,30	Hf	=	+0,29	Hf	-	-	-	+0,29
Ta	0,62	2,00	Ta	2,20	6,49	Ta	+1,57	+4,49	Ta	+0,500	+0,700	+18	+1,57
Total	100	100	W	2,00	5,99	Re	0,99	2,99	W	+1,94	+0,444	+13	+1,99
			Total	100	100	Re			Re	+0,262	+0,441	+10	+0,98

\*dodatki stopowe nie wchodzące w skład chemiczny CMSX-6

Główne kryteria doboru materiałów na odlewy obejmują komercyjne zastosowanie w przemyśle lotniczym, konfigurację chemiczną nadstopów (bez węgla), podatność na tworzenie mikro wad odlewniczych oraz dużą reaktywność w stanie stałym. Badania nad monokrystalicznymi odlewami z nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 obejmowały doskonałość struktury dendrytycznej, orientację krystalograficzną, kompozycję fazową stopu, wady odlewnicze oraz zdefektowanie strukturalne, ze szczególnym uwzględnieniem granic nisko kątowych (LAB). Badano, czy komponenty wykonane techniką kierunkowej krystalizacji metodą Bridgmana z użyciem selektorów śrubowych spełniają dopuszczalne wartości odchylenia kierunku [001] od osi (mniejsze niż 15°). Odlewy miały postać całych łopatek w różnych rozmiarach, wykonanych przy prędkościach wyciągania formy z pieca wynoszących 1 mm/min oraz 3 mm/min. Następnie poddano je dalszej preparatyce. Kierunkowe odlewanie (krystalizacja) monokrystalicznych łopatek turbiny lotniczej odbywało się metodą Bridgmana w piecu ALD VIM-IC 2 E – DS/SC w Laboratorium Badań dla Przemysłu Lotniczego Politechniki Rzeszowskiej (Rysunek 38). Komora grzewcza składała się z dwóch grzejników o średnicy 300 mm, a chłodzona wodą miedziana podstawa o średnicy 250 mm była umieszczona pod komorą grzewczą. Stop przed



zalewaniem był wygrzewany w temperaturze 1793,15 K przez około 30 minut. Prędkości wyciągania formy ze strefy grzewczej wynosiły 1 oraz 3 mm/min. (Rysunek 38).



Rysunek 38. Pracownia krystalizacji kierunkowej i monokryształacji politechniki Rzeszowskiej, a) piec próżniowy ALD VIM-IC2 E/DS/SC do krystalizacji kierunkowej monokryształu, b) forma ceramiczna przed procesem krystalizacji wewnątrz strefy grzania (opracowanie własne)

## *12.1. Preparatyka zglądów metalograficznych*

Prawidłowe i staranne przygotowanie próbek do badań jest kluczowe dla uzyskania dokładnych wyników. Wysokiej jakości preparatyka zapobiega nadinterpretacji wyników, które mogą prowadzić do błędnych wniosków. Większość wybranych metod badawczych jest wrażliwa na niedoskonałości i nierówności powierzchni badanej. Na przykład, zakłócenia powierzchni mogą powodować efekt rozmycia kontrastu w metodach dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej, a w przypadku metody EBSD mogą zakłócać detekcję pasm Kikuchi, co przekłada się na niedokładność wyników. Przygotowanie powierzchni nadstopów niklowych jest podobne do stali austenitycznych, ale wymaga uwzględnienia dużej twardości materiału oraz różnic w twardości między umocnieniami a osnową. Ważne jest również kontrolowanie siły docisku, aby ograniczyć dodatkowe naprężenia w warstwie wierzchniej, które mogą zakłócać wyniki pomiarów.

Cięcia monokrystalicznych odlewów dokonano za pomocą niskoprądowej wycinarki elektroiskrowej Servomet SMD marki Metals Research Ltd. (GB). Urządzenie to wykorzystuje efekt erozji elektrycznej, gdzie mikrosekundowe przeskoki iskrowe między katodą (miedziana płytką 0,1 mm lub perforowana rurka 3 mm) a obrabianym



komponentem, zachodzą w nafcie. Powierzchnie uzyskane tą metodą charakteryzują się dużą dokładnością i małą chropowatością, z minimalnymi zmianami przypowierzchniowymi do 100  $\mu\text{m}$ . Przy dużych przekrojach łopatek lotniczych używano precyzyjnej przecinarki tarczowej Struers Accutom-5, z możliwością minimalnego przesuwu 0,005 mm/sec, chłodzonej wodą. Metoda ta może jednak wprowadzać dodatkowe naprężenia powierzchni cięcia. Alternatywnie zastosowano elektroiskrową wycinarkę z miedzianym drutem o przekroju 0,01 mm, chłodzoną wodą.

Proces przygotowania powierzchni:

- Cięcie: Elektroiskrowa wycinarka i precyzyjna przecinarka tarczowa.
- Szlifowanie: Rozpoczynano na wodnych papierach ściernych SiC, aby usunąć osady odlewnicze, zgorzelinę i pył formierski. Gradacje: 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500. Każdy etap trwał około 210 sekund przy prędkości 250 obr./min, aż do uzyskania jednolitego rozłożenia
- Szlifowanie końcowe: Ręczne szlifowanie na papierze gradacji 2000 z minimalnym dociskiem.
- Polerowanie wykonywano na suknach polerskich Struers Md-Chem z zawiesinami diamentowymi DP-suspension P (15  $\mu\text{m}$ , 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$ , 0,25  $\mu\text{m}$ ) oraz sztyftem polerskim DP-Stick P Struers. Prędkość obrotowa wynosiła 50 obr./min przez około 300 sekund, z dociskiem 10 N.

W automatycznej polerce stosowano oscylacyjny ruch próbki na kauczukowych tarczach, aby zapobiec wykruszaniu cząstek fazy o różnej twardości lub zaobleniu krawędzi. Optymalne wyniki uzyskano przy ruchu uchwytu w kontrze do ruchu tarczy polerskiej, z zachowaniem podobnych prędkości obrotowych.

- Przed badaniem metodą EBSD, stosowano polerowanie z użyciem koloidalnej zawiesiny tlenku krzemu o gradacji 0,04  $\mu\text{m}$  na polerce wibracyjnej lub automatycznej z płótnem MD-Chem marki Struers.

Procedurę przygotowania powierzchni przedstawiono w tabelach poniżej [Tabela 3] oraz [Tabela 4].



Tabela 3. Proces preparatyki zglądów metalograficznych- szlifowanie

Parametr technologiczny		SZLIFOWANIE					
Ścierniwo	Rodzaj ścierniwa	papier ścierny	papier ścierny	papier ścierny	papier ścierny	papier ścierny	papier ścierny
	Materiał Ścierniwa	SiC	SiC	SiC	SiC	SiC	SiC
	Gradacja	400	600	800	1000	1200	1500
	Lubrykant	woda	woda	woda	woda	woda	woda
Polerka	Siła docisku [N]	10	10	10	10	10	10
	Prędkość tarczy Obr/min	200	200	200	200	200	200
	Prędkość głowicy Obr/min	125	125	125	125	125	125
	Kierunek obrotu tarcza / głowica	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny
	Czas [min]	do połysku metalicznego	2	2	3	3	2

Tabela 4. Proces preparatyki zglądów metalograficznych- polerowanie

Parametr technologiczny		POLEROWANIE				
Ścierniwo	Rodzaj ścierniwa	Struers MD-Chem	Struers MD-Chem	Struers MD-Chem	Struers MD-Chem	Struers MD-Chem
	Materiał Ścierniwa	DP suspension P	DP suspension P	DP suspension P	DP suspension P	DP-Stick P
	Gradacja	15µm	6 µm	3 µm	1 µm	1/4 µm
	Lubrykant	MetalDi Fluid	MetalDi Fluid	MetalDi Fluid	MetalDi Fluid	MetalDi Fluid
Polerka	Siła docisku [N]	10	10	10	10	10
	Prędkość tarczy Obr/min	75	75	75	75	75
	Prędkość głowicy Obr/min	50	50	50	50	50
	Kierunek obrotu tarcza / głowica	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny	Przeciwny
	Czas [min]	10	6	6	3	3





Przy pełnych przekrojach zamków łopatek, uzyskanie równej, mało chropowatej powierzchni jest utrudnione. Zastosowanie technik polerowania elektrolitycznego okazało się skutecznym rozwiązaniem. Metoda ta opiera się na chemicznym wykańczaniu powierzchni, gdzie metal jest usuwany jon po jonie. Główne zalety polerowania elektrolitycznego to:

- Zmniejszenie mikro chropowatości powierzchni: Redukuje ryzyko przylegania brudu i osadów oraz ułatwia czyszczenie.
- Uzyskanie jednolitej, metalurgicznie czystej powierzchni: Eliminuje efekty polerowania mechanicznego, takie jak naprężenia mechaniczne i cieplne oraz wbite cząstki.
- Brak mechanicznego, cieplnego i chemicznego oddziaływania na powierzchnię: Bezpieczna metoda dla delikatnych elementów o różnych kształtach i rozmiarach.
- Głębokie anodowe pasywowanie powierzchni: Zwiększa odporność na korozję.

Polerowanie elektrolityczne jest jedną z najbardziej zaawansowanych technik elektrochemicznej obróbki powierzchni metalu, obok galwanizacji. Celem jest wygładzenie powierzchni i jednocześnie zabezpieczenie przed korozją. (Rysunek 39)[76,77].



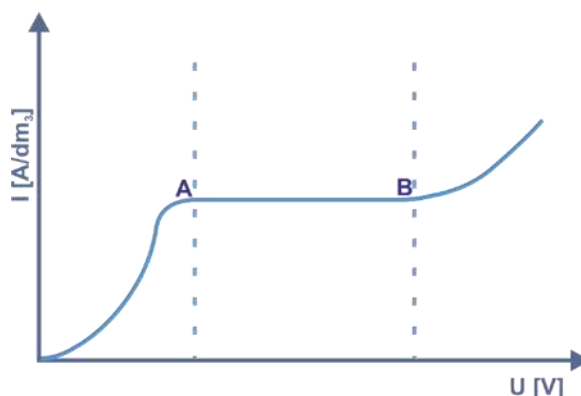
Rysunek 39. Schemat prawidłowego przebiegu procesu polerowania elektrolitycznego [opracowanie własne]



Proces elektro-polerowania nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 został zoptymalizowany, aby uzyskać powierzchnie o najwyższej jakości. Parametry prądowo-napięciowe mieściły się w zakresie:

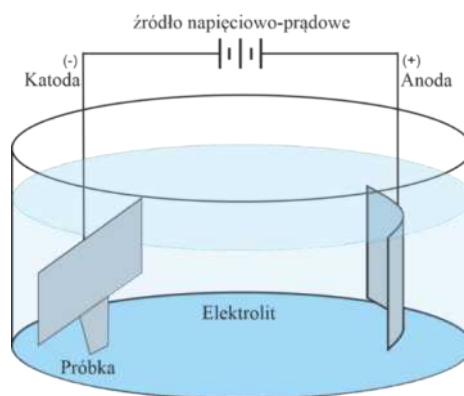
- Napięcie: 10,3 ~ 12 V
- Prąd: 0,19 ~ 0,49 A

Do procesu zastosowano dwuskładnikowy elektrolit na bazie kwasu nadchlorowego: Electrolyte A2 marki Struers. Aby stabilizować proces i kontrolować gęstość prądu, przeprowadzono go w obniżonej temperaturze, otaczając elektrolit alkoholem schłodzonym ciekłym azotem. Temperatura elektrolitu znacząco wpływa na jakość i efektywność polerowania. Wzrost temperatury zwiększa gęstość prądu i wydajność procesu, ale jednocześnie może zmniejszać grubość warstwy lepkiej, co może prowadzić do trawienia zamiast polerowania (Rysunek 40).



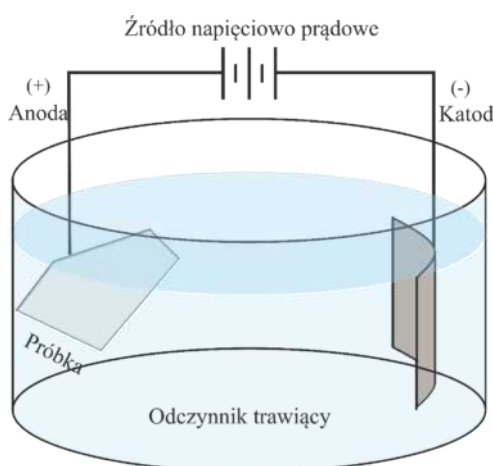
Rysunek 40. Schemat doboru parametrów polerowania elektrolitycznego [opracowanie własne]

Próbki przygotowane według schematu procesu polerowania elektrolitycznego (Rysunek 41) spełniały wszystkie kryteria dokładności i braku chropowatości powierzchni. Dzięki temu uzyskano reprezentatywne dane z metod dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej oraz mikroskopowych metod badań orientacji za pomocą przystawki do EBSD (Rysunek 41).



Rysunek 41. Schemat układu zaadoptowanego do procesu polerowania elektrolitycznego [opracowanie własne]

Aby uwidocznić charakterystyczne elementy mikrostruktury nadstopów CMSX-4 i CMSX-6, przygotowane zgłady poddano trawieniu elektrochemicznemu. Metoda ta jest bardziej kontrolowalna niż standardowe trawienie chemiczne, które może łatwo prowadzić do przetrawienia i uszkodzenia powierzchni próbki. W tej metodzie próbka jest anodą, a siateczka platynowa lub płytka ze stali nierdzewnej katodą. Proces aktywuje się przez przyłożenie zewnętrznego źródła napięciowo-prądowego, co umożliwia równomierne wytrawienie powierzchni i łatwą kontrolę procesu. Trawienie przeprowadzono w roztworze zawierającym 85% kwasu fosforowego, 65% kwasu azotowego oraz 95-97% kwasu siarkowego, przy napięciu 6V DC przez kilkanaście sekund. Schemat metody przedstawiono poniżej (Rysunek 42).



Rysunek 42. Schemat układu zaadoptowanego do procesu trawienia elektrochemicznego [opracowanie własne]

Powierzchnie uzyskane poprzez trawienie elektrochemiczne są odpowiednie do obserwacji mikroskopowych, charakterystyki faz mikrostruktury oraz badań



za pomocą dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej, zapewniając wysoką jakość w całej objętości badanej próbki [76,78].

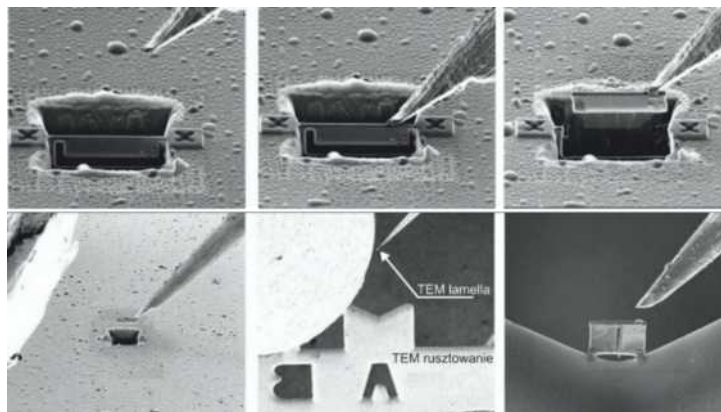
## *12.2. Preparatyka cienkich folii*

Badania na transmisyjnym mikroskopie elektronowym (TEM) wymagają specyficznej preparatyki próbek, tzw. cienkich folii, które muszą spełniać określone wymogi dotyczące wymiarów i kształtu. Jedną z głównych metod ich przygotowania jest technika skoncentrowanej wiązki jonowej (ang. Focused Ion Beam), która umożliwia uzyskanie cienkich folii z lokalnych obszarów próbki z dokładnością do kilku mikrometrów. Jest to szczególnie przydatne przy badaniu różnic atomowych na granicach faz oraz dezorientacji i zaburzeń strukturalnych w monokrystalicznych odlewach. FIB pozwala także na przygotowanie folii z małych próbek, jak np. proszki kompozytowe o granulacji do 0,5 mm i przyspiesza proces w porównaniu z tradycyjnymi metodami.

Technika FIB charakteryzuje się jednak ograniczoną wydajnością cięcia jonami Ga<sup>+</sup>, co powoduje, że uzyskane folie mają małe, mikronowe rozmiary, a pole obserwacji jest ograniczone. Proces przygotowania cienkich folii za pomocą FIB odbywa się etapami: najpierw nanoszony jest maskujący pasek platyny na pożądaną obszar, a następnie zogniskowana wiązka jonów Ga<sup>+</sup> usuwa materiał po obu stronach paska Pt. Rozróżnia się trzy sposoby cięcia i pobierania próbek: technika „H-bar”, technika ex-situ oraz technika in-situ. Pierwsza metoda, technika „H-bar”, polega na wykonaniu cięcia na brzegu cienkiej płytki, tworząc okienko. Wymaga to wstępnego wycięcia płytki o wymiarach 2,5 mm × 1,0 mm × 0,5 mm, następnie jej mechanicznego polerowania przy użyciu „TRIPOD” w celu uzyskania równoległych powierzchni o grubości około 100 μm. Płytkę jest następnie przyklejana do miedzianej siateczki i ścieniana za pomocą zogniskowanej wiązki jonów galu (FIB). Ograniczeniem tej metody jest trudność w polerowaniu materiałów kruchych i wrażliwych na zanieczyszczenia powierzchni. Kolejne dwie techniki, ex-situ i in-situ, nie wymagają mechanicznego polerowania, gdyż preparatyka cienkiej folii odbywa się bezpośrednio w komorze FIB. W technice ex-situ folia jest pobierana na zewnątrz komory za pomocą igły szklanej, co wymaga dużej zręczności operatora. W technice in-situ wszystkie operacje, w tym przyspawanie wolframem wyciętej lameli do igły wolframowej, odcięcie folii, przeniesienie i przyspawanie do siatki miedzianej oraz odcięcie igły, odbywają się wewnątrz komory. Folie przygotowane za pomocą FIB są idealne do pomiarów pojedynczych orientacji

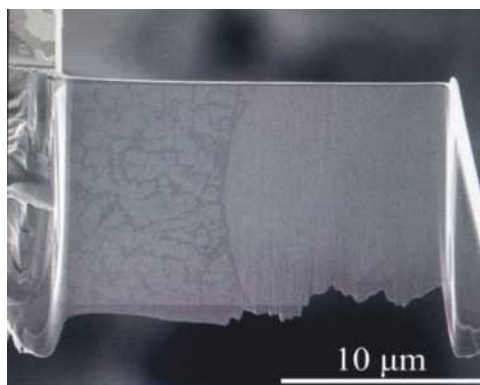


dzięki równoległości powierzchni. Inne metody, jak polerowanie elektrochemiczne czy ścienianie jonowe, mogą powodować deformacje obrazu z powodu zmienności grubości folii w okolicy otworu. Proces otrzymywania cienkich folii ilustruje *Rysunek 43*.



*Rysunek 43. Przykładowe obrazy mikroskopowe procesu pozyskania cienkiej folii za pomocą metody FIB*

Metoda uzyskiwania cienkich folii za pomocą FIB została zaadaptowana do przygotowania preparatów dla nadstopów CMSX-4 i CMSX-6, obejmując zarówno zglądy poprzeczne, jak i wzdłużne, przy uwzględnieniu różnych prędkości wyciągania z pieca. Używając skoncentrowanej wiązki jonów, uzyskano serię cienkich folii o wymiarach  $20 \times 20 \mu\text{m}$ . Końcowy wygląd gotowego preparatu przedstawiono na *Rysunek 44*.



*Rysunek 44. Mikrofotografia wyciętej lamelki*

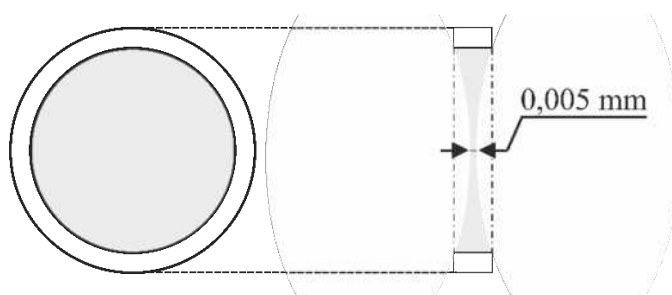
### 12.3. Polerowanie elektrochemiczne

Drugą metodą wytwarzania cienkich folii dla nadstopów CMSX-4 oraz CMSX-6 było polerowanie elektrochemiczne. Metoda ta cechuje się szybkością, równomiernością folii oraz eliminacją naprężeń powierzchniowych. Trudności obejmują dopasowanie



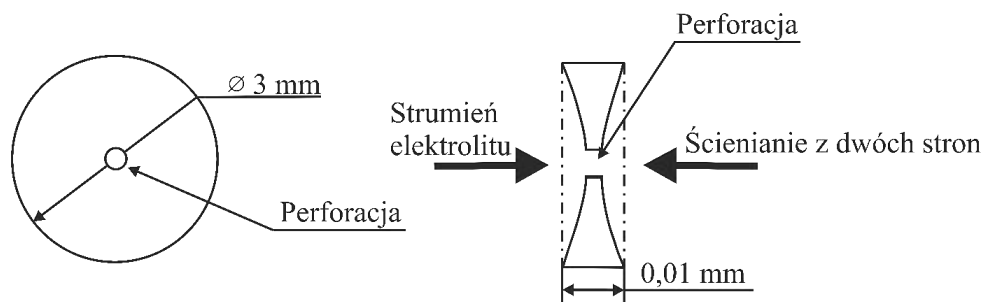
odpowiednich parametrów prądowych, uzyskanie perforacji w docelowym miejscu oraz kontrolę naprężeń powierzchniowych podczas ścieniania próbki.

Proces rozpoczyna się od wycięcia plasterka materiału o grubości 200-250  $\mu\text{m}$  z przygotowanego wcześniej zglądu metalograficznego przy użyciu piły diamentowej. Na metodę składa się zespół procesów, które standardowo prowadzą do uzyskania cienkiego fragmentu materiału. Po otrzymaniu elementu, ścierano go mechanicznie na papierze ściernym do grubości 100-150  $\mu\text{m}$ . Następnie z plastra wycięto krążek o średnicy 3 mm za pomocą drążarki elektroiskrowej lub nożyc wielokrążkowej, zawierający docelowy obszar monokryształu. Użycie nożyc było szybsze, ale mogło prowadzić do niedoskonałości i mikrouszkodzeń oraz wprowadzać dodatkowe naprężenia. Te wady mogą powodować szybsze polerowanie obszarów z koncentracją naprężeń i perforację poza pożądanym obszarem. Metoda elektroiskrowa jest wolniejsza, ale wolna od tych wad. Następnie krążek poddano obustronnemu ścinaniu na grundlerze „Dimpling Grinder MODEL 200” firmy „Fischione Instruments”, uzyskując cienką folię o kształcie wklęsłej soczewki z grubością ścianki w miejscu największego przewężenia około 5(2)  $\mu\text{m}$ . (Rysunek 45).



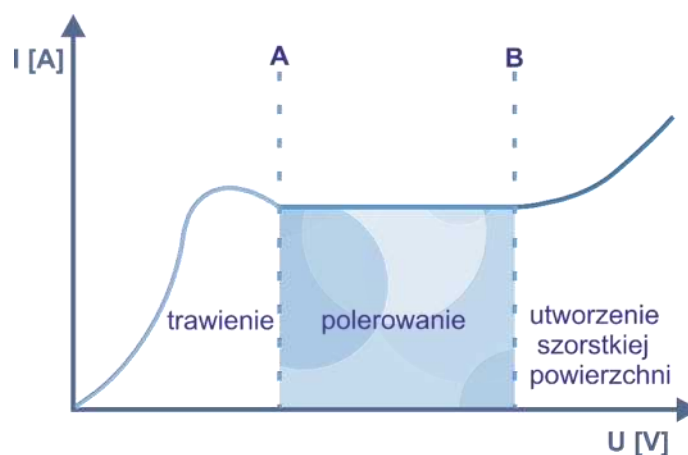
Rysunek 45. Schemat spreparowanej folii po procesie grindowania [opracowanie własne]

Taka forma folii znacząco przyspiesza proces perforowania podczas polerowania. Ścieniony krążek poddano polerowaniu elektrochemicznemu metodą twin-jet. Stanowisko do polerowania składało się ze źródła napięcia, miernika prądu i wanny z elektrolitem, gdzie próbka (anoda) umieszczona była między dwiema katodami. Polerowanie przeprowadzono w elektrolicie o składzie 80% metanolu i 20% kwasu nadchlorowego, zgodnie z wcześniej przyjętymi parametrami. Proces ścieniania zachodził w strumieniu elektrolitu omywającego próbkę z obu stron. Schematyczny wygląd próbki po polerowaniu elektrochemicznym przedstawiono na Rysunek 46.



Rysunek 46. Schemat spreparowanej cienkiej folii po procesie polerowanie elektrolitycznego wraz z scienionym obszarem oraz perforacja próbki [opracowanie własne]

Podczas polerowania elektrochemicznego na powierzchni próbki tworzą się dwie warstwy: gruba i lepka usuwająca makro występy oraz cieńsza, która odpowiada za polerowanie i tworzenie błyszczącej powierzchni. Dobrze przygotowana folia musi mieć obie warstwy. Stabilność i grubość warstw zależą od parametrów takich jak potencjał, skład odczynnika, temperatura, prędkość polerowania i orientacja próbki względem katody. Po perforacji materiału, próbkę płukano w wodzie destylowanej i suszono bibułą filtracyjną. Otrzymane cienkie folie badano na transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Kluczowe jest dobranie właściwego napięcia polerowania, co wymaga wykresu zależności napięcia od natężenia prądu. Właściwe warunki polerowania ustalono dla folii z nadstopów niklowych, na podstawie wykresu napięcie-natężenie (Rysunek 47). Polerowanie przy napięciu poniżej punktu A prowadzi do trawienia mikrostruktury, natomiast powyżej punktu B powoduje szorstkość powierzchni. Idealne warunki polerowania leżą między punktami A i B. Po perforacji próbkę natychmiast płukano w wodzie destylowanej lub alkoholu metylowym/etylowym, unikając uszkodzenia cienkich obszarów [76-78].

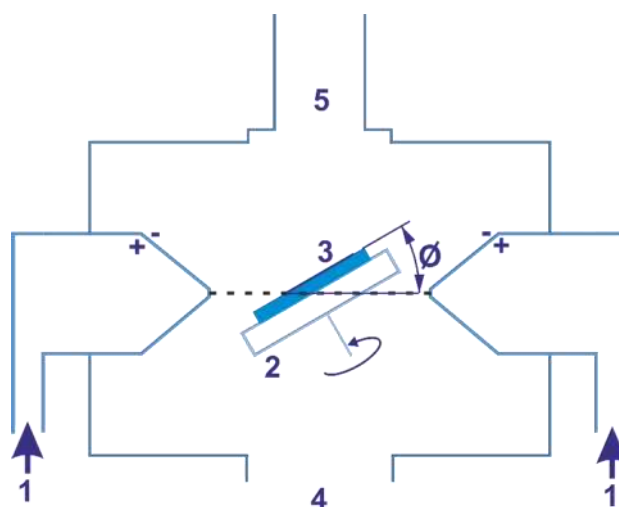


Rysunek 47. Teoretyczna krzywa potencjoelektryczna obrazująca zależność efektywności polerowania elektrolitycznego od warunków prądowo-napięciowych, odcinek A-B Plateau krzywej obszar polerowania [opracowanie własne]



## 12.4. Ścienianie jonowe

Proces otrzymywania cienkich folii metodą ścieniania jonowego jest często stosowany dla materiałów trudnych do ścienienia prostym polerowaniem elektrochemicznym, takich jak materiały kruche, nieprzewodzące, porowata ceramika, minerały, tlenek glinu, szkła oraz materiały dwufazowe. Jest również skuteczny dla innych rodzajów materiałów. Metoda opiera się na wytrawianiu za pomocą jonów o energii 3-6 keV, które wnikają w materiał na kilkanaście nanometrów i wybijają atomy, co powoduje wolne ścienianie (0,5–0,15  $\mu\text{m}/\text{godz.}$ ). Próbkę w kształcie dysku obraca się w uchwycie, aby wiązki jonowe uderzały w nią z przeciwnych stron pod kątem 5–30°. Wirowanie z prędkością kilku obrotów na minutę minimalizuje tworzenie się reliefu na powierzchni próbki i zmienia kierunek bombardowania. Do bombardowania używa się jonów gazów szlachetnych (np. Ar, Kr), które są ciężkie i chemicznie obojętne. Optymalna energia jonów wynosi 4,5-6 keV, co zapewnia odpowiedni współczynnik ścieniania bez ryzyka uszkodzenia próbki. (Rysunek 48).



Rysunek 48. Schemat urządzenia do ścieniania jonowego: 1 – wlot argonu; 2 – stolik próbki; 3 – próbka; 4 – pompa 5 – okno do obserwacji;  $\emptyset$  – kąt nachylenia próbki [opracowanie własne]

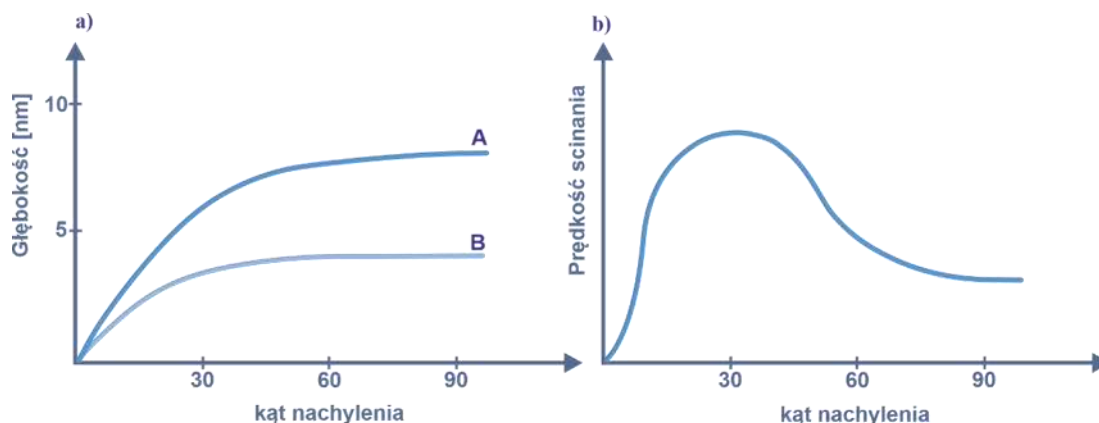
Współczynnik ścieniania (ilość wybitych atomów przez jeden jon) zależy od stosunku masy jonów do atomów materiału próbki, energii jonów, struktury krystalicznej próbki oraz kąta padania wiązki jonowej. Głębokość wnikania i prędkość ścieniania są uzależnione od kąta nachylenia próbki (Rysunek 49).

Na początku procesu ścieniania należy stosować kąty nachylenia zapewniające maksymalną prędkość ścieniania, wynoszące 10–30° dla wielu materiałów. Pod koniec





procesu kąt nachylenia należy zmniejszyć do 5–10°, aby zminimalizować uszkodzenia powierzchni próbki (Rysunek 49).



Rysunek 49. (a) - Zależność wnikania jonów  $Ar^+$  w materiale Al i Co od kąta nachylenia próbki do wiązki jonowej. Energia jonów 6 keV. (b) - Zależność prędkości ścinania od kąta nachylenia próbki do kierunku wiązki jonowej [opracowanie własne]

Należy monitorować, czy preparaty nie wykazują efektów po wytrawianiu jonowym, takich jak pojawienie się reliefu niezwiązanego z mikrostrukturą, uszkodzenia powierzchni próbki jonami oraz wzrost temperatury próbki podczas ścinania. Te efekty mogą utrudniać interpretację wyników lub fałszować dane. Próbka może się nagrzewać do około 100 °C, co jest nieistotne dla ceramiki, ale wymaga ostrożności przy materiałach o niskiej temperaturze topnienia lub przemiany strukturalnej, stosując słabe wiązki (20-30  $\mu A$ ) i intensywne chłodzenie. Ścinanie jonowe można również stosować do badań warstw powierzchniowych, oczyszczania powierzchni i tworzenia nowych cienkich obszarów próbek.

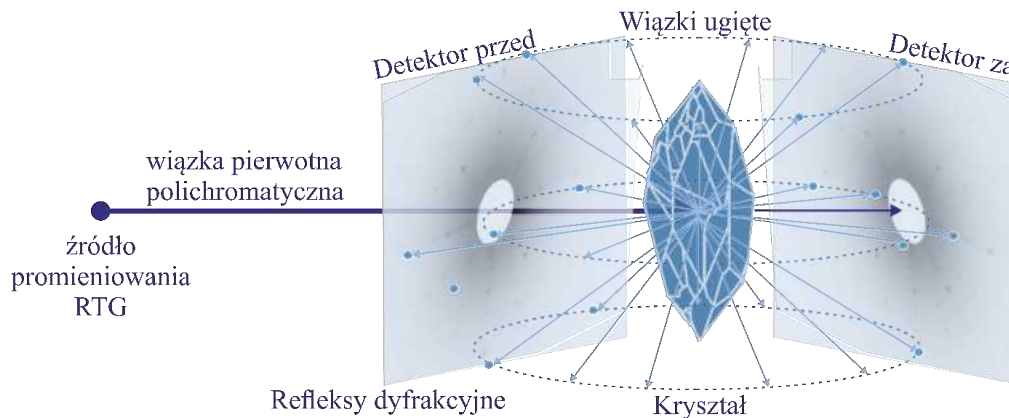
Każda metoda preparatyki cienkich folii ma swoje mocne i słabe strony: szybkość procesu, jakość powierzchni folii, czy precyzyjna selekcja obszaru. Kluczowy jest dobór metody w zależności od celu badania i wpływu metody na wynik. Do wytworzenia cienkich folii z monokrystalicznych odlewów zastosowano wszystkie metody. Folie o najwyższej jakości przeznaczone do badań techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej.



## 13. Metody badawcze

### 13.1. Metoda Laue

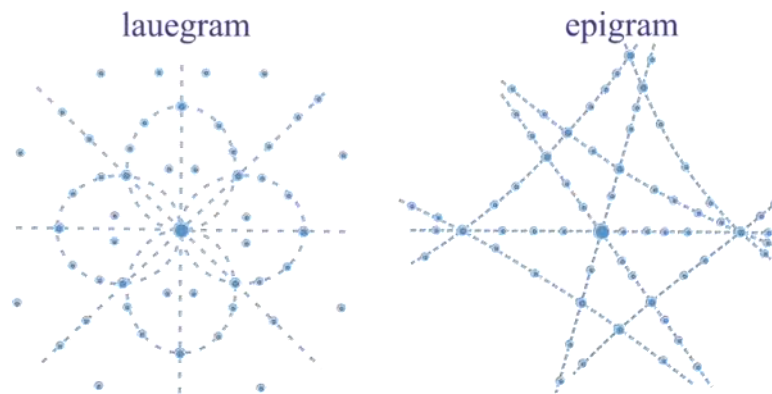
Metoda Laue, zaliczana do rentgenowskich, makroskopowych, nieniszczących badań materiałów, jest powszechnie stosowana w krystalografii rentgenowskiej do badania symetrii i wyznaczenia orientacji krystalograficznej monokryształów. Mechanizm działania opiera się na stałych odległościach międzypłaszczyznowych i stałym kącie padania polichromatycznej wiązki promieniowania rentgenowskiego na nieruchomy monokryształ. Rejestracja refleksów dyfrakcyjnych, powstałych na skutek ugięcia promieni rentgenowskich zgodnie z warunkiem dyfrakcji Braggów, odbywa się na płaszczyźnie detektora (kliszy rentgenowskiej lub kamery CCD). Refleksy przybierają postać dysków (spotów) i ich pojawienie się zależy od zmieniającej się długości fali promieniowania padającego na płaszczyznę n-tego rzędu. Otrzymany dyfraktogram, charakterystyczny dla monokryształu, nosi nazwę Lauegramu (*Rysunek 50*) [79].



*Rysunek 50. Schemat dyfrakcyjnej metody orientacji krystalograficznej Laue z wykorzystaniem polichromatycznej skupionej wiązki promieniowania rentgenowskiego z wizualizacją ułożenia refleksów na płaszczyźnie detektora za oraz przed kryształem [opracowanie własne]*

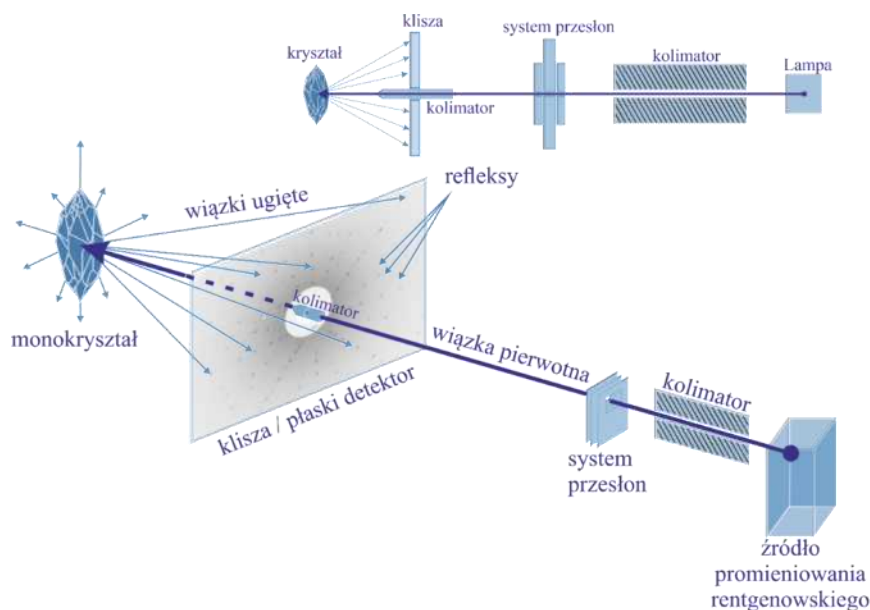
Podział metod Laue ze względu na umiejscowienie detektora i charakterystyczny układ dysków (*Rysunek 51*) obejmuje:

- Metoda promieni przechodzących: Detektor znajduje się za kryształem, a otrzymane rentgenogramy nazywane są lauegramami.
- Metoda promieni zwrotnych: Detektor znajduje się przed kryształem, a otrzymane rentgenogramy nazywane są epigramami.



Rysunek 51. Schemat ułożenia refleksów dyfrakcyjnych na powierzchni detektora [opracowanie własne]

Do badań orientacji krystalograficznej zastosowano metodę Laue w technice promieni zrotnych. Polichromatyczna, równoległa wiązka promieniowania rentgenowskiego przechodzi przez kolimator, system przesłon zawężających pole wiązki oraz perforacje w detektorze, aby trafić na płaszczyznę nieruchomego monokryształu. Średnica wiązki wynosi zazwyczaj 0,5-1,5 mm. Po wstępnych badaniach do scharakteryzowania orientacji krystalograficznej zastosowano przewężenia o średnicy  $\varnothing = 0,8$  mm (Rysunek 52) [79, 80].

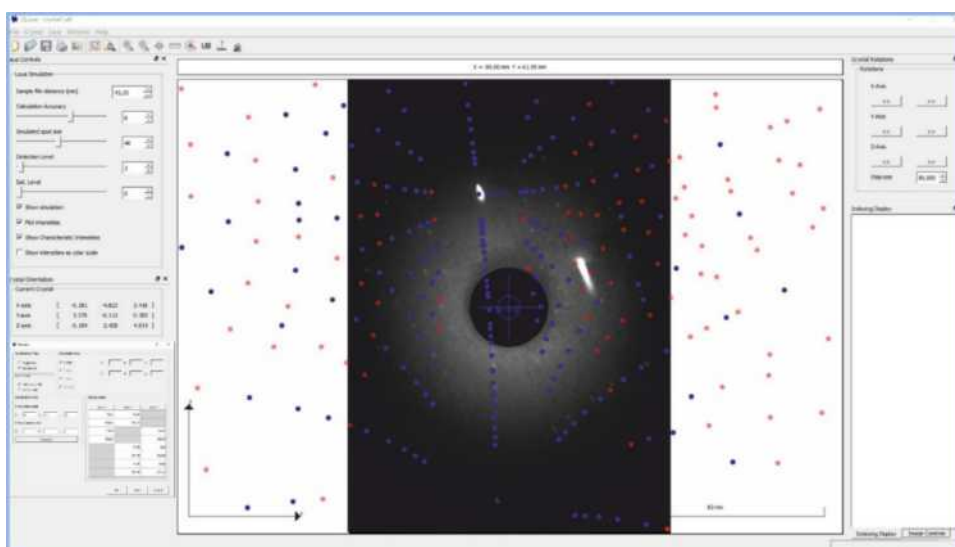


Rysunek 52. Schemat zaadaptowanej metody orientacji krystalograficznej Laue w technice promieni zrotnych wraz z charakterystycznymi elementami dyfraktometru użytego w pracy doktorskiej [opracowanie własne]

Należy pamiętać, że średnica obszaru na płaszczyźnie kryształu, z którego uzyskuje się informacje krystalograficzne, będzie niemal identyczna ze średnicą padającej wiązki, tj. około 0,8 mm. Wiązki dyfrakcyjne, ukierunkowane na płaszczyznę detektora, tworzą refleksy pochodzące z różnych płaszczyzn krystalograficznych.



Refleksy te tworzą układ o symetrii odpowiadającej symetrii monokryształu, pod warunkiem, że jedna z jego osi symetrii jest równoległa do pierwotnej wiązki rentgenowskiej. W przypadku monokryształu o strukturze regularnej, z jedną z osi typu  $\{001\}$  ustawioną równoległe do wiązki, refleksy dyfrakcyjne tworzą układ o symetrii 4-krotnej. Indeksowanie obrazów dyfrakcyjnych w postaci układu refleksów jest możliwe dzięki określeniu odległości powierzchni monokryształu od detektora oraz znajomości komórki elementarnej i przybliżonego parametru sieci. Można to osiągnąć za pomocą metody analitycznej, wykorzystując klisze rentgenowskie i siatkę Greninger, dopasowując refleksy i ich odległości katowe. Alternatywnie, można zastosować cyfrowe wspomaganie procesu przy użyciu oprogramowania do określania orientacji i automatycznego indeksowania refleksów. W pracy zastosowano metodę wspomaganą komputerowo za pomocą oprogramowania QLaue, co usprawniło proces orientacji monokryształów nadstopów CMSX-4 i CMSX-6. Przykładowy lauegram z rozwiązaniem orientacji krystalograficznej przedstawiono na *Rysunek 53* [81-82].



*Rysunek 53. Przykładowy lauegram nadstopu niklu CMSX-4 zindeksowany za pomocą oprogramowania Qlaue, orientacja krystalograficzna monokryształicznego odlewu – typu (001).*

Metoda Laue, charakteryzująca się niskim stopniem skomplikowania i dużą szybkością, jest stosowana w przemyśle lotniczym do określania orientacji krystalograficznej monokryształicznych odlewów łopatek turbin silników lotniczych. Automatyzowane aparaty wykorzystują tę metodę do szybkiego wyznaczania orientacji łopatek. Kontrola jakości opiera się na zgodności orientacji kierunku  $[001]$  względem głównej osi łopatki, która powinna być równoległa do siły odśrodkowej. Odchylenie kierunku  $[001]$  nie może przekroczyć  $15^\circ$ , inaczej odlew jest uznawany za wadliwy.



Pomimo zalet, metoda przemysłowa ma ograniczenia. Badania są przeprowadzane w jednym lub kilku punktach powierzchni, zwykle na spodzie konstrukcji zamka łopatki w pobliżu selektora, a powierzchnia jest trawiona, aby uwidocznić strukturę dendrytyczną. Automatyczne indeksowanie może być utrudnione przez rozmycia dysków dyfrakcyjnych lub rozszczepienia refleksów, co wymaga korekcji przez operatora. Średnica wiązki pierwotnej (0,8 mm) może powodować zakłócenia, ponieważ informacja krystalograficzna pochodzi od kilku dendrytów, co prowadzi do rozmycia lub poszerzenia refleksów.

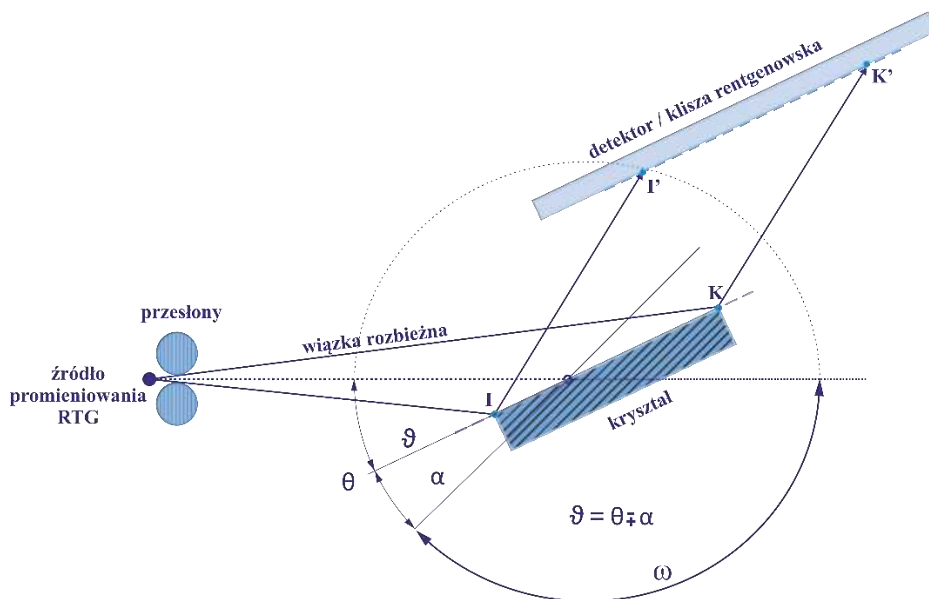
Budowa fazowa nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6 składa się głównie z faz  $\gamma$  i  $\gamma'$ , z udziałem objętościowym fazy  $\gamma'$  wynoszącym 70-75%, a fazy  $\gamma$  30-35%. W dalszych badaniach oraz uproszczeniu interpretacji wyników, zarówno dla metody Laue, jak i dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej, analizowane są wiązki dyfrakcyjne pochodzące od fazy  $\gamma'$  [15, 80, 81-84].

## *13.2. Dyfrakcyjna topografia rentgenowska*

Metoda dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej odwzorowuje objętość lub warstwę przypowierzchniową monokryształu. Polega na fotograficznej lub cyfrowej rejestracji różnic w natężeniu promieniowania rentgenowskiego odbijanego przez doskonale części kryształu oraz obszary zaburzonej sieci krystalicznej. Doskonały monokryształ tworzy jednolite zaczerwienie na materiale fotograficznym, podczas gdy kryształy realne wykazują zmiany natężenia wiązki spowodowane lokalnymi zmianami stałej sieci i orientacji płaszczyzn odbijających. Te zmiany są związane z polami naprężeń defektów krystalograficznych. Omówiono wybraną metody zastosowane do badań monokrystalicznych łopatek z nadstopu niklu CMSX-4 oraz CMSX-6.

### *13.2.1. Zmodyfikowana metoda Auleytnera*

Charakterystyka realnej struktury monokrystalicznych odlewów została przeprowadzona za pomocą dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej w geometrii Auleytnera, z użyciem szerokiej i skupionej wiązki w technice dyfrakcji odbiciowej. Schemat metody odbiciowej w geometrii Auleytnera z szeroką wiązką przedstawiono na *Rysunek 54* [85].



Rysunek 54. Schemat geometrii tworzenia obrazu dyfrakcyjnego dla metody Auleytnera z szeroką wiązką [opracowanie własne]

W przedstawianej metodzie źródłem promieniowania rentgenowskiego jest quasi-punktowe ( $20 \times 20 \mu\text{m}$ ) ognisko lampy. Rozbieżna wiązka promieni rentgenowskich, ograniczana przez system cylindrycznych przesłon, jest skierowana na powierzchnię monokryształu, gdzie ulega dyfrakcji na jego płaszczyznach ( $hkl$ ), spełniających warunek Bragga. Dyfrakcja na płaszczyznach równoległych do powierzchni kryształu (IK) powoduje odbicie promieni na płaski detektor lub kliszę, odwzorowując strukturę powierzchni na topogramie IK [82,83]. Do badań użyto promieniowania charakterystycznego ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1,54051 \text{ \AA}$ ). Wiązka rozbieżna powoduje, że kąt padania promieni rentgenowskich jest różny dla różnych punktów powierzchni monokryształu. Aby spełnić warunek Bragga w całym obszarze IK, monokryształ musi być obracany tak, aby kąt padania promieni spełniał warunek dyfrakcji od punktu I do punktu K. Rozpiętość kątowa wiązki zależy od kąta padania i rozmiarów badanej powierzchni. W rzeczywistych kryształach, które zawierają bloki mozaiki z różnymi odchyleniami płaszczyzn dyfrakcyjnych ( $hkl$ ), konieczna jest oscylacja monokryształu wokół kąta  $\omega$  ( $\pm 2^\circ$ ), aby spełnić warunek Bragga. Powszechnie stosuje się łączenie oscylacji monokryształu z oscylacją detektora lub kliszy, co umożliwia rejestrację przesunięcia bloków na topogramie i wyznaczenie ich dezorientacji. Użycie rozbieżnej wiązki może powodować zniekształcenie obrazu na płaskim detektorze, zależne od ustawienia i orientacji płaszczyzn sieciowych względem kąta Bragga. Bloki mozaiki z wzajemną dezorientacją dają refleks przy



pewnym kącie, co skutkuje przesunięciem obrazów dyfrakcyjnych na topogramie. Przesunięcia bloków mozaiki opisuje się za pomocą dwóch składowych:

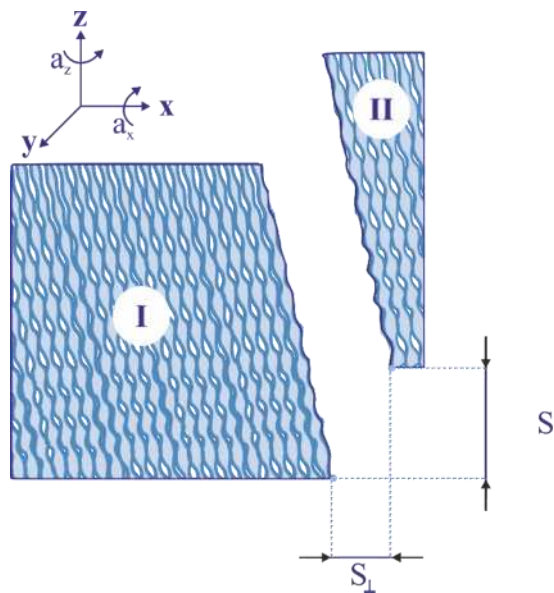
- $S_{\parallel}$ : przesunięcie równoległe do osi oscylacji Z
- $S_{\perp}$ : przesunięcie prostopadłe do osi oscylacji Z, wzdłuż osi X

Składowym  $S_{\parallel}$  i  $S_{\perp}$  (Rysunek 55) odpowiadają kąty  $\alpha_x$  oraz  $\alpha_z$  wzajemnego obrotu bloków względem osi X i Z, które można obliczyć ze wzorów:

$$\sin \alpha_x = \frac{1}{2 \sin(\theta_{hkl})} \frac{S_{\parallel}}{\sqrt{S_{\parallel}^2 + b^2}} \quad (4)$$

$$\sin \frac{\alpha_z}{2} = \frac{S_{\perp}}{2b} \sin(\alpha + \theta_{hkl}) \quad (5)$$

$$\sin \frac{\alpha_z}{2} = \frac{S_{\perp}}{2b} \sin(\theta_{hkl}) \quad (6)$$



Rysunek 55. Schemat ułożenia zdeorientowanych bloków mozaiki widocznych na topogramie rentgenowskim przy oscylacji próbki oraz kliszy względem osi Z [opracowanie własne]

Całkowity kąt dezorientacji można określić ze wzoru:

$$\sigma = \sqrt{\alpha_x^2 + \alpha_y^2 + \alpha_z^2} \quad (7)$$

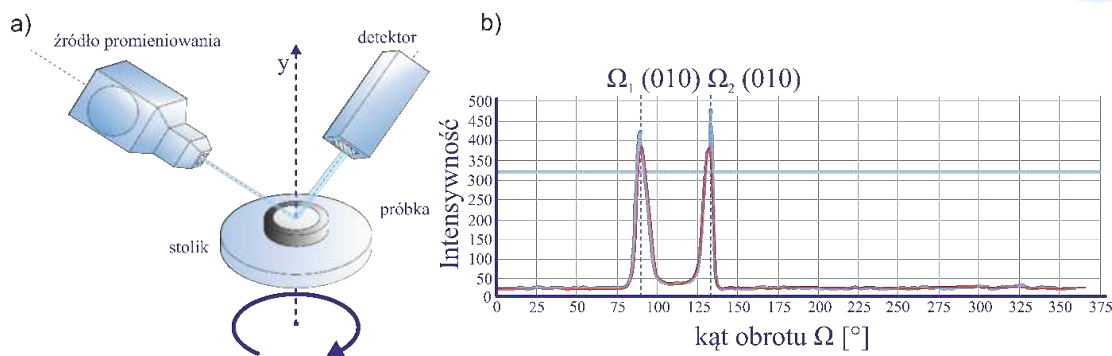
Stosowanie techniki Auleytnera z rozbieżną wiązką umożliwia eksponowanie struktury mozaikowej dużych kryształów z kątami dezorientacji od kilku minut kątowych do kilku stopni. Umożliwia także określenie położenia mikroobszarów o różnej orientacji krystalicznej oraz ustalenie rozkładu dezorientacji krystalicznej [85-98].



## 13.3. Mapowanie Orientacji $\Omega$ -Scan

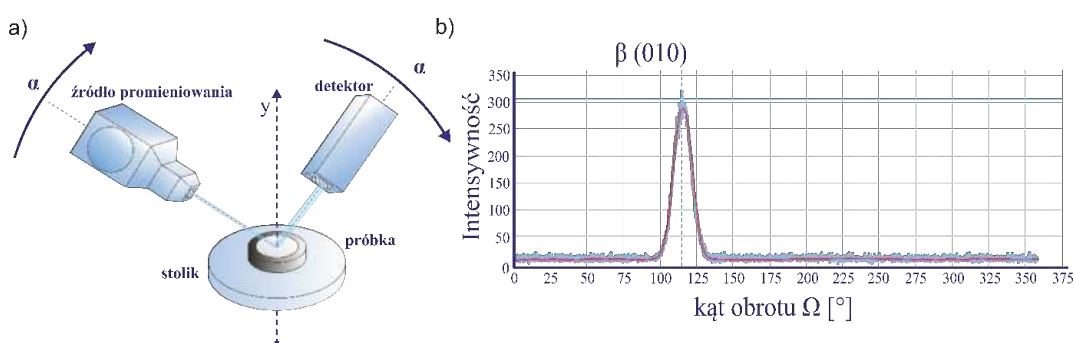
Dyfrakcję rentgenowską stosowano także w analizie orientacji struktury krystalicznej odlewów monokrystalicznych zamków łopatek z nadstopu niklu CMSX-4 oraz CMSX-6. Obrazowanie rozkładu map orientacji dokonano za sprawą dyfraktometru rentgenowskiego OD-EFG 1 skonstruowanym we współpracy Katedry Nauki o Materiałach Politechniki Rzeszowskiej, Instytutem Inżynierii Materiałowej Uniwersytetu Śląskiego i firmy Freiberg Instruments GmbH (wcześniej EFG GmbH Berlin). Dedykowany jest do określenia orientacji krystalicznej monokryształów opracowaną metodą dyfrakcji rentgenowskiej  $\Omega$ -scan. Orientację krystalograficzną wyznaczono w przyjętej płaszczyźnie przekroju odlewu monokrystalicznych zamków łopatek lotniczych z nadstopu CMSX-4 i CMSX-6. W pierwszym etapie wykonano rzut stereograficzny z powierzchni zglądu na płaszczyznę równoległą do jego powierzchni w układzie współrzędnych xyz. Następnie dokonano pomiaru refleksów dyfrakcyjnych od płaszczyzn ( $hkl$ ) w czasie ciągłego obrotu próbki o kąt  $\Omega$  wraz z nachyleniem próbki o kąt  $\alpha$  w stosunku do pierwotnego położenia, a więc ustalonego kąta  $\theta$  padania wiązki pierwotnej jak i dyfrakcyjnej określonych dla płaszczyzn ( $hkl$ ). Zbieg ten umożliwił określenie położenia biegunów płaszczyzn na rzucie stereograficznym. Ciągły obrotu próbki o kąt  $\Omega$  w czasie pomiaru wykonywany jest w zakresie wartości  $0 \div 360^\circ$  wokół osi, zwykle normalnej do powierzchni próbki (Rysunek 56 a). Na powierzchnię próbki oddziałuje pod kątem  $\theta + \alpha$ , skolimowana wiązka promieni rentgenowskich charakteryzująca się powierzchnią pola przekroju ok  $1 \text{ mm}^2$ . Intensywność wiązki dyfrakcyjnej powstałej przez dyfrakcję na płaszczyznach ( $hkl$ ) próbki jest rejestrowana przez licznik. Interesujący przypadek, w którym płaszczyzna krystaliczna ( $hkl$ ) jest nachylona względem powierzchni zglądu objawia się na dyfraktogramie dwoma refleksami odpowiednio dla kąta obrotu  $\Omega_1$  i  $\Omega_2$  (Rysunek 56 b) [108-110].





Rysunek 56. Schemat procesu wyznaczania orientacji krystalograficznej w metodzie  $\Omega$ -scan: a) pomiar intensywności refleksów dyfrakcyjnych przy obrocie próbki w kącie  $\Omega$  i stałej wartości kąta  $\alpha$ , b) dyfraktogram przy obrocie próbki jak w punkcie „a” dla przypadku gdy płaszczyzna (010) jest nachylona względem powierzchni próbki o kąt  $\alpha \neq 90^\circ$  [opracowanie własne]

Możliwe jest określenie odpowiedniego położenia zglądu dającego pojedynczy refleks od płaszczyzn ( $hkl$ ) przez zmianę wartości kąta ( $\theta + \alpha$ ) padania wiązki pierwotnej i dyfrakcyjnej (Rysunek 57).



Rysunek 57. Schemat procesu wyznaczania orientacji krystalograficznej w metodzie  $\Omega$ -scan: a) krokowa zmiana położenia lampy i detektora o kąt  $\alpha$ , do uzyskania dyfraktogramu, b) jeden refleks na dyfraktogramie w zakresie wartości kąta obrotu  $\Omega$  (kąt  $\Omega = \beta$ ) [opracowanie własne]

Kąt  $\alpha$  odpowiada wartości kąta nachylenia płaszczyzny ( $hkl$ ) względem powierzchni próbki lub wartości kąta pomiędzy ich normalnymi. Jednocześnie kąt  $\alpha$  odpowiada położeniu na rzucie stereograficznym kątowni bieguna płaszczyzny ( $hkl$ ). Natomiast kąt obrotu próbki  $\Omega$  odpowiada kątowni  $\beta$  – położenia bieguna tej płaszczyzny. W rezultacie, biegun płaszczyzny ( $hkl$ ) na rzucie stereograficznym położony jest na okręgu o promieniu  $\alpha$  i jego początku w środku rzutu. Scharakteryzowany pomiar można wykonać dla kilku płaszczyzn ( $hkl$ ) i wyznaczyć położenie ich biegunów na rzucie stereograficznym. Umożliwia to określenie pełnej orientacji tego obszaru kryształu względem kierunków referencyjnych – osi współrzędnych  $xyz$  związanych z geometrią próbki. Metoda  $\Omega$ -scan zaproponowana i opracowana przez naukowców Politechniki Rzeszowskiej jest przydatnym narzędziem nie tylko w procesie wyznaczania orientacji



krystalograficznej odlewów łopatek z nadstopu niklu, ale pozwala również na jednoczesny pomiar refleksów pochodzących od kilku płaszczyzn ( $hkl$ ). Dzięki specjalnej 3 szczelinowej konstrukcji detektora oraz przy przyjętym kącie padania wiązki pierwotnej  $\theta = 39,5^\circ$  promieniowania  $\text{CuK}\alpha$  możliwa jest jednoczesna rejestracja refleksów od kilku płaszczyzn przy pojedynczym obrocie monokrystalicznego odlewu. Taka konstrukcja pozwala na rejestracje refleksów:

- 040 od płaszczyzn typu  $(010)$ , przy kącie  $\theta = 59,4^\circ$
- 331 od płaszczyzn typu  $(111)$ , przy kącie  $\theta = 69,7^\circ$
- 240 od płaszczyzn typu  $(210)$ , przy kącie  $\theta = 74,2^\circ$

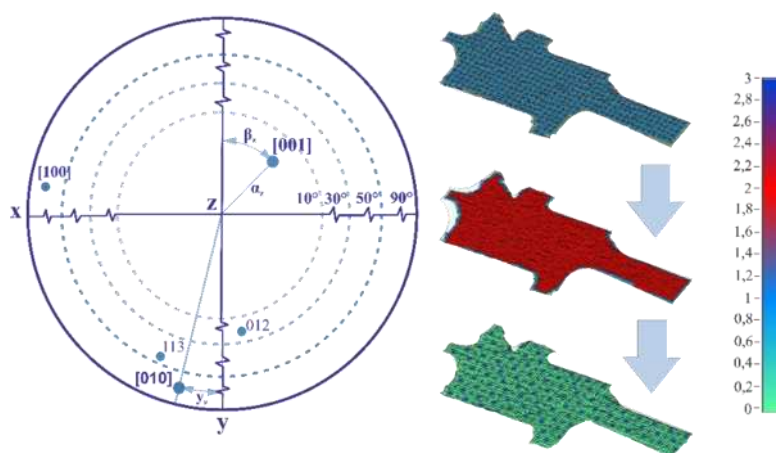
Co wraz z zastosowaniem prostego oprogramowania pozwala w automatyczny sposób wygenerować rzut stereograficzny wraz z określeniem orientacji krystalograficznej w stosunku do przyjętych osi referencyjnych - x, y i z. Dodatkowo ustalenie na rzucie głównych kierunków krystalograficznych tj.  $[100]$ ,  $[010]$ ,  $[001]$  pozwala w prawidłowy sposób uzyskać informacje o wzajemnej orientacji obszarów monokryształu o powierzchni dochodzącej do  $2 \text{ mm}^2$ . Praktyka stało się wykonywanie obrotu o tak dobraną wartość kąta aby położenie głównej osi odlewu Z (wyciągania łopatki) znajdowała się na środku rzutu stereograficznego. Opis orientacji krystalograficznej monokrystalicznych odlewów z nadstopu niklu dokonywany jest przez wyznaczenie wartości trzech kątów z rzutu stereograficznego:

- $\alpha_z$  – odchylenia kierunku  $[001]$  od kierunku wyciągania odlewu (osi Z),
- $\beta_z$  – obrotu kierunku  $[001]$  wokół osi Z,
- $\gamma_z$  – odchylenia linii rzutu wektora kierunku prostopadłego do kierunku  $[001]$  np.  $[010]$  od osi referencyjnej y.

Z uwagi na przyjęte przez największych światowych wytwórców i producentów monokrystalicznych odlewów kryterium oceny doskonałości struktury krystalicznej do charakteryzowania i analizy przydatności odlewów w głównej mierze stosuje się rozkład wartości odchylenia kąta  $\alpha_z$  dla różnych obszarów powierzchni. Badania nad anizotropowością monokrystalicznych nadstopów niklowych dowodzą, że odchylenie kąta  $\alpha_z < 15^\circ$  nie ma istotnego wpływu na parametry żaroodpornościowe i żarowytrzymałościowe. A wartość  $15^\circ$  stała się graniczną dla kryterium oceny doskonałości odlewu. Niemniej ostatecznie badania dowodzą, że wartości pozostałych parametrów kątowych mają również istotny wpływ na ocenę doskonałości struktury. Rozkład wartości parametrów kątowych obrazowany przez tworzenie mapy powierzchni

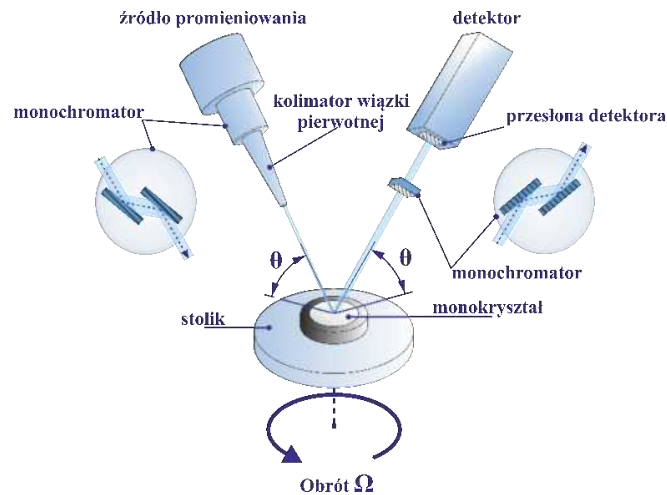


badanej próbki. Pomiar dokonywany ze stałą odległością lampy i detektora od powierzchni badanej dokonywany jest za sprawą wbudowanego czujnika laserowego. W efekcie każdy punkt pomiarowy na powierzchni łopatki bez względu na jej kształt znajduje się w tej samej odległości. Otrzymywane informacje o rozkładzie kąta odchylenia  $\alpha_z$ , kąta obrotu względem osi Z,  $\beta_z$  jak i odchylenia linii rzutu wektora kierunku prostopadłego do kierunku  $[001]$ ,  $\gamma_z$  prezentowane są w formie mapy odchylenie kierunku poszczególnych obszarów monokrystalicznego odlewu w zależności od wcześniej zadanego kierunku (Rysunek 58) [108-110].



Rysunek 58. Projekcja stereograficzna formowania składowych orientacji – kąty:  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  wraz z mapami powierzchni zawierającymi zamek i pióra łopatki lotniczej z naniesionymi punktami pomiaru orientacji krystalograficznej [opracowanie na podstawie [108-110]]

W celu dokładniejszego wyznaczenia składowych orientacji krystalograficznej dla preparatów o przekroju poprzecznym (powierzchni równoległej do płaszczyzny  $(001)$ ), zastosowano wysokorozdzielczy dyfraktometr OD-EFG2 mogący pracować przy maksymalnej mocy lampy rentgenowskiej 2 kW. Ponadto istotną zaletą konstrukcji dyfraktometru jest możliwość zmniejszenia średnicy wiązki promieniowania rentgenowskiego do 0,3 mm, przy utrzymaniu dużego natężenia promieniowania dyfrakcyjnego. Dodatkowo zastosowaniu podwójnego monochromatora wiązki promieni rentgenowskich w konstrukcji OD\_EFG2 z jednoczesną możliwością niezależnej zmiany wartości kąta padania  $\theta$  wiązki pierwotnej i dyfrakcyjnej oraz jej obrotu o kąt  $\Omega$  (Rysunek 59) [108-110].



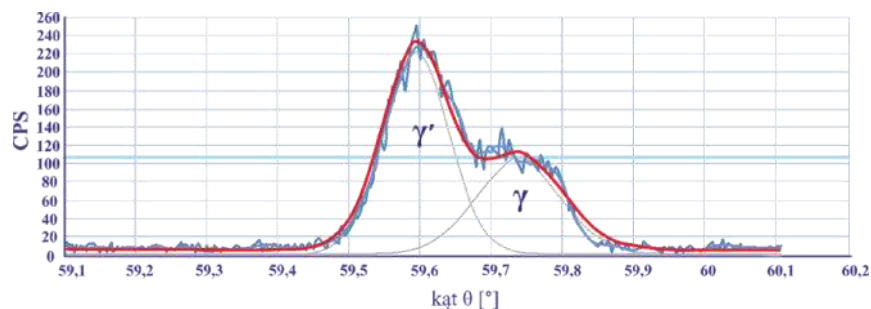
Rysunek 59. Schemat geometri pomiaru map składowych orientacji w metodzie  $\Omega$ -scan wraz z charakterystycznymi elementami układu pomiarowego, goniometru wysokorozdzielczego dyfraktometru rentgenowskiego OD-EFG2 tj. obrót stolika przesłony detektora, monochromator wiązki promieniowania rentgenowskiego [opracowanie własne]

W badaniach monokrystalicznych odlewów z nadstopu niklu zastosowano promieniowanie  $\text{CuK}\alpha$ . W czasie rejestracji refleksów dyfrakcyjnych typu 004 dokonywano korekcji wartości kąta  $\theta$ . Taki proces pozwalał otrzymać profil refleksu 004 przy zmianie kąta  $\theta$  i  $\Omega$  z wyeliminowaniem błędów związanych z jakością oraz niedoskonałościami wyciętego zglądu. Otrzymany w ten sposób profil położenia refleksu dyfrakcyjnego 004 dla kąta  $\theta$  składa się z dwóch refleksów pochodzących odpowiednia od fazy  $\gamma$  i  $\gamma'$ . Natomiast do wyznaczenia stałych sieciowych fazy  $\gamma$  i  $\gamma'$  ( $a_{0\gamma}$ ,  $a_{0\gamma'}$ ) z zależności:

$$a_{0\gamma(\gamma')} = 2d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (8)$$

$a_{0\gamma(\gamma')}$ -stała sieciowa fazy  $\gamma(\gamma')$ ,  $\{hkl\}$ - wskaźniki Millera

Koniecznym było określenie wartości natężenia promieniowania dla maksimów refleksów składowych profilu 004 (Rysunek 60)[108-110].



Rysunek 60. Dyfraktogram monokrystalicznego odlewu nadstopu niklu CMSX-4 dla fazy  $\gamma$  i  $\gamma'$  uzyskany z refleksów dyfrakcyjnych pochodzących od płaszczyzny (004) dla promieniowanie  $\text{CuK}\alpha$   $\lambda = 0,154$  nm, wykonanych dla dyfraktometr OD-EFG 2 [108-110]



## *13.4. Skaningowa mikroskopia elektronowa*

Do charakteryzacji mikrostruktury i jej obserwacji użyto skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) marki JEOL model JSM 6480, wyposażonego w detektory elektronów wtórnych (SE) i wstecznie rozproszonych (BSE). Mikroskop posiada także przystawki EDS do analizy składu chemicznego oraz EBSD do pomiarów orientacji krystalograficznej.

### *13.4.1. Rejestracja struktury dendrytycznej w technice (BSE)*

Rejestrację obrazów mikrostruktury nadstopu przeprowadzono techniką elektronów wstecznie rozproszonych (BSE), umożliwiając uzyskanie kontrastu chemicznego. Dzięki różnicom w składzie chemicznym faz mikrostruktury nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6, technika ta jest idealna do obserwacji rozkładu i morfologii dendrytów bez konieczności trawienia chemicznego powierzchni próbki. Umożliwia to badanie tej samej powierzchni zarówno w mikroskopii skaningowej (SEM), jak i metodami dyfrakcji rentgenowskiej (dyfrakcyjna topografia rentgenowska, metoda Laue, mapowanie powierzchni metodą  $\Omega$ -scan), co wymaga zachowania gładkiej powierzchni materiału. Wyniki są bardziej dokładne i skorelowane, co zapobiega nadinterpretacji. Aby omówić doskonałość strukturalno-krystaliczną nadstopów CMSX-4 i CMSX-6 oraz mechanizmy powstawania i rozkładu struktury dendrytycznej łopatek podczas krystalizacji, konieczne jest zbadanie korelacji między rozkładem i morfologią dendrytów a orientacją krystalograficzną oraz składowymi fazowymi mikrostruktury. W tym celu dla każdego zglądu wykonano serię mikro obrazów (od kilku do ponad stu), które następnie połączono za pomocą graficznego oprogramowania komputerowego, tworząc reprezentatywny makro obraz całej powierzchni zglądu. Makro obraz rozkładu ramion dendrytów umożliwił zbadanie korelacji między strukturą, morfologią fazową, rozkładem pierwiastków stopowych a orientacją krystalograficzną. Stworzone makro obrazy SEM przekrojów poprzecznych i wzdłużnych łopatek pozwoliły na pełny opis rozkładu ramion dendrytów w odlewie łopatki.

Etapy analizy makro obrazu:

- Wykonanie szeregu obrazów mikrostruktury z całej powierzchni próbki.
- Połączenie poszczególnych zdjęć w jeden makroskopowy obraz struktury dendrytycznej z wyrównaniem poziomów jasności i kontrastu.



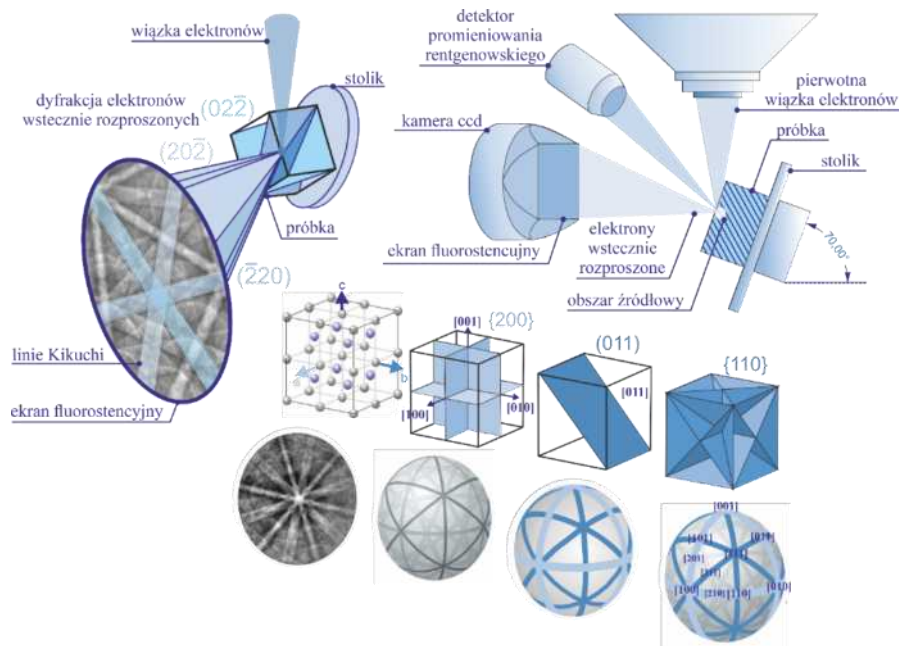
- Wyostrzenie ramion dendrytów.
- Rejestracja obrazu linii ramion dendrytów dla danego bloku.
- Inwersja kontrastu oraz końcowe zwiększenie kontrastu linii ramion dendrytów.

Tak przeprowadzona obróbka obrazu jest nieocenionym narzędziem do wizualizacji bloków mozaiki, szczegółów struktury dendrytycznej, ich orientacji krystalograficznej oraz rozkładu ramion dendrytów, pozwalając na dokładne oszacowanie odchylenia dendrytów pierwszorzędowych od osi odlewu zamków łopatkki w stopniu porównywalnym z metodami dyfrakcji rentgenowskiej.

### *13.4.2. Pomiar orientacji bloków mozaiki metodą EBSD*

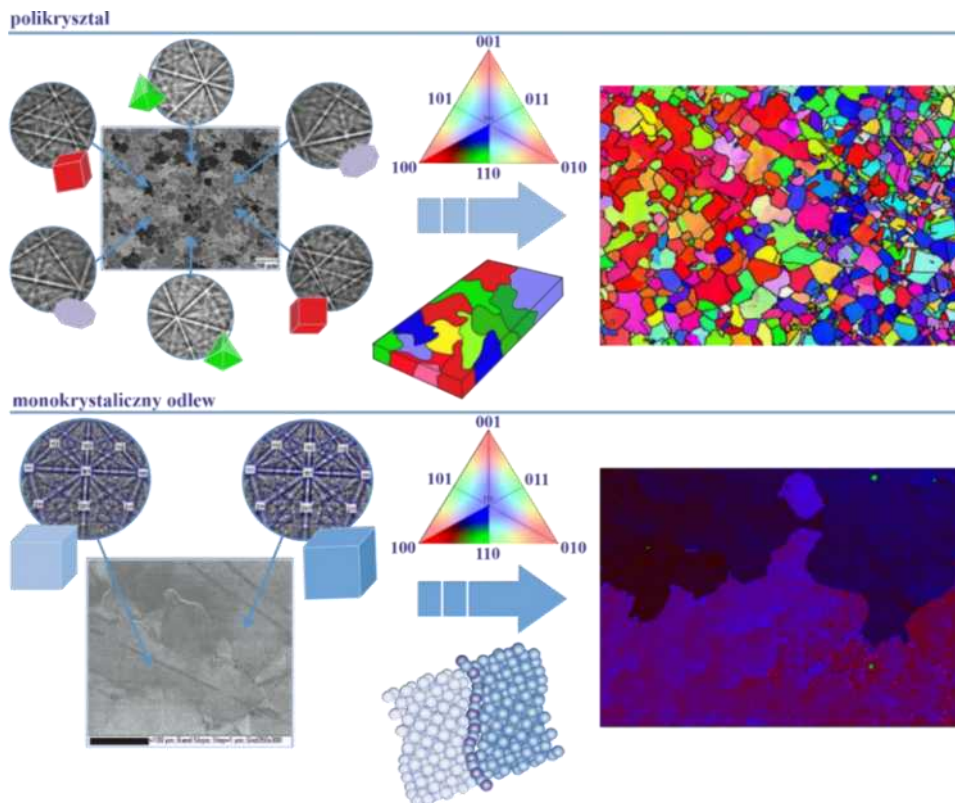
W celu zobrazowania lokalnych dezorientacji w obszarach występowania makroskopowych granic niskiego kąta w odlewach zamka łopatkki z nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6 zastosowano technikę pomiaru lokalnych orientacji krystalograficznych SEM (EBSD), opartą na dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych. Proces tworzenia obrazu EBSD można podzielić na dwa etapy:

- Etap pierwszy: Niekoherentne, quasi-sprężyste rozpraszanie elektronów wiązki pierwotnej skierowanej na określone miejsce próbki nachylonej pod kątem  $70^\circ$  względem padającej wiązki. Rozpraszanie to prowadzi do powstania w kryształach małych obszarów („punktowych źródeł”) elektronów o szerokim rozkładzie kierunków rozpraszania.
- Etap drugi: Elektrony z „punktowych źródeł” są koherentnie rozpraszane przez sieć krystaliczną, tworząc na fluorescencyjnym ekranie obrazy dyfrakcyjne. Te obrazy, składające się z układów par linii, są przecięciem detektora z tzw. stożkami Kossela w promieniowaniu odbitym (*Rysunek 61*) [113].



Rysunek 61. Schemat metody tworzenia się pasm Kikuchi w procesie wykorzystania efektu dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD na płaszczyźnie detektora oraz projekcji sfery krystalograficznej, schemat układu pomiarowego wewnątrz skaningowego mikroskopu elektronowego oraz przykładowy obraz dyfrakcyjny elektronów wstecznie rozproszonych [opracowanie własne]

Do opisu tego rodzaju obrazów dyfrakcyjnych Cowley (1981) użył terminu K-linie (ang. K-lines). Geometria obrazów EBSD, TKP (ang. Transmission Kikuchi Diffraction Patterns) oraz CBED (Convergent Beam Electron Diffraction patterns) jest podobna, dlatego często nazywa się je obrazami dyfrakcyjnymi Kikuchi'ego. K-linie są związane z poszczególnymi płaszczyznami krystalograficznymi spełniającymi prawo Braggów, a ich układ odzwierciedla strukturę krystaliczną ziarna w punkcie, gdzie pada pierwotna wiązka elektronów. Jeśli w punkcie pomiarowym znajduje się kryształik innej fazy lub tej samej fazy, ale o innej orientacji, geometria linii dyfrakcyjnych zmienia się całkowicie. Położenia par linii (lub pasm) wyznaczają przecięcia płaszczyzn ( $hkl$ ) z płaszczyzną obserwacji. Odległość między liniami (lub szerokość pasma) jest funkcją odległości między odpowiednimi płaszczyznami krystalograficznymi. Kąty między liniami różnych par odpowiadają kątom między odpowiednimi płaszczyznami w kryształale (Rysunek 62). Na podstawie układu par linii lub pasm w obrazie dyfrakcyjnym można jednoznacznie obliczyć orientację kryształiku [113].



Rysunek 62. Schemat obrazowania map orientacji krystalograficznego w metodzie EBSD, przykład obrazowania dla materiałów polikrystalicznych oraz przykład obrazowania dla monokrystalicznych odlewów z nadstopu niklu w okolicy granicy małego kąta [opracowanie własne]

Orientacja krystalograficzna zależy wyłącznie od geometrii K-linii, nie wymaga pomiaru ich intensywności. Dlatego obrazy dyfrakcyjne typu Kikuchi'ego (np. EBSD w SEM) są idealne do pomiaru orientacji krystalograficznych z dużą dokładnością, poniżej  $1^\circ$ . Dodatkowymi zaletami systemów EBSD/SEM są łatwość pełnej automatyzacji pomiaru oraz jego duża szybkość [113, 114].

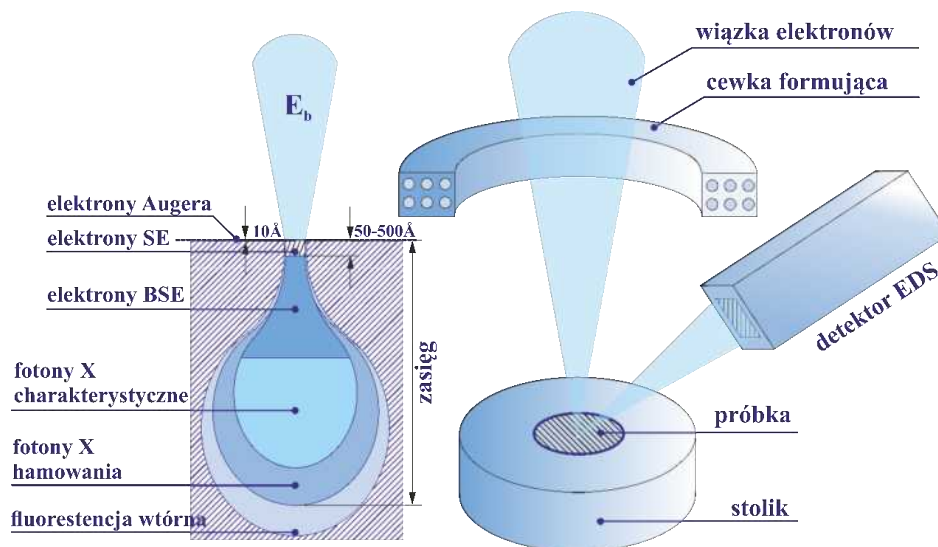
### *13.4.3. Rozkład pierwiastków faz $\gamma/\gamma'$ składu chemicznego nadstopów metodą EDS*

Metodę spektroskopii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (EDS/EDX) zastosowano do analizy chemicznej i rozkładu pierwiastków w kompozycji fazowej monokryształów nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6. Technika polega na analizie promieniowania rentgenowskiego wzbudzonego w próbce przez wiązkę elektronów generowaną w mikroskopie pod napięciem przyspieszającym. Wysokoenergetyczna wiązka elektronów wybija elektrony z wewnętrznej powłoki atomów monokryształu, a wolne miejsca zajmują elektrony z wyższej powłoki



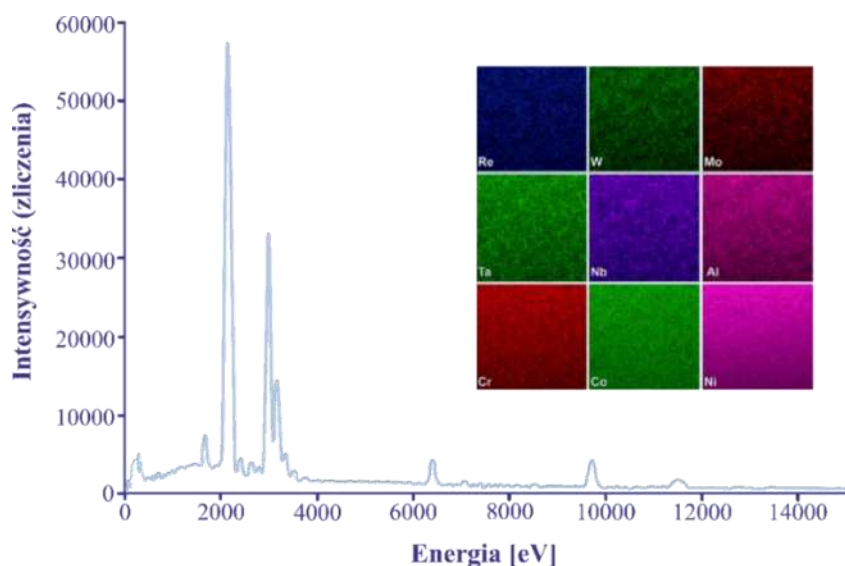


energetycznej. Różnica energii między poziomami, przy powrocie do stanu stabilnego, jest emitowana jako charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie (Rysunek 63).



Rysunek 63. Schemat oddziaływania wiązki elektronów z materią wraz z głębokością wnikania, schemata układu pomiarowego wewnątrz skaningowego mikroskopu elektronowego dla techniki EDS [opracowanie własne]

Ze względu na różne i charakterystyczne dla danego pierwiastka energie poziomów energetycznych elektronów w atomach, możliwa jest analiza składu chemicznego składników monokrystalicznego nadstopu. Informacje uzyskane przez spektrometr EDS są przetwarzane i przekształcane w widmo energii kwantów promieniowania rentgenowskiego (liczba zliczeń w funkcji energii mierzonej w eV) (Rysunek 64). Technika spektroskopii EDS została wykorzystana do analizy rozkładu i segregacji pierwiastków, ze szczególnym uwzględnieniem renu w fazach strukturalnych, oraz do określenia składu chemicznego łopatek lotniczych wykonanych z monokrystalicznych nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6. (Rysunek 64). Widma EDS wykonano na skaningowym mikroskopie elektronowym JEOL JSM 6480, wyposażonym w polowe działo elektronowe FEG, umożliwiającym obserwacje przy napięciu przyspieszającym 300 kV oraz zewnętrzny analizator EDAX [111-114].



Rysunek 64. Przykładowy elektronogram dla techniki EDS, przykładowa wizualizacja map rozkładu pierwiastków [opracowanie własne]

## 13.5. Transmisyjna mikroskopia elektronowa

W celu pełnego opisu struktury monokrystalicznych odlewów nadstopu niklu, badania próbek łopatki lotniczej przeprowadzono za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Technika ta umożliwia obserwację cienkich obszarów składników fazowych o wymiarach od kilkudziesięciu do setek nanometrów. Użyto transmisyjnego mikroskopu elektronowego JEOL JEM 3010, pracującego przy napięciu przyspieszającym 300 kV. W trybie skaningowo-transmisyjnym (STEM) korzystano z detektorów dedykowanych do trybu STEM: centralnego detektora pola jasnego (BF) oraz wysokorozdzielczego szeroko kąтового pierścieniowego detektora pola ciemnego (HAADF). Mechanizmy formujące kontrast obrazu w tych detektorach opierają się na kontraście absorpcyjnym, gdzie obszary o większej grubości lub wyższej liczbie atomowej są ciemniejsze. Dodatkowo, kontrast czuły na liczbę atomową wynika ze zmian składu chemicznego cienkiej folii. Jedną z trudności w wysokorozdzielczej transmisyjnej mikroskopii elektronowej jest interpretacja obrazu opartego na kontraście fazowym, który jest nieintuicyjny z powodu wpływu aberracji soczewek. Największy wpływ na instrumenty nieskorygowane mają rozogniskowanie i astygmatyzm, które można oszacować na podstawie wzorca pierścienia Thona, występującego w module transformaty Fouriera obrazu cienkiej warstwy amorficznej.

# *Wyniki Badań*

---

---

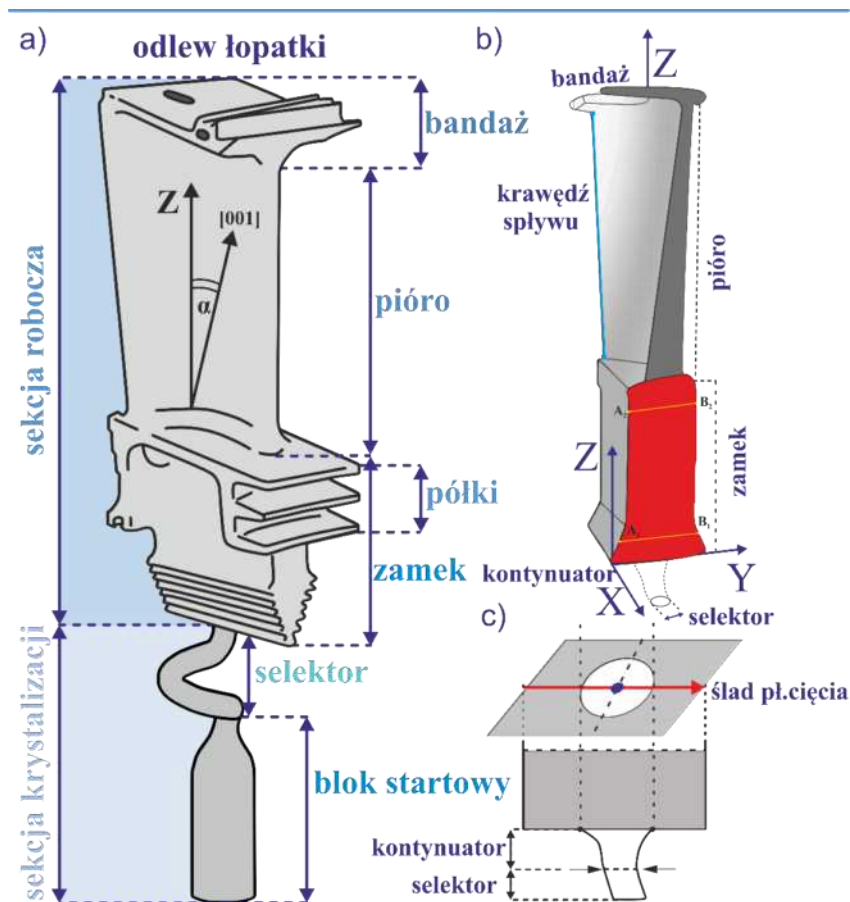
---



## 14. Analiza niejednorodności orientacji sieci krystalicznej

Na rysunku 65 (Rysunek 65) przedstawiono schemat odlewu łopatki z opisanymi elementami konstrukcyjnymi. Odlew łopatki można podzielić na dwie główne sekcje [15].

Pierwszą z nich jest sekcja krystalizacji, która zostaje oddzielona od właściwej konstrukcji łopatki w następnych etapach wytwarzania. Sekcja ta zawierająca selektor oraz blok startowy u podstawy którego przy styku z płytą chłodzącą rozpoczyna się zarodkowanie fazy  $\gamma$  nadstopu. W bloku startowym odbywa się wzrost konkurencyjny ziaren, a te o orientacji typu  $[001]$  z najmniejszym kątem  $\alpha$  (Rysunek 65) przechodzą do selektora. W spiralnym selektorze dochodzi do eliminacji ziaren pozostawiając jedno o orientacji potencjalnie z najmniejszym kątem  $\alpha$ . Od wyselekcjonowanego ziarna będącego monokrystalicznym zarodkiem rozpoczyna się monokrystalizacja zamka łopatki.



Rysunek 65. a) przykładowy schemat najczęściej używanych odlewów monokrystalicznych łopatek z charakterystycznymi elementami konstrukcji, b) schemat modelowej łopatki o uproszczonym kształcie, c) schemat konstrukcji selektora połączenia kontynuatora z zamkiem [opracowanie własne]



Zamek jest usytuowany bezpośrednio nad selektorem i krystalizuje później. Defekty zamka mogą być dziedziczone przez pióro. Z tego powodu w głównej mierze od doskonałości jego struktury zależy doskonałość strukturalna całej łopatki. Usytuowanie zamka wraz z jego złożoną geometrią warunkuje powstawanie różnego rodzaju defektów. Kolejny fragment odlewu stanowią zazwyczaj półki stabilizujące będące przejściem do pióra o specyficznej konstrukcji aerodynamicznej. Jego przekroje poprzeczne są znacznie mniejsze od przekrojów zamka. Element ten przez swoją smukłość może posiadać defekty utworzone, poprzez całkiem inne mechanizmy niż obecne w zamku. Pióro w odróżnieniu od masywnego zamka jest elementem cienkościennym, którego duży wpływ mają ścianki formy odlewniczej. Zamek jest fragmentem dość masywnym, co sugeruje, że mogą w nim występować obszary niezaburzonej ustalonej krystalizacji. Na tle, takich obszarów można w łatwiejszy sposób rozpatrywać ustalone obszary zdefektowania strukturalnego.

Analizę struktury stopów CMSX-6 oraz CMSX-4 odlewów zamków łopatek rozpoczęto od porównania fragmentów zamka. W tym celu wykonano serię zglądów metalograficznych jego przekroju wzdłużnego. Zglądy wzdłużne zarówno dla stopu CMSX-4 jak i CMSX-6 zostały wykonane z fragmentów zamków ulokowanych bezpośrednio nad połączeniem selektora z zamkiem. Na *rysunku 66* przedstawiono schemat łopatki z nadstopu CMSX-6 otrzymany z prędkością  $V_t=1$  mm/min wraz z badanym zglądem CLR1 fragmentu zamka, schematem połączenia selektora z zamkiem z użyciem kontynuatora i osią łopatki Z. Płaszczyzna zglądu CLR1 była równoległa do osi łopatki Z i przechodziła przez środek przekrój poprzeczny selektora i kontynuatora. Założono, że w ten sposób badania otrzymanych zglądów umożliwią określenie wpływu selektora na zdefektowanie fragmentów zamka.

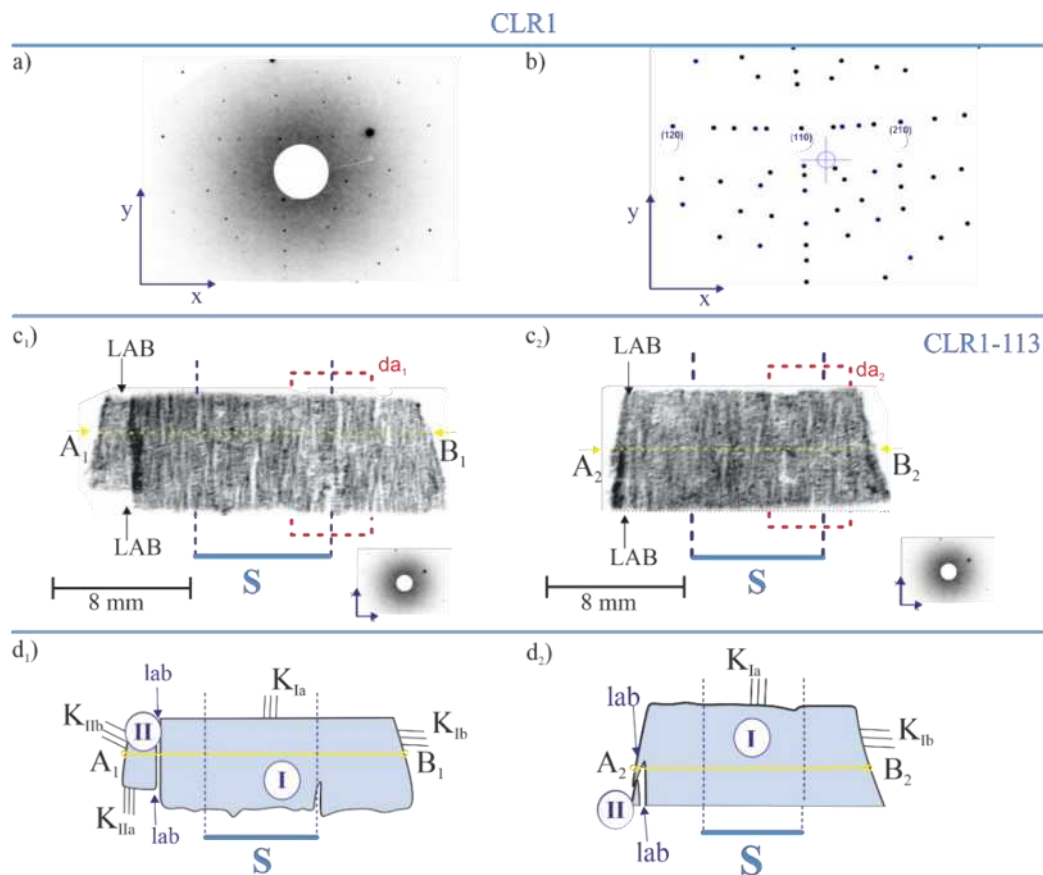
Badania orientacji krystalograficznej metodą Laue pozwoliły na poprawne zorientowanie zglądu CLR1 które jest konieczne do wykonania topogramów rentgenowskich. Na podstawie otrzymanych Luegramów określono kąt pomiędzy powierzchnią zglądu a płaszczyzną dyfrakcyjną (113) który wynosił  $29,84^\circ$ .

Wykonano topogramy z wykorzystaniem zmodyfikowanej metody Auleytnera dla refleksów 113. Topogramy rentgenowskie wizualizują wzajemną dezorientację sąsiednich bloków badanej próbki. Seria topogramów fragmentów zglądu zamka z nadstopu CMSX-6 uzyskanego z prędkością wyciągania z pieca 1mm/min przedstawiono na *rysunku 66* (*Rysunek 66*).



Na rysunku 72 przedstawiono, a) Lauegram otrzymany dla powierzchni CLR1, b) symulacje indeksów refleksów dyfrakcyjnych dla powierzchni CLR1,  $c_1$ ,  $c_1$ ) topogramy rentgenowskie refleksu 113 dla fragmentów powierzchni,  $d_1$ ,  $d_2$ ) schematy struktury blokowej wraz z pasmami zespołu ramion dendrytów  $K_a$  oraz ramion  $K_b$  prostopadłych do  $K_a$  i schematem ułożenia granic niskiego kąta.

Topogramy refleksu 113 ujawniły blokową strukturę. Na topogramie (Rysunek 66  $c_1$ ,  $c_2$ ) są widoczne obszary dwóch bloków oznaczonych I i II. Topogramów pozwalają zwizualizować nie tylko dezorientacje bloków, czyli granice niskiego kąta, ale nawet niewielkie dezorientacje między pasmami kontrastu pochodzącymi od pojedynczych dendrytów. Efekt ten widoczny jest na całych topogramach w postaci cienkich równoległych pasemek podwyższonego kontrastu. W obszarze rzutu obwodu selektora „S” (Rysunek 66  $c_1$ ,  $c_2$ ) na topogramach występują także szersze pasemka obniżonego kontrastu. Nasunięcie obrazów bloku I na bloki II powoduje powstanie podwyższonego pasma wizualizującego granicę niskiego kąta (LAB).

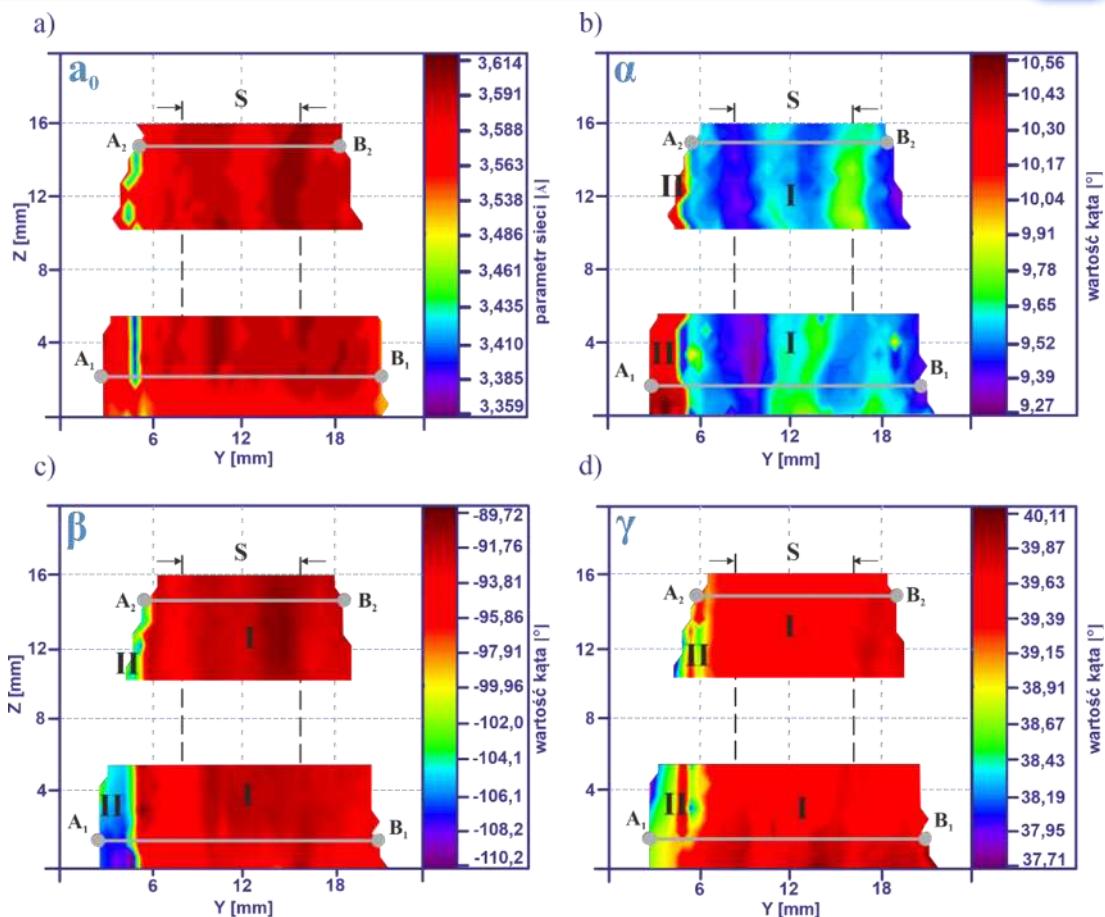


Rysunek 66. Badania dyfrakcji rentgenowskiej nadstopu CMSX-6 powierzchni CLR1, a) -Lauegram zglądu CLR1, b)-Indeksy refleksów dyfrakcyjnych,  $c_1$ ,  $c_2$ )-topogramy fragmentów zamka w pobliżu selektora oraz daleko od niego, na końcu zamka, symulacja,  $d_1$ )  $d_2$ )-schematy topogramów



Badania dyfrakcyjne topografii rentgenowskiej uzupełniono o mapowanie składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$  z wykorzystaniem metody  $\Omega$ -scan. Mapy zostały wykonane za pomocą dedykowanego dyfraktometrem firmy EFG. Uzyskane mapy fragmentów zglądu CLR1 przedstawiono na rysunku 93.

Analiza map potwierdziła występowanie dwóch bloków (I, II) uwidoczniionych na topogramach (*Rysunek 67*). Na mapach parametru sieci  $a_0$  bloki te są oddzielone obszarem spadku wartości  $a_0$ , zlokalizowanym w pobliżu ich granicy (*Rysunek 67 a*). Całkowity zakres zmian  $a_0$  wewnątrz zamka oszacowano na 0,08 Å, wyłączając obniżenie wartości w obszarach nisko kątowych granic. Lokalne zmiany wartości parametru sieci są widoczne na całych mapach i występują w tych samych miejscach, gdzie na topogramach uwidoczniiono zmiany orientacji krystalicznej. Mapy kąta  $\alpha$  wyraźnie przedstawiają lokalne zmiany w pasmach, przeważnie równoległych do osi łopatkki (*Rysunek 67 b*). Zakres składowej  $\alpha$  dezorientacji dla obu bloków jest podobny na każdej z map i szacowany na około 0,6°. Bloki są oddzielone wyraźną granicą. Podobnie jak w przypadku map rozkładu parametru sieci, dla składowej  $\alpha$  orientacji pierwotnej zarejestrowano wyraźne zmiany wartości w pasmach centralnej części próbki (*Rysunek 67 b*). Zaburzenia te korespondują z wynikami topografii rentgenowskiej, gdzie w tych obszarach topogramów jest widoczny (choć niezbyt wyraźnie) kolejny blok. Zaburzenia te są widoczne dla składowych wszystkich map, zarówno orientacji pierwotnej, jak i wtórnej. Należy uwzględnić, że centralny obszar próbki jest miejscem usytuowania selektora S.



Rysunek 67. Mapy rozkładu parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$ , składowych  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$  wykonane metodą  $\Omega$ -scan orientacji fragmentów powierzchni zglądów CLR1 nadstopu CMSX-6 dla obszarów zlokalizowanych w pobliżu dolnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_1B_1$  i górnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_2B_2$ , a)-mapa rozkładu parametru sieci  $a_0$ , b)-mapa rozkładu kąta  $\alpha$  c)-mapa rozkładu kąta  $\beta$  d)-mapa rozkładu kąta  $\gamma$  dla  $A_1B_1$  i  $A_2B_2$  - linie pomiaru parametru sieciowego  $a_0$  oraz składowych orientacji

Dodatkowo w celu szczegółowej analizy rozkładu parametru  $a_0$  oraz składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dezorientacji opracowano wykresy wzdłuż odcinków  $A_1B_1$  i  $A_2B_2$ . Odcinek  $A_1B_1$  został wyznaczony w ten sposób, aby zawierał każdą z granicy bloków jak i rzut na zamek obwodu selektora. Natomiast odcinek  $A_2B_2$  wyznaczono w pobliżu górnej krawędzi zamka, aby zbadać możliwy zanik wpływu selektora na parametry  $a_0$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ .

Na rysunkach 68-71 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla odcinka  $A_1B_1$ .

Zaobserwowano wyraźny spadek parametru sieciowego  $a_0$  o  $0,205\text{\AA}$  w pobliżu granicy niskiego kąta bloków I i II. Wewnątrz bloku I zmiany  $a_0$  wahały się w zakresie  $0,004\text{\AA}$  (Rysunek 68). Natomiast wewnątrz obszaru wpływu selektora to jedynie  $0,002\text{\AA}$  a w pobliżu granicy selektora wynosiły  $0,003\text{\AA}$ .

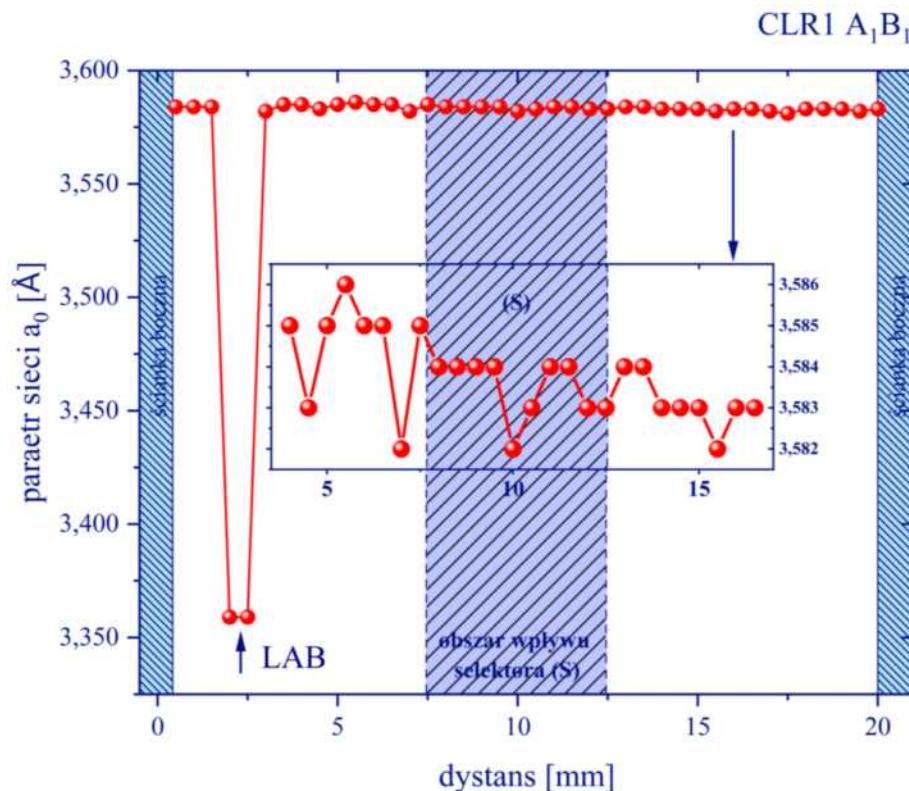




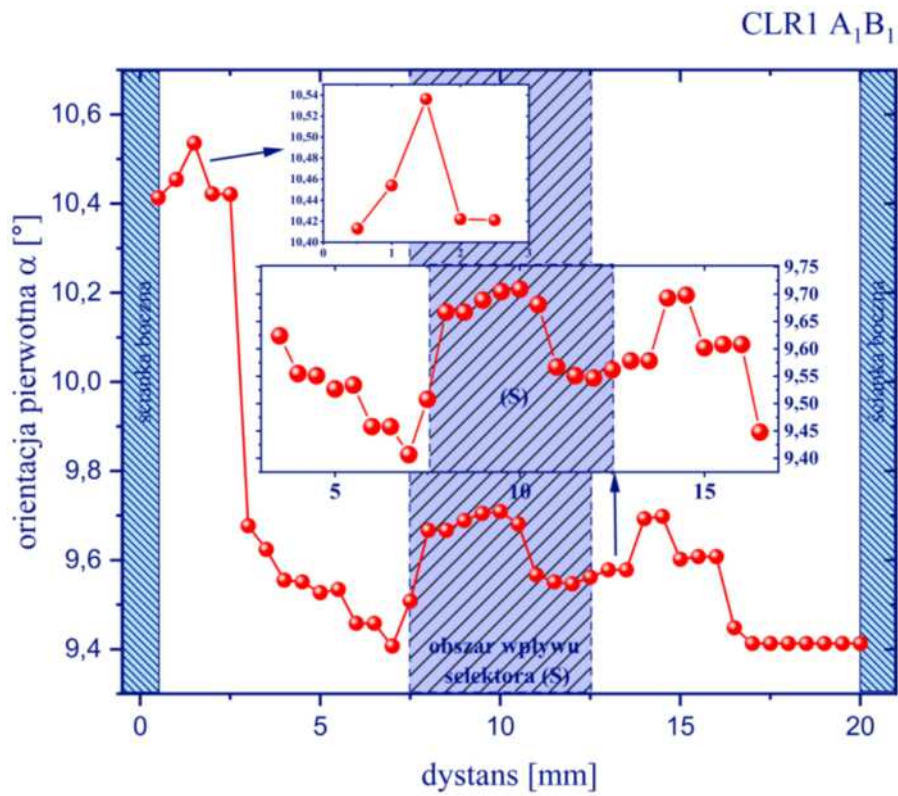
Na wykresie składowej orientacji  $\alpha$  zarejestrowano wyraźną zmianę wartości między blokami, rzędu  $0,08^\circ$  (Rysunek 69). Wewnątrz bloku II zakres zmian  $\alpha$  wynosił  $10,42^\circ$ - $10,54^\circ$  natomiast wewnątrz bloku I zakres zmian  $\alpha$  wynosił  $0,35^\circ$  ( $9,40$ - $9,75^\circ$ ). W pobliżu granic selektora zmiany  $\alpha$  były wyraźne i wahały się w zakresie do  $0,3^\circ$  lewej granicy i  $0,1^\circ$  przy prawej. Przy czym na lewej występował wzrost  $\alpha$ , a na prawej zmniejszenie  $\alpha$ .

Duża zmiana wartości składowej orientacji  $\beta$  wynosząca około  $15^\circ$  wizualizują obszar występowania granicy niskiego kąta (Rysunek 70). Ta składowa orientacji charakteryzuje się również dużym zakresem lokalnych zmian wartości  $\beta$  wewnątrz bloku I, wynoszących około  $9^\circ$ . Natomiast wewnątrz bloku II zakres zmian jest na poziomie  $4,5^\circ$ . Obserwuje się wzrost wartości  $\beta$  na granicach selektora, rzędu  $2^\circ$ .

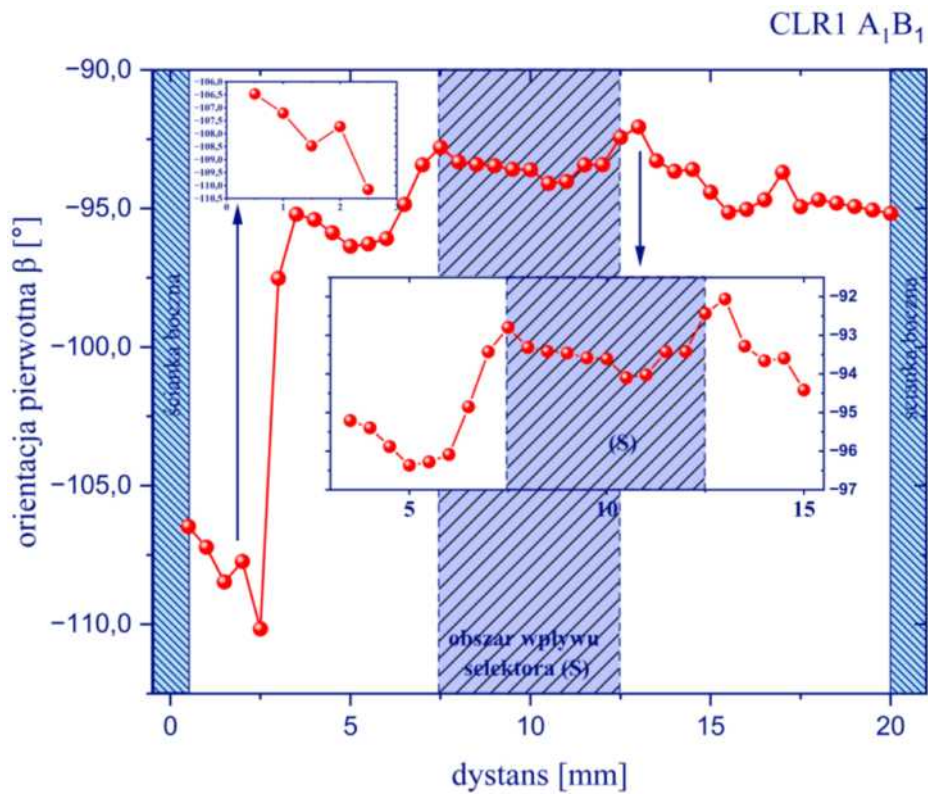
Rozkład składowej  $\gamma$  charakteryzują się dużym stopniem niejednorodności wewnątrz obydwu bloków. Zakres zmian dla bloku I wynosi  $0,5^\circ$ , natomiast dla bloku II  $0,4^\circ$ . Wewnątrz strefy wpływu selektora zakres zmian wynosił  $0,35^\circ$ . Granica niskiego kąta jest wizualizowana przez wyraźną zmianę  $\gamma$  o wartości  $0,5^\circ$  (Rysunek 71).



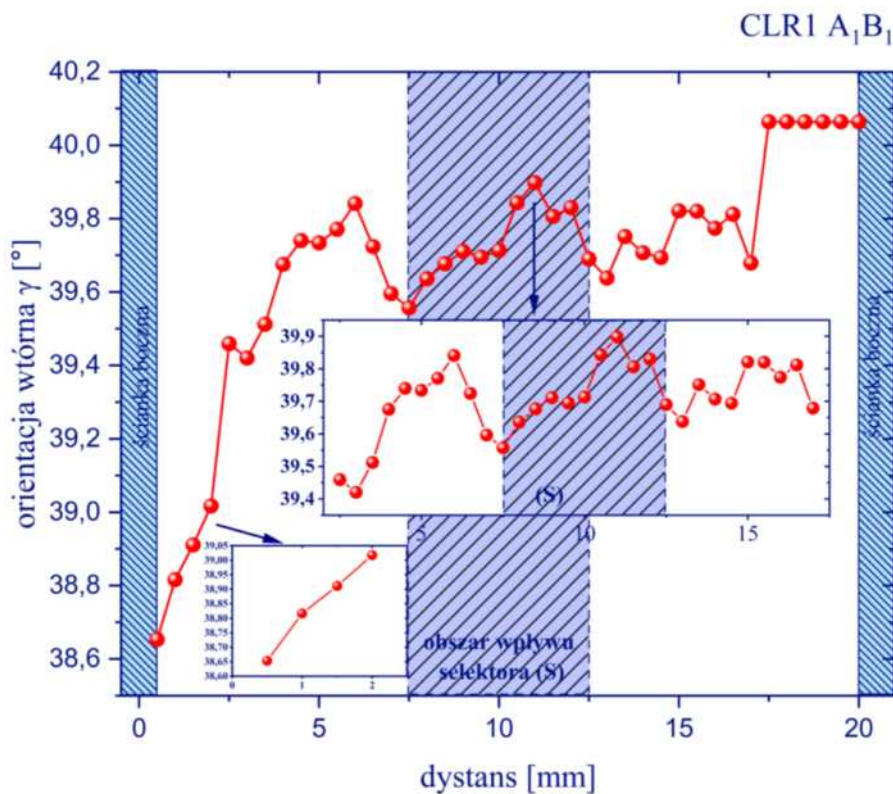
Rysunek 68. Rozkład parametru sieci  $a_0$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru  $A_1B_1$



Rysunek 69. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 70. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 71. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zładu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>

W kolejnym etapie w analogiczny sposób zobrazowano niejednorodności wartości składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  i parametru sieciowego  $a_0$  na linii pomiarowej A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>. Na rysunkach 72-75 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla odcinka A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>

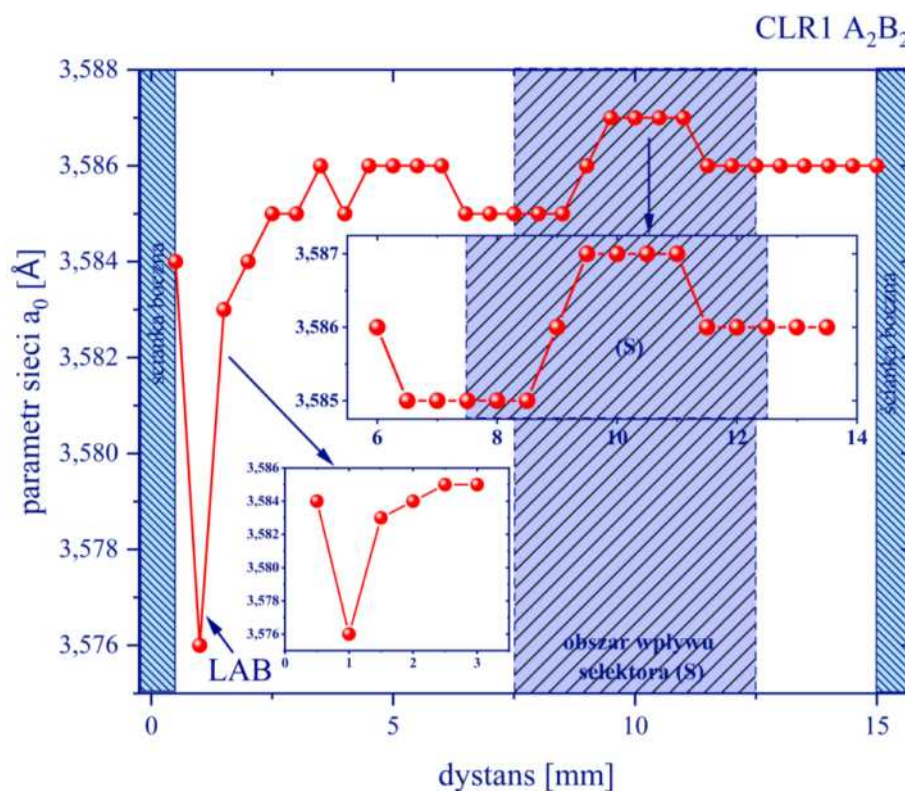
Analiza parametru sieciowego  $a_0$  na długości odcinka A<sub>2</sub>B<sub>2</sub> wykazały spadek wartości parametru  $a_0$  o 0,008Å w pobliżu granicy niskiego kąta bloków I i II. Zmiany wewnątrz bloku I, wahały się w zakresie 0,004 Å (Rysunek 72). Z kolei wewnątrz obszaru wpływu selektora to jedynie 0,002Å. Niejednorodności zmian  $a_0$  rzędu 0,002 Å należy traktować jako fluktuacje statystyczne.

Na wykresie składowej orientacji  $\alpha$  zarejestrowano wyraźną zmianę wartości rzędu 0,65° w obszarze występowania granicy niskiego kąta (LAB) (Rysunek 73). Zakres zmian wewnątrz blok I wynosi około 0,6°. Na granicach selektora nie odnotowano większych zmian. Natomiast w obszarze selektora zarejestrowano wzrost wartości  $\alpha$  o około 0,35°.

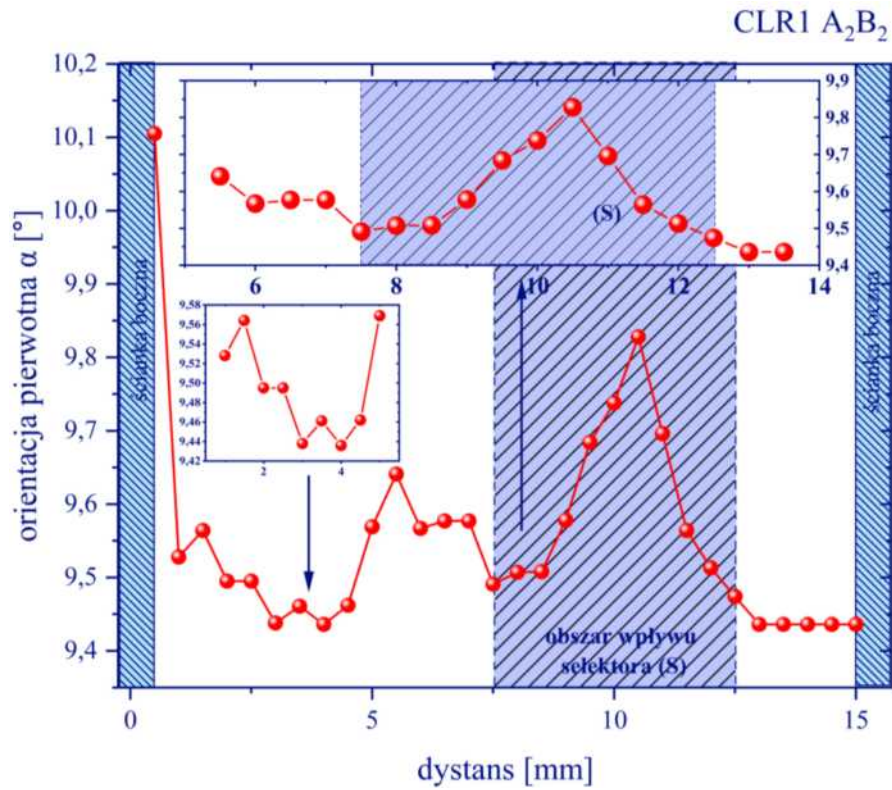


Składowa orientacji  $\beta$  wykazuje dużą zmianę wartości w obszarze granicy niskiego kąta (LAB) (Rysunek 74). Składowa  $\beta$  charakteryzuje się zakresem zmian  $\beta$  wewnątrz bloku I, rzędu  $3,25^\circ$ . zaobserwowano wzrost wartości  $\beta$  o około  $1,5^\circ$  w obszarze wpływu selektora. Natomiast na granicach selektora obserwuje się zmiany  $\beta$  oszacowane na około  $0,6^\circ$ .

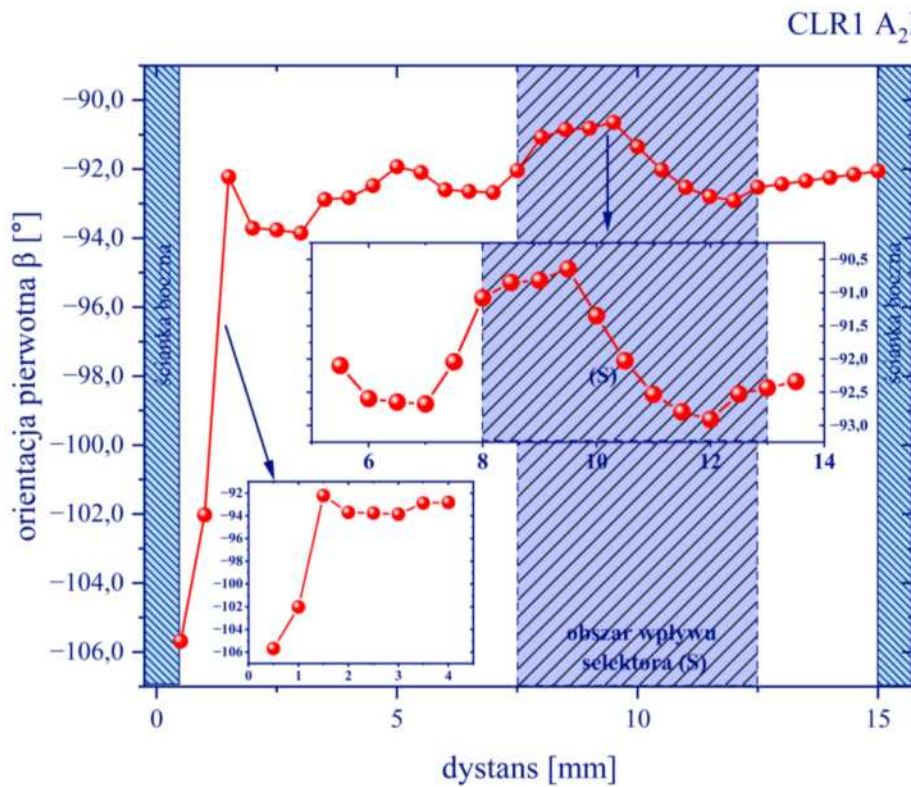
Wykres składowej  $\gamma$  wewnątrz bloku I charakteryzuje się zakresem zmiany szacowanym na około  $0,36^\circ$ . Natomiast wewnątrz strefy wpływu selektora zmiany wahały się w zakresie  $0,26^\circ$ . Wyraźny spadek wartości  $\gamma$  o około  $0,4^\circ$  zaobserwowano w pobliżu granicy niskiego kąta (LAB) (Rysunek 75).



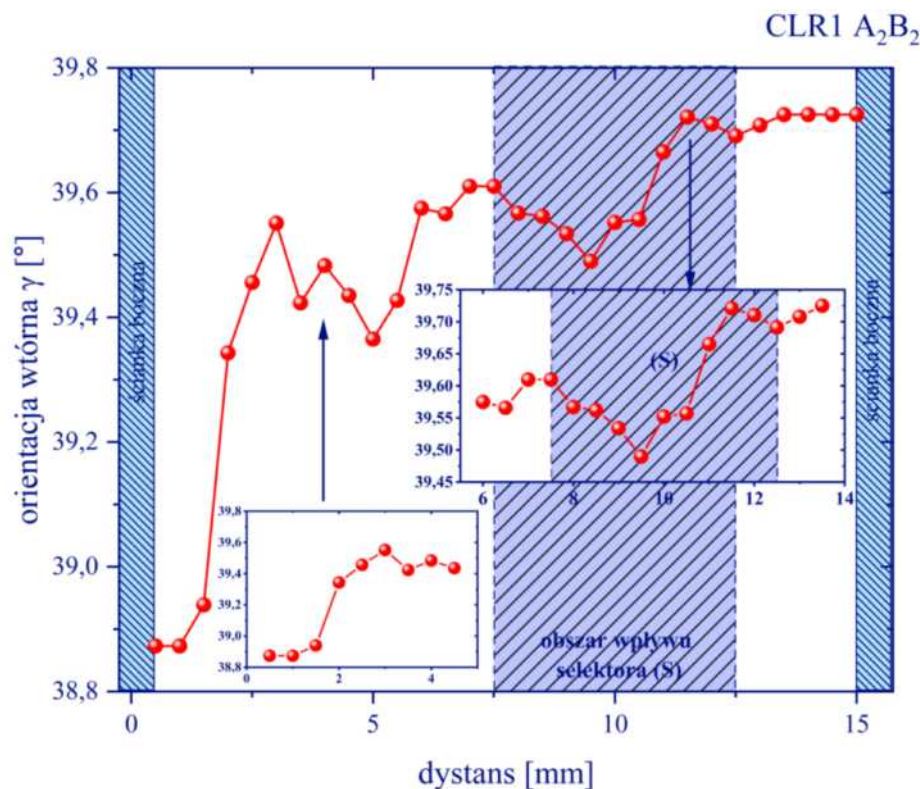
Rysunek 72. Rozkład parametru sieci  $a_0$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru  $A_2B_2$



Rysunek 73. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 74. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 75. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zglądu CLR1 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>

Następnie dokonano analizy powierzchni zglądu CLR3 otrzymanego z odlewu łopatkę wykonanej z nadstopu niklu CMSX-6 z prędkością 3 mm/min. Powierzchnia CLR3 została wycięta według schematu (Rysunek 65).

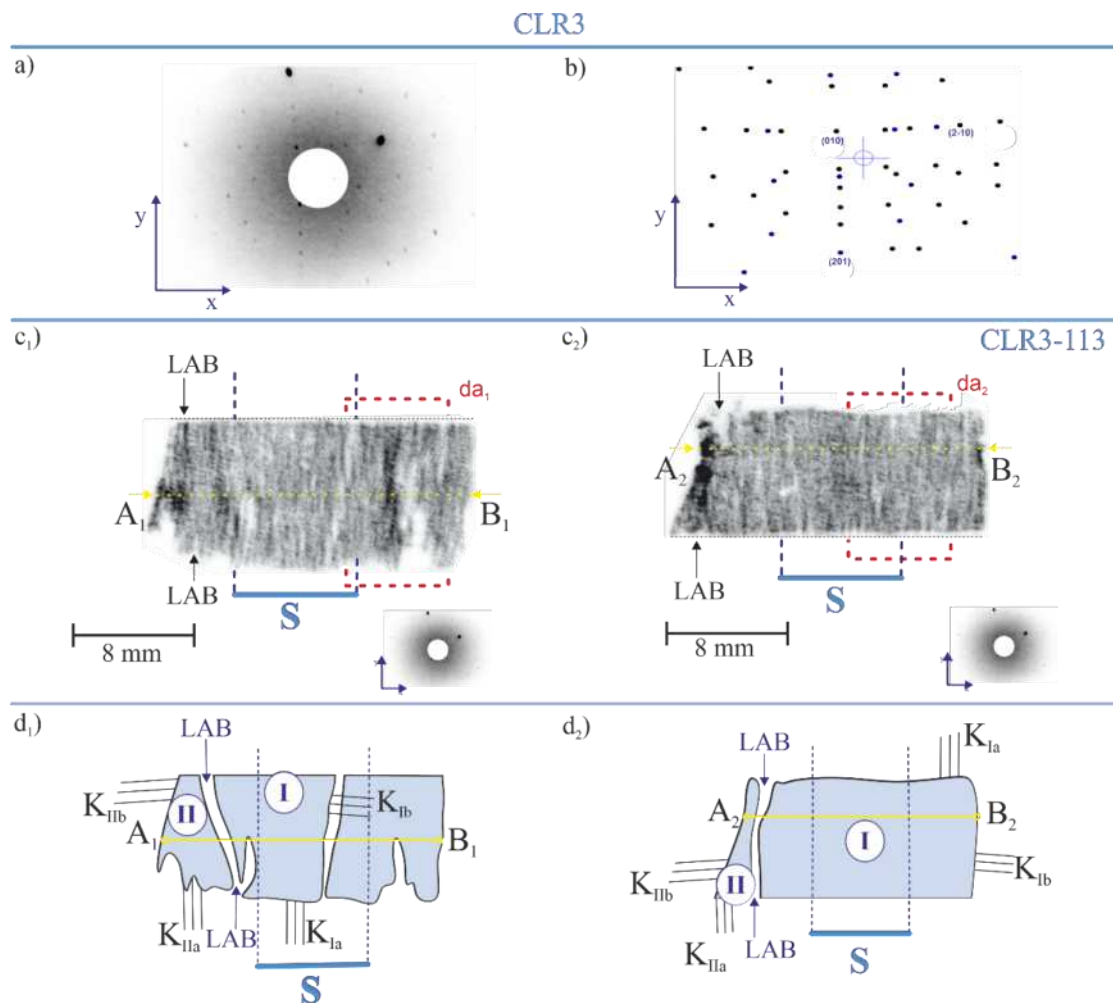
Analizę rozpoczęto od zorientowania powierzchni próbki za pomocą metody Laue. Na podstawie otrzymanych Lauegramów powierzchni próbki CLR3 określono kąt pomiędzy powierzchnią zglądu a płaszczyzną dyfrakcyjną (113).

Zachowując przyjętą konwencję badań wykonano serię topogramów z wykorzystaniem zmodyfikowanej metody Auleytnera. Uzyskano topogramy dla refleksów 113. Seria topogramów dla zglądu CLR3 uzyskanej z fragmentu zamka odlanego z nadstopu CMSX-6 z prędkością wyciągania z pieca 3mm/min została przedstawiona na rysunku 76 (Rysunek 76).

Na topogramach powierzchni CLR3 dla refleksu 113 zaobserwowano strukturę blokową, gdzie wyraźnie widoczne są obszary oznaczone jako I i II. Efekt obniżonego kontrastu w środkowych częściach topogramów wskazuje na lokalne dezorientacje dendrytów. Bliżej prawej krawędzi (Rysunek 76 c1) zaobserwowano silny zanik kontrastu związany z lokalnym zdefektowaniem. W obszarze rzutu obwodu selektora



„S” na topogramach występują przerwy i obniżenia kontrastu pasm pojedynczych dendrytów (Rysunek 76c<sub>1</sub>, c<sub>2</sub>). Zaburzenia te są skoncentrowane w obszarach sąsiadujących z selektorem "S". Na górnej i dolnej krawędzi topogramów obserwuje się brak regularności kontrastu (Rysunek 76c<sub>1</sub>, c<sub>2</sub>). W pobliżu prawej krawędzi próbki widoczne są niewielkie obszary rozmycia, świadczące o lokalnych zmianach orientacyjnych (Rysunek 76c<sub>1</sub>, c<sub>2</sub>). Nakładanie się obrazów bloków I na bloki II powoduje powstanie podwyższonego pasma wizualizującego granicę niskiego kąta (LAB).



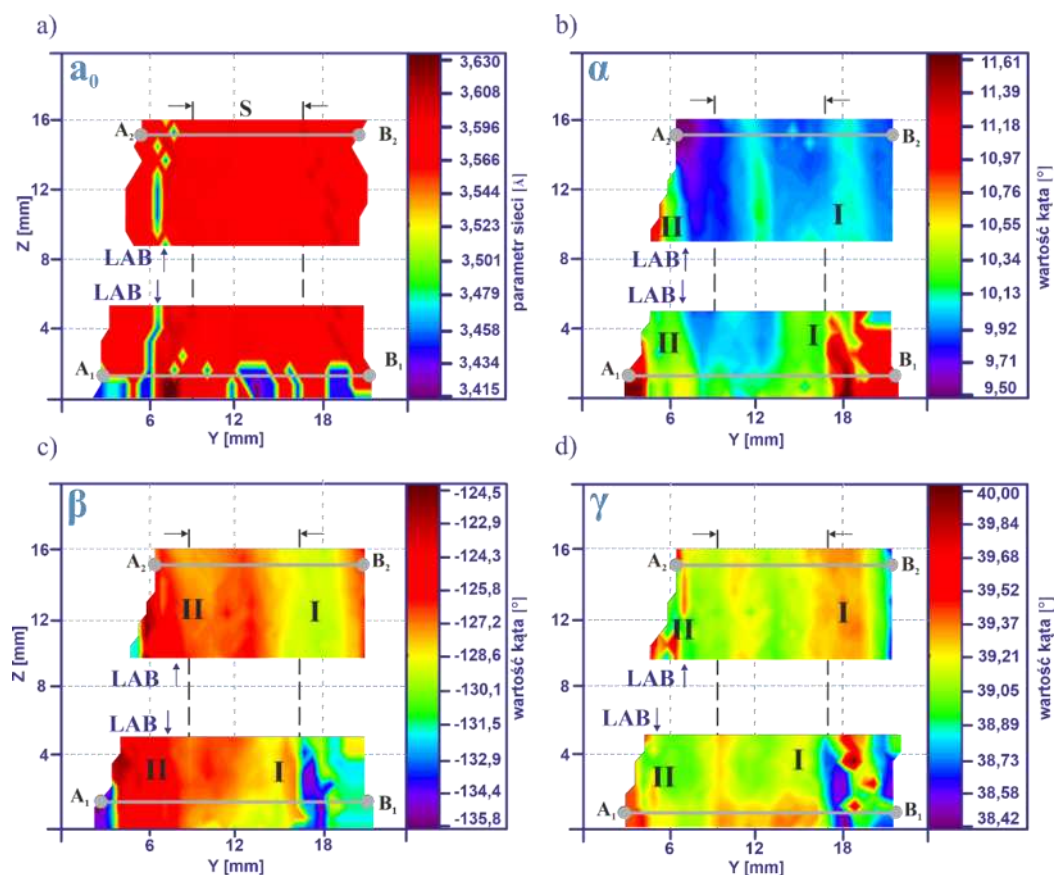
Rysunek 76. Badania dyfrakcji rentgenowskiej nadstopu CMSX-6 powierzchni CLR3, a) -Lauegram zglądu CLR3, b)-Indeksy refleksów dyfrakcyjnych, c<sub>1</sub>), c<sub>2</sub>)-topogramy fragmentów zamka w pobliżu selektora oraz daleko od niego, na końcu zamka, symulacja, d<sub>1</sub>) d<sub>2</sub>)-schematy topogramów

Mapy rozkładu składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieciowego otrzymanych dzięki zastosowaniu metody  $\Omega$ -scan, dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 otrzymanego z  $V_t=3\text{mm/min}$  przedstawiono na rysunku 77.

Analiza map potwierdziła obecność zdeorientowanych bloków (I i II) zarejestrowanych metodami topografii rentgenowskiej (Rysunek 77). Mapy parametru sieci



$a_0$  uwidoczniły obszar spadek wartości parametru  $a_0$  zlokalizowany w obszarze granicznym bloków (Rysunek 77 a). Całkowity zakres zmian  $a_0$  wewnątrz zamka oszacowano na  $0,07\text{\AA}$ . Lokalne zmiany wartości parametru sieci  $a_0$  są zlokalizowane w tożsamy obszarach zmian orientacji krystalicznej uwidoczniomych na topogramach szczególnie na dolnej krawędzi zamka. Mapy orientacji pierwotnej  $\alpha$  wizualizują lokalne zmiany w postaci pasm równoległych do osi łopatki (Rysunek 77 b). zakres kąta  $\alpha$  jest tożsamy dla wszystkich map. Na mapach parametru  $\alpha$  zaobserwowano lokalne zmiany parametru orientacji pierwotnej w wewnątrz bloków. Na prawej krawędzi podstawy zamka zlokalizowano obszar podwyższenia kąta  $\alpha$  korespondujący z defektami sieci krystalicznej widocznymi na topogramach. Niejednorodności pasm wartości orientacji wewnątrz bloków są widoczne dla składowych wszystkich map, zarówno orientacji pierwotnej  $\alpha$ ,  $\beta$ , jak i wtórnej  $\gamma$ . Zaburzenia te są szczególnie widoczne w centralny obszar próbki, który jest miejscem usytuowania selektora S (Rysunek 77).



Rysunek 77. Mapy rozkładu parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$ , składowych  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$  wykonane metodą  $\Omega$ -scan orientacji fragmentów powierzchni zgładów CLR3 nadstopu CMSX-6 dla obszarów zlokalizowanych w pobliżu dolnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_1B_1$  i górnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_2B_2$ , a)-mapa rozkładu parametru sieci  $a_0$ , b)-mapa rozkładu kąta  $\alpha$  c)-mapa rozkładu kąta  $\beta$  d)-mapa rozkładu kąta  $\gamma$  dla  $A_1B_1$  i  $A_2B_2$  - linie pomiaru parametru sieciowego  $a_0$  oraz składowych orientacji





Dodatkowo, w celu dokładniejszej analizy dezorientacji, przeprowadzono opracowanie wykresów liniowych zmian parametrów składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieciowego  $a_0$  dla zglądu CLR3. Na rysunkach 94-97 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla linii pomiarowej  $A_1B_1$ .

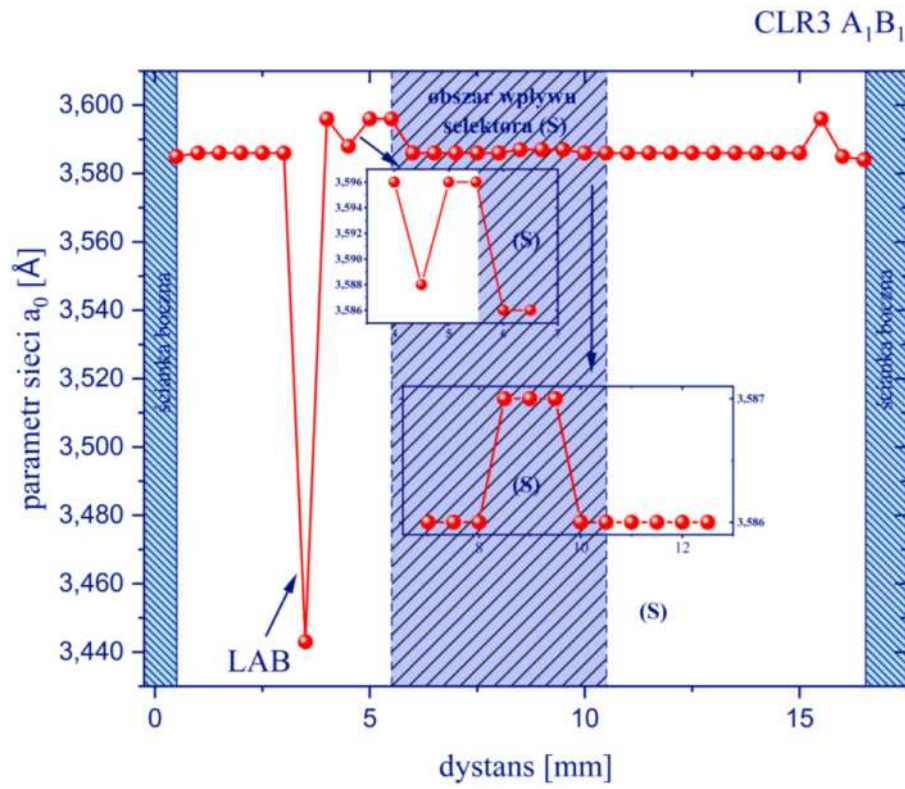
Na rysunkach 78-81 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla odcinka  $A_1B_1$

Zaobserwowano wyraźny spadek parametru sieciowego  $a_0$  o  $0,134\text{\AA}$  w pobliżu granicy niskiego kąta bloków I i II. Wewnątrz bloku I zmiany  $a_0$  wahały się w zakresie  $0,012\text{\AA}$  (Rysunek 78). Natomiast wewnątrz obszaru wpływu selektora nie zarejestrowano zmian, jednak na lewej granicy selektora wynosiły  $0,01\text{\AA}$ .

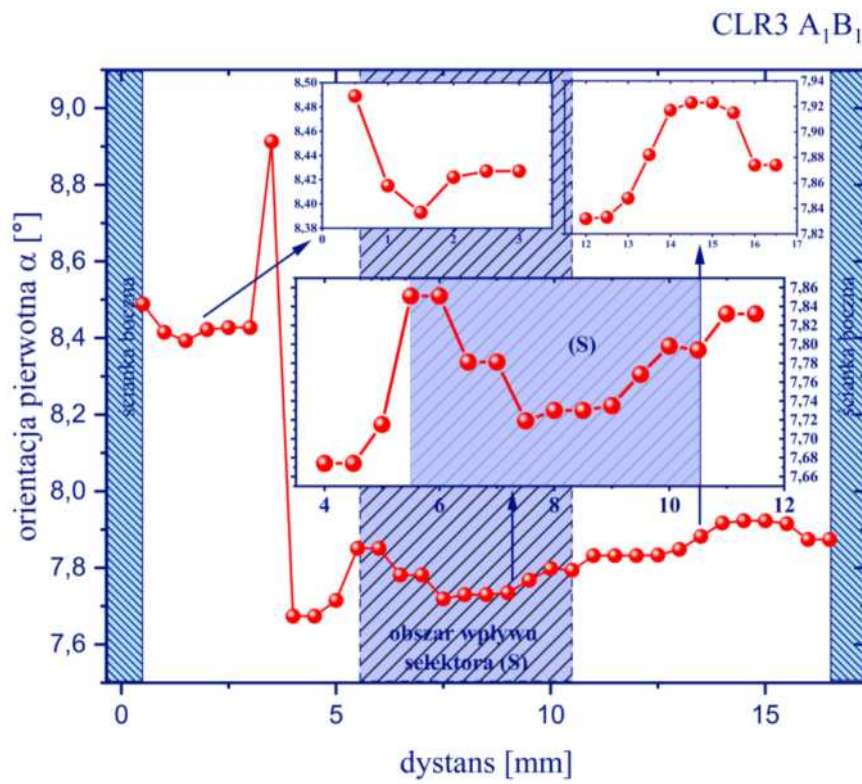
Na wykresie składowej orientacji  $\alpha$  zarejestrowano wyraźną zmianę wartości między blokami, rzędu  $0,65^\circ$  (Rysunek 79). Wewnątrz bloku II zakres zmian  $\alpha$  mieścił się w zakresie  $8,49^\circ$ - $8,39^\circ$  natomiast wewnątrz bloku I zakres zmian  $\alpha$  wynosił  $0,27^\circ$  ( $7,94$ - $7,67^\circ$ ). W pobliżu granic selektora zmiany  $\alpha$  były niewielkie i wahały się w zakresie do  $0,12^\circ$  lewej granicy i  $0,03^\circ$  przy prawej. Przy czym na lewej występował wzrost  $\alpha$ , a na prawej zmniejszenie  $\alpha$ .

Duża zmiana wartości składowej orientacji  $\beta$  wynosząca około  $25^\circ$  wizualizując obszar występowania granicy niskiego kąta (Rysunek 80). Ta składowa orientacji charakteryzuje się również dużym zakresem lokalnych zmian wartości  $\beta$  wewnątrz bloku I, wynoszących około  $3^\circ$ . Natomiast wewnątrz bloku II zakres zmian jest na poziomie  $8^\circ$ . Obserwuje się stałą wartości  $\beta$  granicy selektora, natomiast wewnątrz selektora zakres zmian jest rzędu  $3^\circ$ .

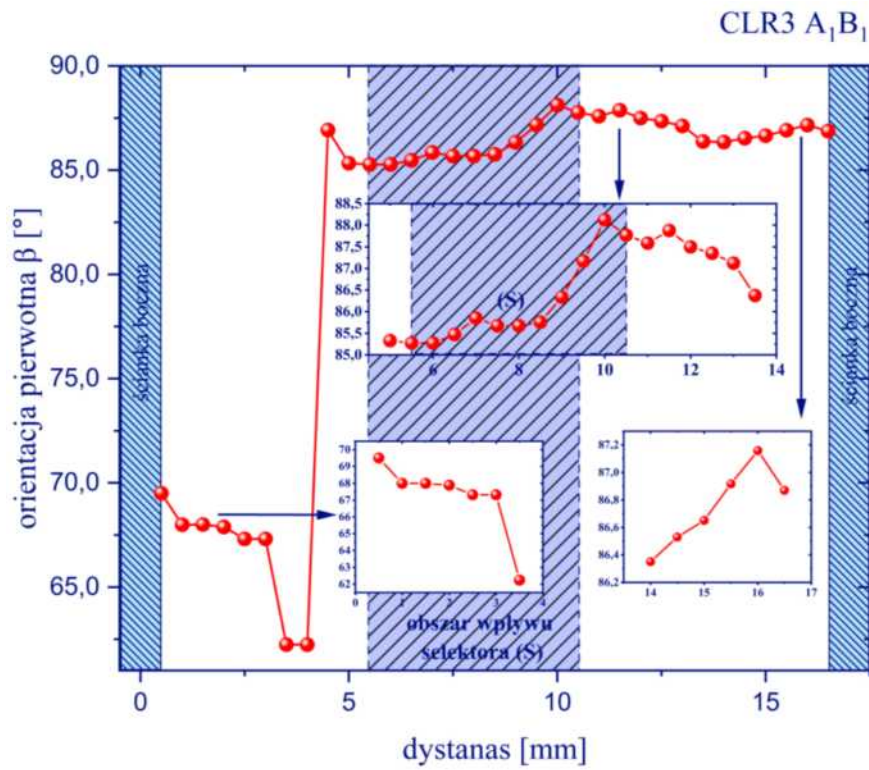
Rozkład składowej  $\gamma$  charakteryzują się dużym stopniem niejednorodności wewnątrz obydwu bloków. Zakres zmian dla bloku I wynosi  $0,3^\circ$ , natomiast dla bloku II  $0,5^\circ$ . Wewnątrz strefy wpływu selektora zakres zmian wynosił  $0,2^\circ$ . Granica niskiego kąta jest wizualizowana przez wyraźną zmianę  $\gamma$  o wartości  $0,82^\circ$  (Rysunek 81).



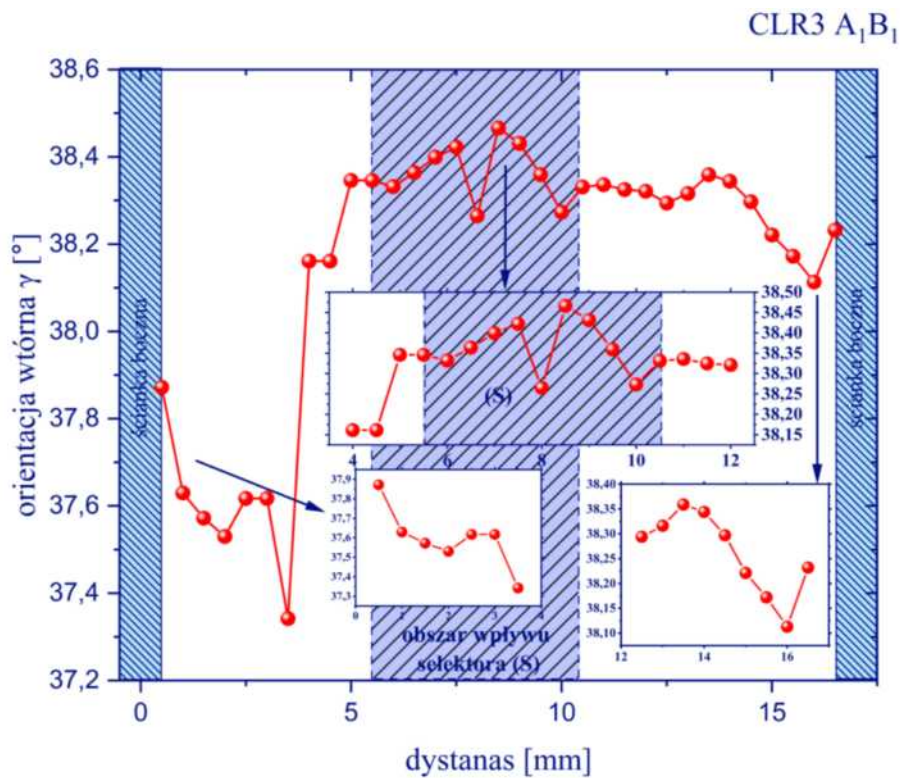
Rysunek 78. Rozkład zmian parametru sieci  $a_0$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 79. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 80. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 81. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



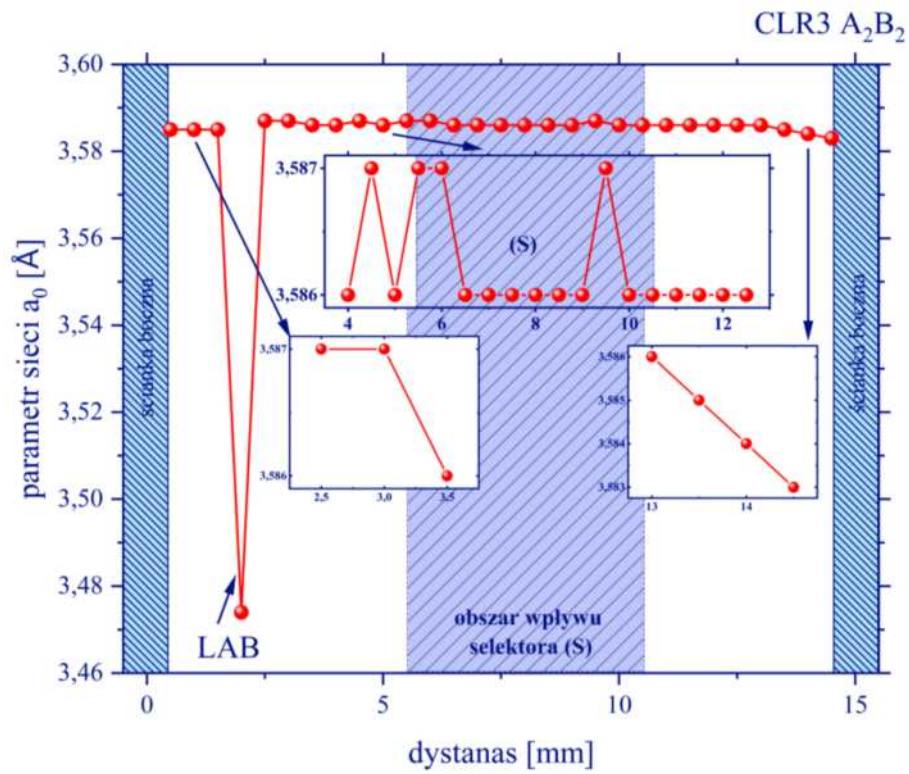
Na rysunkach 82-85 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla odcinka  $A_2B_2$

Wykres parametru sieciowego  $a_0$  nie wykazuje zmian  $a_0$  wewnątrz bloków I i II. Zarejestrowano obniżenie parametru  $a_0$  o około  $0,113\text{\AA}$  w obszarze występowania granicy niskiego kąta (LAB). W okolicy prawej ścianki bocznej zaobserwowano liniowy spadek  $a_0$  o  $0,003\text{ \AA}$  (Rysunek 82). W obszarze selektora oraz na jego granicach zarejestrowano brak zmian.

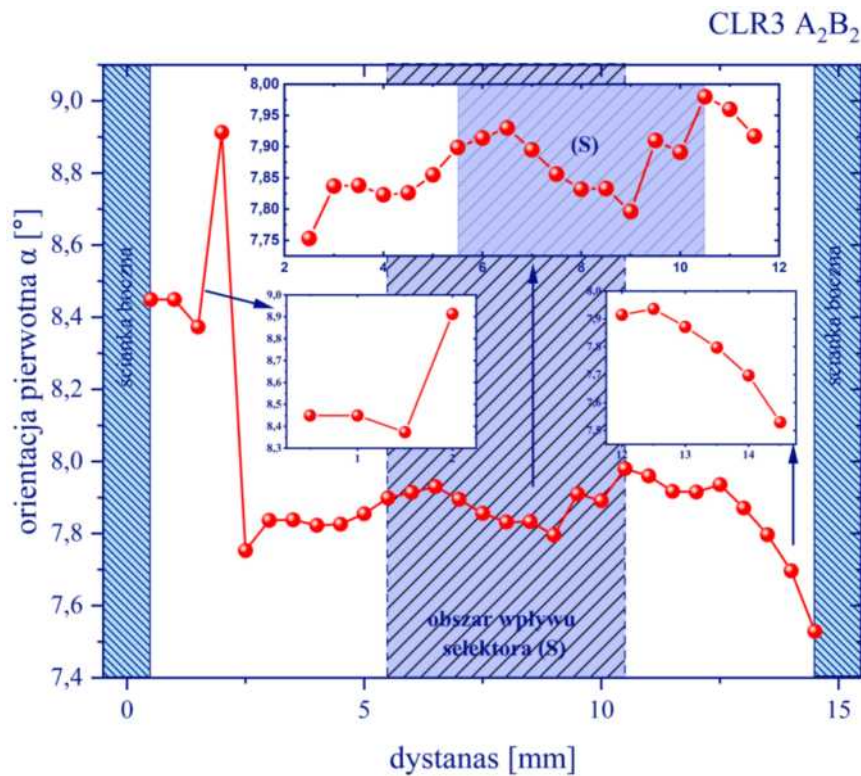
Zakres zmian składowej orientacji  $\alpha$  wewnątrz bloku I wynosi około  $0,28^\circ$  (Rysunek 83). Natomiast bloku II zmiany  $\alpha$  nie przekraczają  $0,15^\circ$ . Na granicach selektora odnotowano wzrost wartości  $\alpha$  a zakres zmian obszaru selektora oszacowano na około  $0,20^\circ$ . Granica niskiego kąta jest wizualizowana przez wyraźną zmianę kąta  $\alpha$  o około  $1,15^\circ$ .

Składowa orientacji  $\beta$  w bloku I wykazuje zakres zmian około  $3^\circ$  (Rysunek 84). Zakres zmian dla obszar wpływu selektora  $1,8^\circ$ . Wewnątrz bloku II zarejestrowano zakres lokalnych zmian  $\beta$  rzędu  $6^\circ$ . Natomiast wyraźną zmianę kąta  $\beta$  o  $25^\circ$  w obszarze zlokalizowania granicy niskiego kąta (LAB).

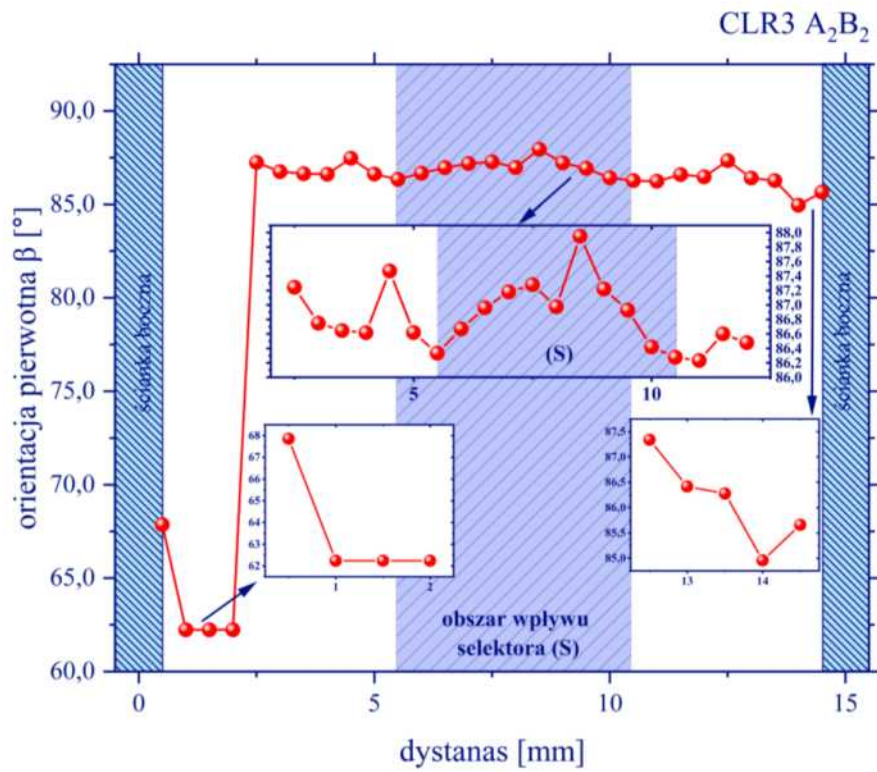
Rozkład składowej  $\gamma$  charakteryzuje duży stopień niejednorodność bloku I. Zakres zmian bloku I oszacowano na  $0,8^\circ$  (Rysunek 85). Obszar wpływu selektora charakteryzują zmiany  $\gamma$  w zakresie około  $0,1^\circ$ . Zarejestrowano zakres zmian składowej  $\gamma$  blok II rzędu  $0,6^\circ$ . Wyraźna zmiana kąta  $\gamma$  o  $0,79^\circ$  zlokalizowana jest w obszarze występowania granicy niskiego kąta (LAB).



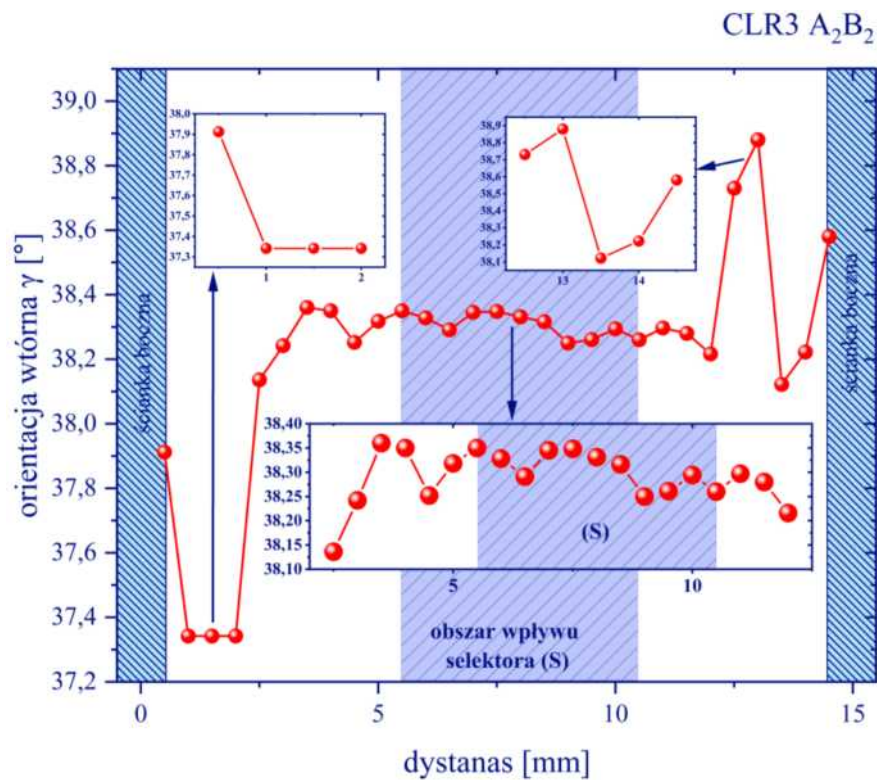
Rysunek 82. Rozkład zmian parametru sieci  $a_0$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 83. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 84. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



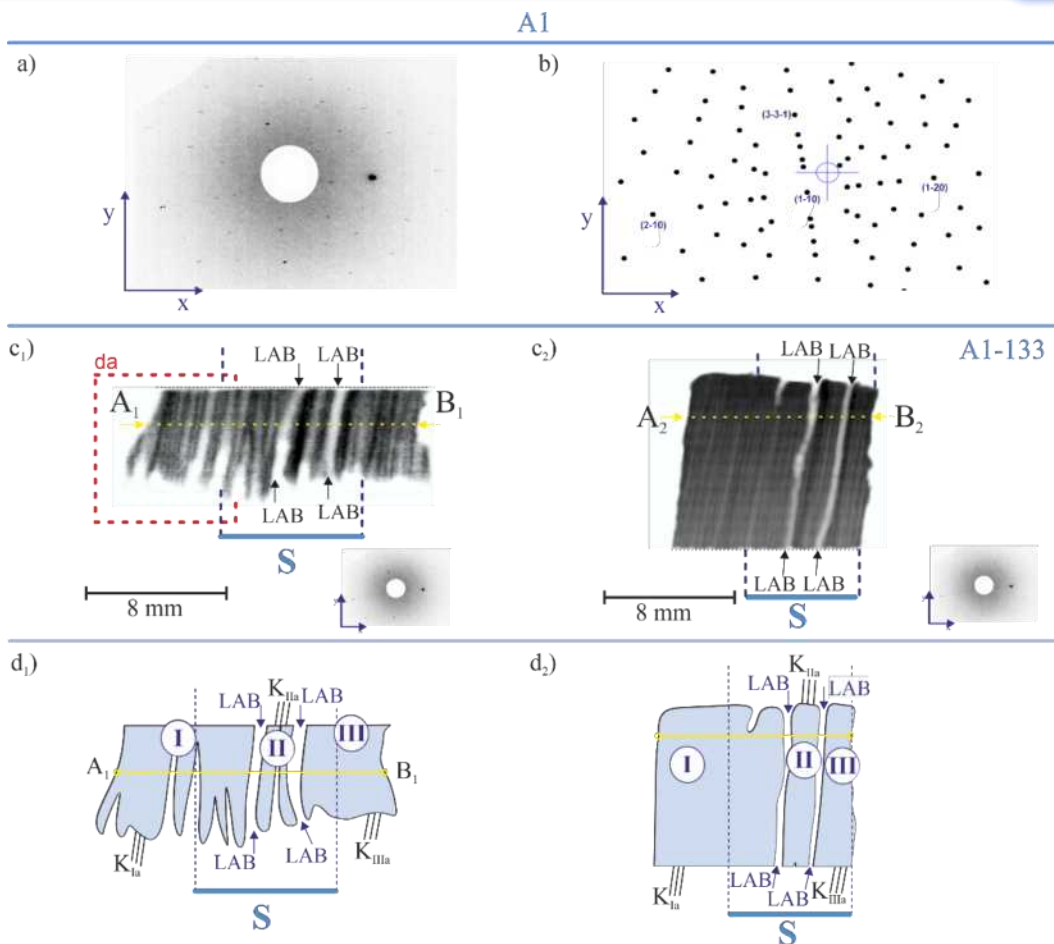
Rysunek 85. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zglądu CLR3 nadstopu CMSX-6 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Badania odlewów fragmentów zamków na stopie lotniczym CMSX-4, przeprowadzono zachowując konfigurację poprzednich eksperymentów. Proces ten ma na celu uchwycenie ewentualnych zmian w mikrostrukturze, zdefektowania sieci krystalicznej i wpływu krystalizacji oraz próby powiązania zmian z różnicami w składzie chemicznym nadstopów. W tym celu dokonano analizy kolejnych zglądów zamka łopatkki na porównywanym stopie CMSX-4. Zgląd został otrzymany z odlewu łopatkki wykonanej z nadstopu CMSX-4 z prędkością wyciągania  $V_t=1$  mm/min.

Odwzorowanie powierzchni A1 w postaci serii topogramów uzyskanych metodami dyfrakcyjnej topografii odbiciowej dla charakterystycznych refleksów zostało przedstawione na *rysunku 86*.

Topogramy refleksu 113 dla powierzchni A1 ujawniały strukturę blokową oraz lokalne zdefektowania struktury krystalicznej. Zdezorientowane bloki oznaczono jako I, II oraz III. Na topogramach w centralnej części widoczne są przesunięcia kontrastu zdezorientowanych bloków, wizualizujące przebieg granic niskiego kąta (LAB). Zaobserwowano dezorientacje między pasmami kontrastu pochodzącymi od pojedynczych dendrytów na topogramach refleksu 113, szczególnie wyraźne w obszarze rzutu selektora „S” oraz dolnej krawędzi zamka, natomiast bliżej górnej krawędzi efekt ten ulega osłabieniu (*Rysunek 86 c1, c2*). Efekt rozmycia pasm kontrastu jest widoczny w sąsiedztwie granicy bloków II i III, znajdujących się w obszarze rzutu obwodu selektora „S” (*Rysunek 86c1, c2*). Oba topogramy potwierdzają występowanie trzech zdezorientowanych bloków oddzielonych granicami niskiego kąta (LAB) (*Rysunek 86 c1, c2*).



Rysunek 86. Badania dyfrakcji rentgenowskiej nadstopu CMSX-6 powierzchni CLR3, a) -Lauegram zglądu CLR3, b)-Indeksy refleksów dyfrakcyjnych, c<sub>1</sub>), c<sub>2</sub>)-topogramy fragmentów zamka w pobliżu selektora oraz daleko od niego, na końcu zamka, symulacja, d<sub>1</sub>) d<sub>2</sub>)-schematy topogramów

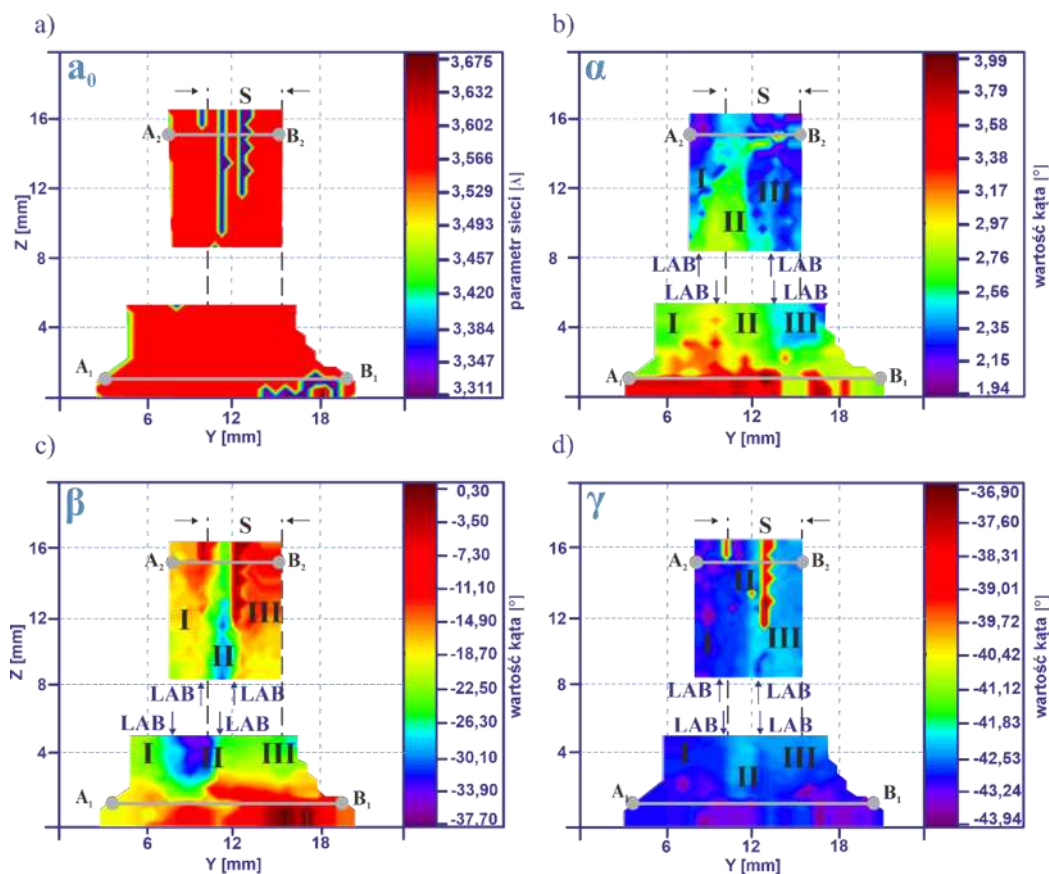
Analiza map składowych orientacji krystalograficznej  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieci  $a_0$ , przedstawionych na rysunku 87, wykazała obecność zdezorientowanych bloków w próbce A1, zgodnie z wcześniejszymi wynikami topografii rentgenowskiej. Mapy orientacji wykazały zmiany wartości mierzalnych parametrów, choć różnice były bardziej rozmyte niż na topogramach.

Mapa parametru sieci  $a_0$  wykazała stabilność wartości w zakresie około 0,07 Å na przestrzeni powierzchni A1, z wyjątkiem linii w centrum zamka łopatki oraz w prawej dolnej krawędzi zamka (Rysunek 87 a). Zakres zmian parametru sieci wynosi około 0,6 Å. Obszary obniżenia wartości parametru  $a_0$  korelują z granicami niskiego kąta OD1, co może być związane z lokalnymi koncentracjami naprężeń. Punktowe maksimum parametru zlokalizowano w obszarze OD2 sekcji półki stabilizującej.





Analiza map składowych orientacji krystalograficznej  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieci  $a_0$ , przedstawionych na rysunku 87. Mapy potwierdziły obecność trzech zdeorientowanych bloków (I, II, III) zarejestrowanymi technikami topografii rentgenowskiej. Mapy orientacji wykazały lokalne zmiany wartości składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  (choć różnice były mniej wyraźne niż na topogramach). Mapy parametru sieci  $a_0$  wykazały stabilność wartości w zakresie około  $0,07 \text{ \AA}$  na powierzchni A1 (Rysunek 87 a). Zakres zmian parametru sieci oszacowano na około  $0,6 \text{ \AA}$ . Na mapie parametru sieci  $a_0$  zlokalizowano obszary obniżenia wartości parametru  $a_0$  korelując z miejscami występowania granic niskiego kąta (LAB). Mapy orientacji pierwotnej  $\alpha$  wykazały zakres zmian szacowany na około  $2^\circ$  (Rysunek 87 b). Zlokalizowano obszar silnych zmian  $\alpha$  na dolnej krawędzi podstawy zamka. Obszar zaburzeń występuje dla wszystkich map składowy orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  i jest miejscem usytuowania selektora „S”. Mapy kąta  $\gamma$  są najbardziej zbliżona do wyników topografii rentgenowskiej, choć wartości graniczne są mniej wyraźne. (Rysunek 87 d).



Rysunek 87. Mapy rozkładu parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$ , składowych  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$  wykonane metodą  $\Omega$ -scan orientacji fragmentów powierzchni zgładów A3 nadstopu CMSX-4 dla obszarów zlokalizowanych w pobliżu dolnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_1B_1$  i górnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_2B_2$ , a)-mapa rozkładu parametru sieci  $a_0$ , b)-mapa rozkładu kąta  $\alpha$  c)-mapa rozkładu kąta  $\beta$  d)-mapa rozkładu kąta  $\gamma$  dla  $A_1B_1$  i  $A_2B_2$  - linie pomiaru parametru sieciowego  $a_0$  oraz składowych orientacji



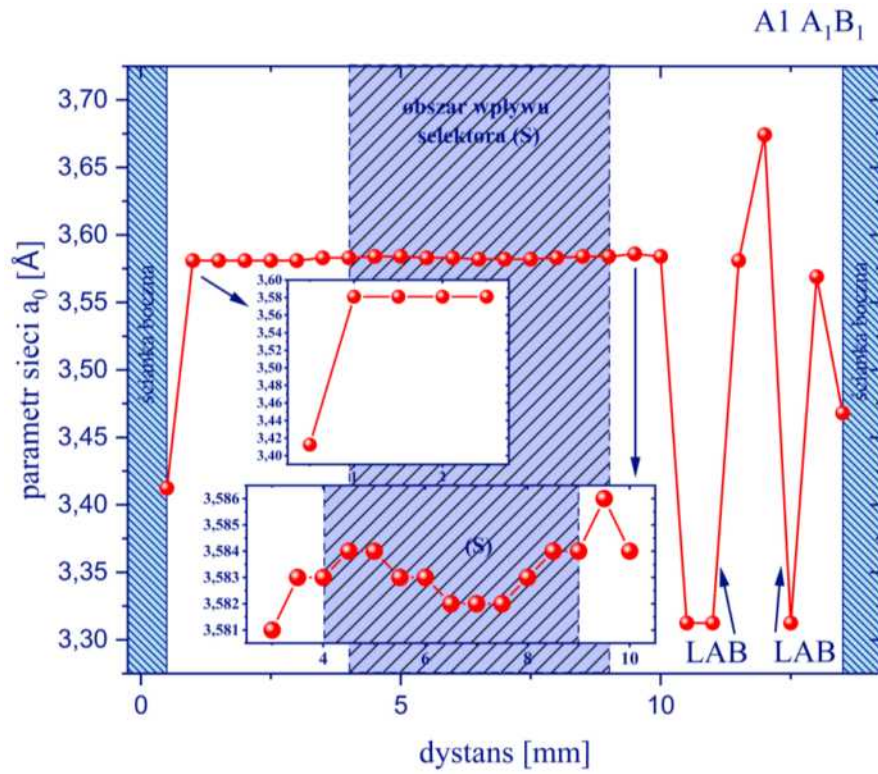
Na podstawie map rozkładu składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  i parametru sieciowego  $a_0$  opracowano wykresy liniowego przebiegu zmian wartości  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz  $a_0$  dla zglądu A1 na linii pomiarowej odcinka A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>. Na rysunkach 88-91 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla odcinka A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>.

Analiza rozkładu parametru sieci  $a_0$  (Rysunek 88) wykazała zakres zmian rzędu 0,36Å. Blok I i II charakteryzują się podobnym zakresem zmian  $a_0$  szacowanym na około 0,005Å. Zaobserwowano podwyższenie wartości  $a_0$  na granicach selektora w zakresie 0,003Å, natomiast zakres zmian wewnątrz selektora to jedynie 0,002Å

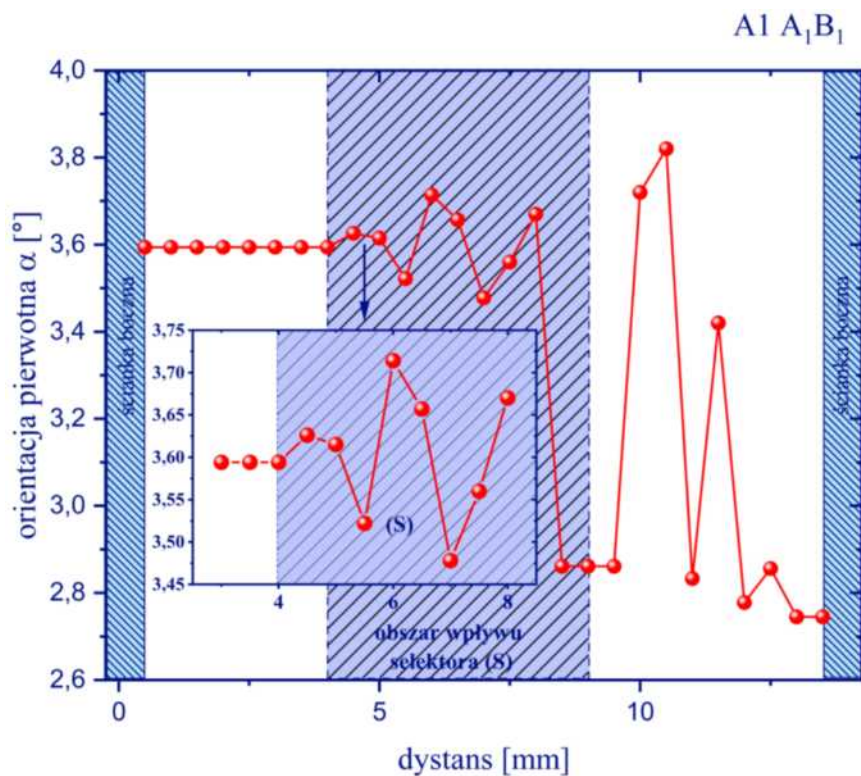
Wykresie składowej  $\alpha$  charakteryzują się zakresem zmian orientacji pierwotnej  $\alpha$  wynoszącym 1,2°. Składowa  $\alpha$  precyzyjniej oddaje różnice orientacji struktury blokowej. Zarejestrowano zakres zmian dla bloku I rzędu 0,02°, 0,89 dla bloku II, natomiast blok III to około 0,72° (Rysunek 89). Bloki oddzielone są wyraźnymi zmianami parametru  $\alpha$  wizualizującymi granice niskiego kąta (LAB). Zakres zmian  $\alpha$  wewnątrz selektora oszacowano na około 0, 85°. Natomiast na jego granicach nie zarejestrowano zmian.

Wykres składowej orientacji  $\beta$  charakteryzuje się dużym stopniem niejednorodności rzędu 20°. Obserwuje się wzrost wartości  $\beta$  dla prawej granicy selektora. Zakres zmian  $\beta$  dla bloku I oszacowano na około 2°, blok II to już 5°, natomiast zmiany wewnątrz bloku III oszacowano na około 8° (Rysunek 90). Zarejestrowano wzrost wartości  $\beta$  na prawej granicy selektora, a zakres zmian wewnątrz selektora waha się w przedziale do 5°.

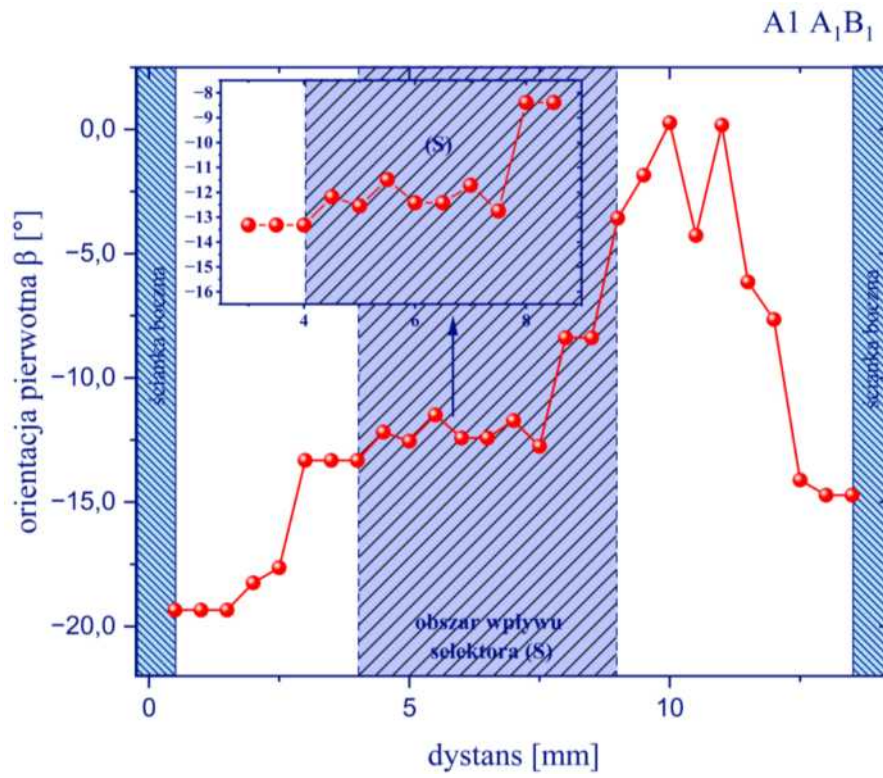
Zmiany składowej orientacji  $\gamma$  mieszczą się w zakresie 1,3°. Rozkład składowej  $\gamma$  charakteryzują się dużym stopniem niejednorodności wewnątrz bloków II i III (Rysunek 91). Zakres zmian bloków II i III są zbliżone i wynoszą około 1,07° dla bloku II i 1° dla bloku III, natomiast zakres zmian  $\gamma$  dla bloku I to zaledwie 0,2°. Na lewej granicy selektora zaobserwowano obniżenie wartości  $\gamma$ .



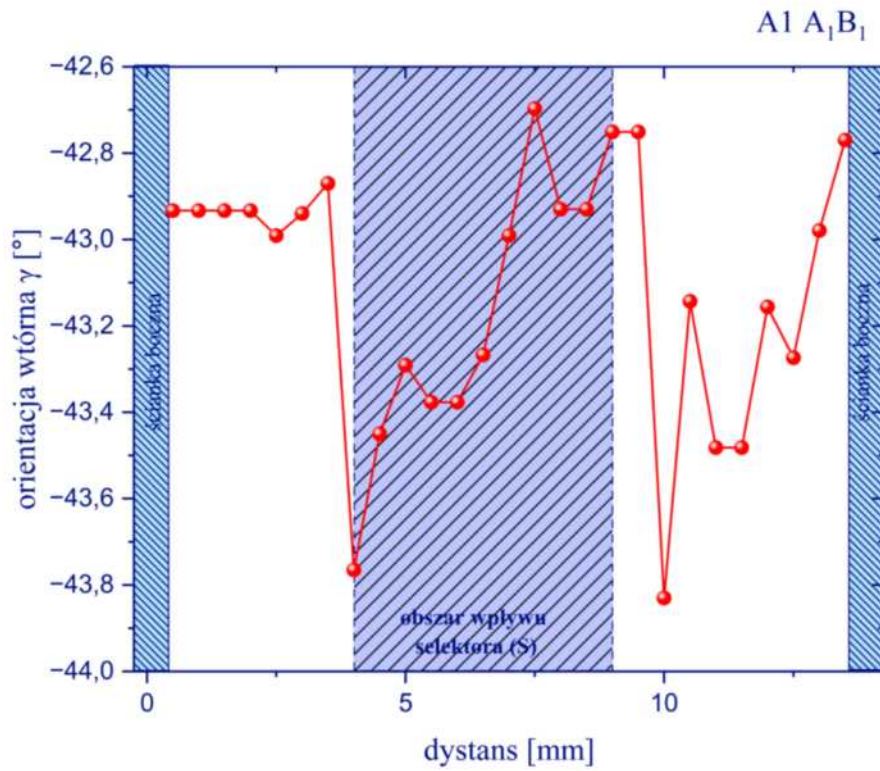
Rysunek 88. Rozkład zmian parametru sieci  $a_0$  dla zglądu A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 89. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 90. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 91. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zglądu A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



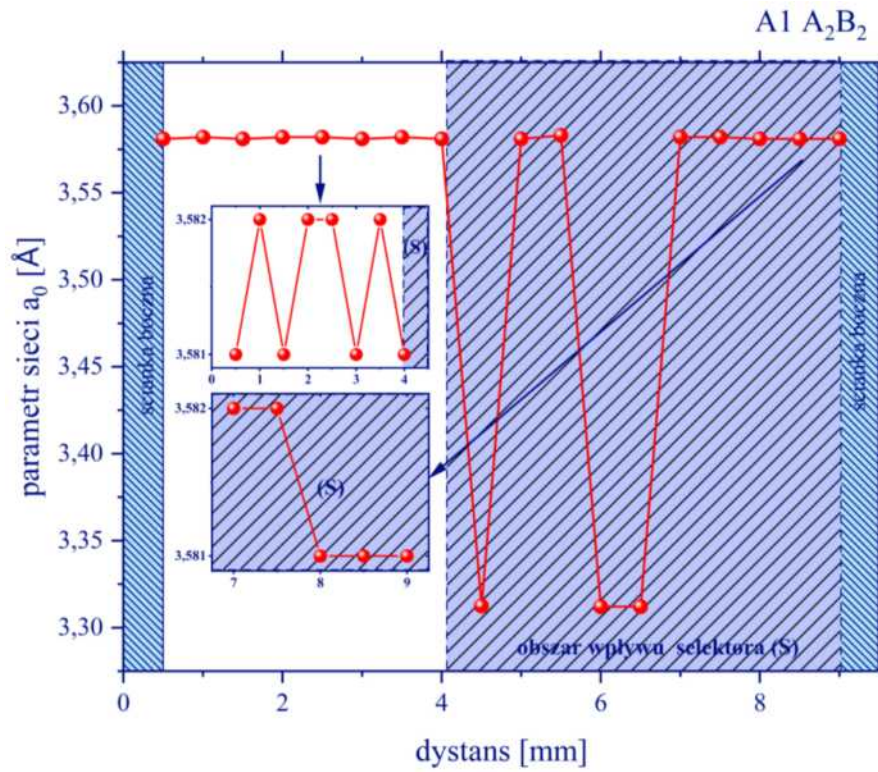
Na rysunkach 92-95 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  linii pomiarowej  $A_2B_2$

Zaobserwowano wyraźne spadki parametru sieci  $a_0$  o  $0,269\text{Å}$  i  $0,268\text{Å}$  w pobliżu granic niskiego kąta (LAB) zarejestrowanych metodami dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej (*Rysunek 92*). Dla rozkład  $a_0$  nie zarejestrowano zmian wewnątrz bloków (I, II, III). Na granicy selektora zaobserwowano podwyższenie wartości parametru sieciowego  $a_0$ .

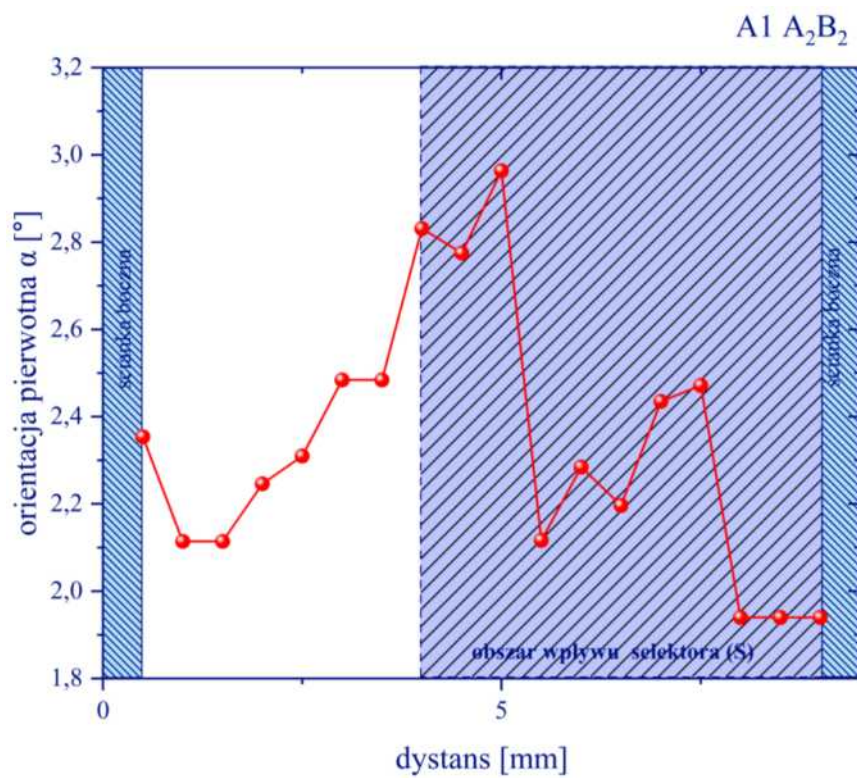
Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  charakteryzują się dużym stopniem niejednorodności wewnątrz bloku I i II. (*Rysunek 93*). Zakres zmian  $\alpha$  wewnątrz bloku I mieści oszacowano na  $0,9^\circ$ . Natomiast wewnątrz bloku II zmiany wahają się w zakresie  $0,55^\circ$ , przy czym zmiany wewnątrz bloku III to zaledwie  $0,05^\circ$ . W pobliżu granic selektora zarejestrowano wzrost  $\alpha$  rzędu  $0,05^\circ$  przy zakresie zmian w jego wnętrzu oszacowanych na około  $0,9^\circ$ .

Na wykresie składowej  $\beta$  zarejestrowano gwałtownymi zmianami kąta  $\beta$  o  $14,37^\circ$ ,  $20,61^\circ$  i  $9,7^\circ$  w pobliżu granic niskiego kąta (LAB) między blokami I, II i III. Wewnątrz bloku I zakres zmian nie przekracza  $1,5^\circ$  podobnie dla bloku II. Natomiast dla bloku III nie zarejestrowano zmian parametru  $\beta$ . Na lewej granicy selektora zaobserwowano wzrost wartości składowej  $\beta$  o wartości  $10,5^\circ$  (*Rysunek 94*).

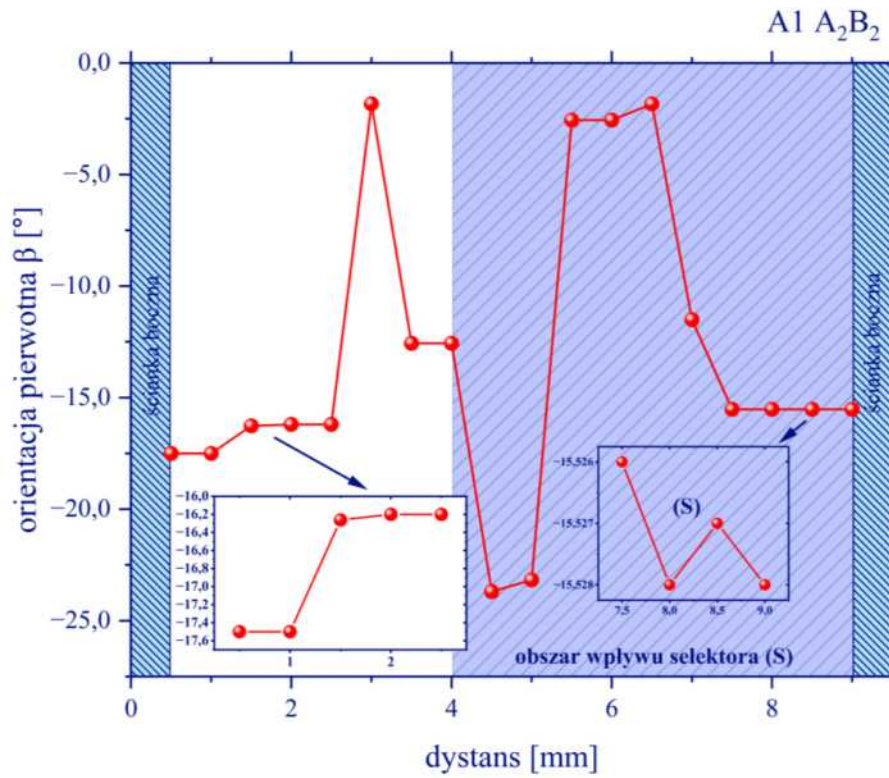
Zakres zmian składowej  $\gamma$  dla bloku I wynosi  $0,5^\circ$ , natomiast dla bloku II  $1,5^\circ$  a bloku III niecałe  $0,33^\circ$  (*Rysunek 95*). Wewnątrz strefy wpływu selektora zakres zmian  $\gamma$  wynosił  $4,1^\circ$ . Na granicy selektora odnotowano niewielki spadek wartości kąta  $\gamma$  rzędu  $0,04^\circ$ . Granice niskiego kąta są wizualizowana przez wyraźną zmianę  $\gamma$  o wartości  $4,66^\circ$  i  $3,61^\circ$ .



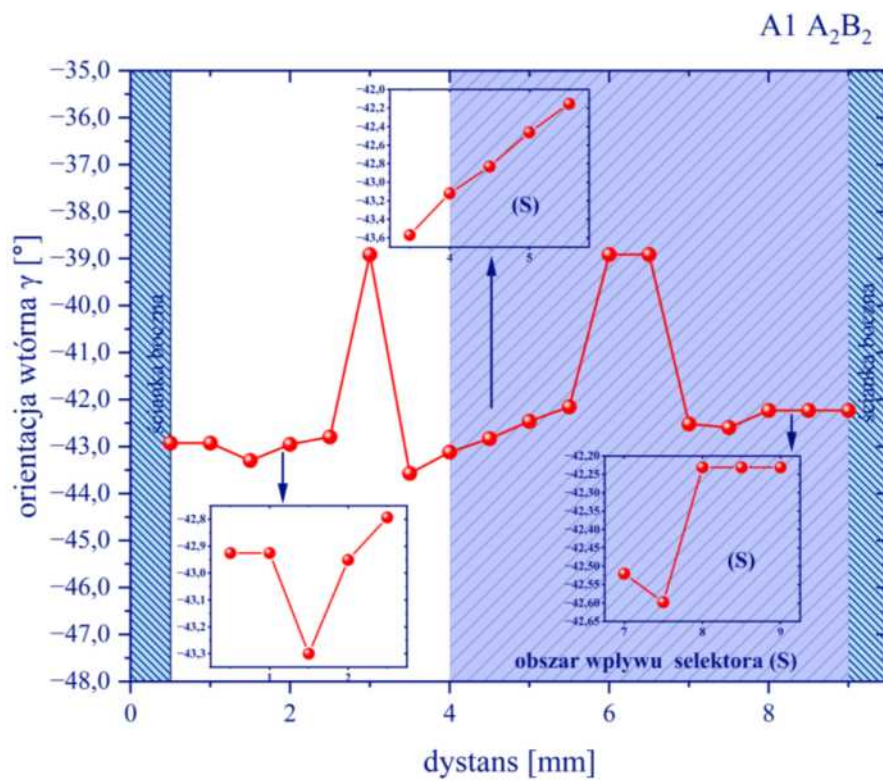
Rysunek 92. Rozkład zmian parametru sieci  $a_0$  dla zładu A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 93. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zładu A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 94. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zębatki A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>

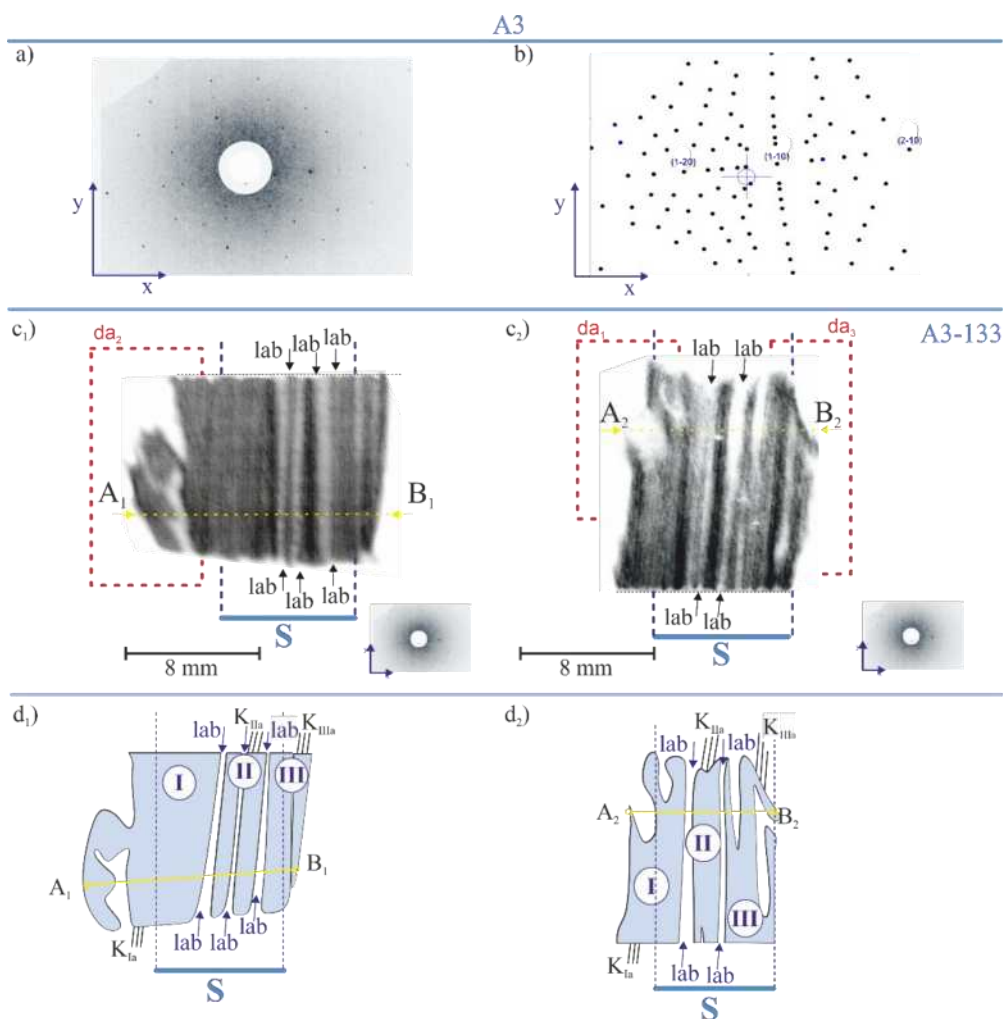


Rysunek 95. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zębatki A1 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>

Następnie przeprowadzono analizę wyników dla kolejnego fragmentu zamka łopatkii odlanego z nadstopu CMSX-4, wyciąganego z prędkością  $V_t=3$  mm/min.



Topogramy powierzchni A3 dla refleksu 113 ujawniły strukturę blokową, widoczne są trzy zdeorientowane bloki oznaczone jako I, II, III (Rysunek 96 c1, c2). Zarejestrowano równoległe pasma kontrastu oraz ich przesunięcia w centralnej części topogramów, wizualizujące przebieg granic niskiego kąta (LAB). Wzdłużne zdeorientowane pasma kontrastu oraz jego osłabienia od pojedynczych dendrytów zlokalizowane są w bezpośrednim sąsiedztwie granic (LAB), co świadczy o dużym zdefektowaniu sieci krystalicznej w obszarze rzutu obwodu selektora „S”. Na topogramie zaobserwowano przerwę w pasmach kontrastu w lewej części obszaru podstawy zamka (Rysunek 96). Na górnej krawędzi zamka zarejestrowano silny efekt ugięcia pasma kontrastu wynikający ze znaczącego zdefektowania sieci krystalicznej. Efekt dezorientacji pasm kontrastu od pojedynczych dendrytów ulega wzmocnieniu w obszarze górnej krawędzi zamka (Rysunek 96 c2). Oba topogramy potwierdzają występowanie trzech zdeorientowanych bloków (I, II i III) oddzielonych granicami niskiego kąta (LAB).

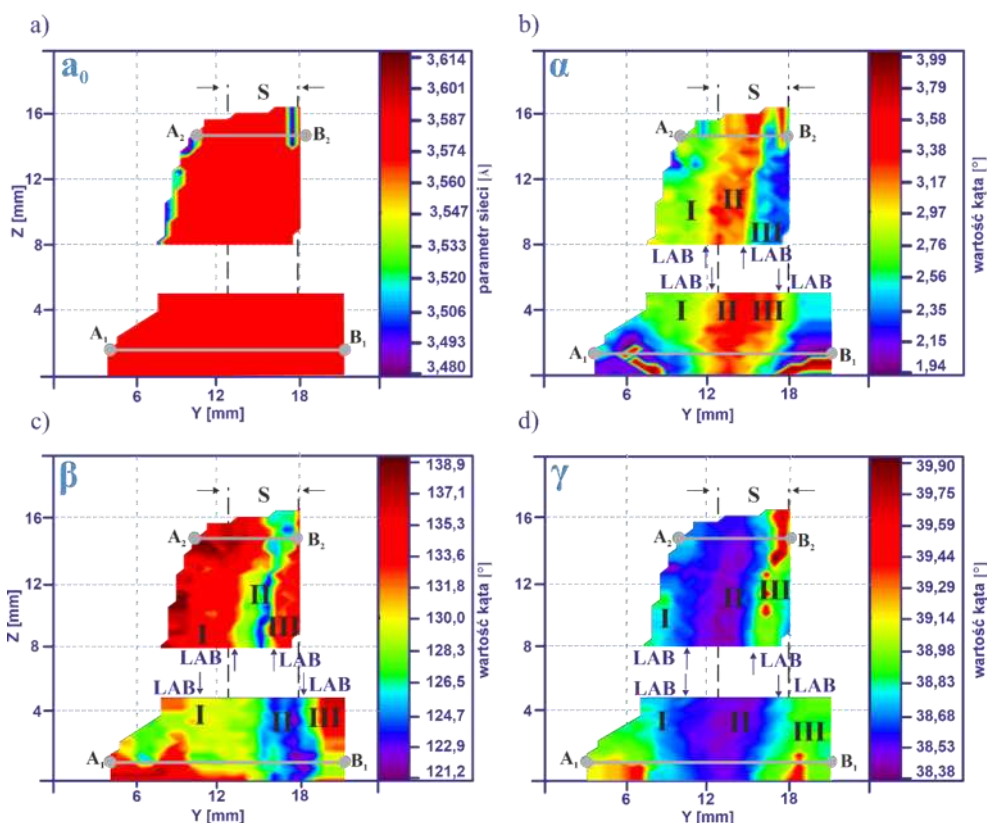


Rysunek 96. Badania dyfrakcji rentgenowskiej nadstopu CMSX-4 powierzchni A1, a) -Lauegram zglądu A1, b)-Indeksy refleksów dyfrakcyjnych, c1), c2)-topogramy fragmentów zamka w pobliżu selektora oraz daleko od niego, na końcu zamka, symulacja, d1) d2)-schematy topogramów





Mapy składowych orientacji krystalograficznej  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieci  $a_0$  dla powierzchni A3 zamka nadstopu CMSX-4 otrzymanego z prędkością  $V_f=3\text{mm/min}$  przedstawiono na rysunku 97 (Rysunek 97). Mapy potwierdza istnienie trzech zdeorientowanych bloków (I, II, III) oraz lokalnych zaburzeń sieci krystalicznej wykrytych wcześniej metodą dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej. Mapy parametru sieci  $a_0$  wykazuje stabilność w zakresie około  $0,01 \text{ \AA}$ . Na mapach  $a_0$  zarejestrowano obszary obniżenia wartości parametru sieci  $a_0$  w górnej części zamka na jego bocznych krawędziach (Rysunek 97 a). Obszar obniżenia  $a_0$  na prawej krawędzi odpowiada lokalizacji granicy niskiego kąta (LAB) na topogramach. Mapy kąta  $\alpha$  wyraźnie przedstawiają lokalne zmiany w pasmach, przeważnie równoległych do osi łopatki. Zakres składowej  $\alpha$  dezorientacji dla wszystkich trzech bloków jest podobny na każdej z map i szacowany na około  $0,9^\circ$ . Cała dolna krawędź podstawy zamka wykazuje największy stopień dezorientacji, szczególnie w obszarze wpływu selektora „S” dla wszystkich map składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ . Mapy składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  wizualizują odmienny obszar występowania bloków (I, II i III) (Rysunek 97).



Rysunek 97. Mapy rozkładu parametru sieci fazy  $\gamma'$   $a_0$ , składowych  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$  wykonane metodą  $\Omega$ -scan orientacji fragmentów powierzchni zgładów A3 nadstopu CMSX-4 dla obszarów zlokalizowanych w pobliżu dolnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_1B_1$  i górnej powierzchni zamka i linii pomiarowej  $A_2B_2$ , a) mapa rozkładu parametru sieci  $a_0$ , b) mapa rozkładu kąta  $\alpha$ , c) mapa rozkładu kąta  $\beta$ , d) mapa rozkładu kąta  $\gamma$ ,  $A_1B_1$  i  $A_2B_2$  - linie pomiaru parametru sieciowego  $a_0$  oraz składowych orientacji

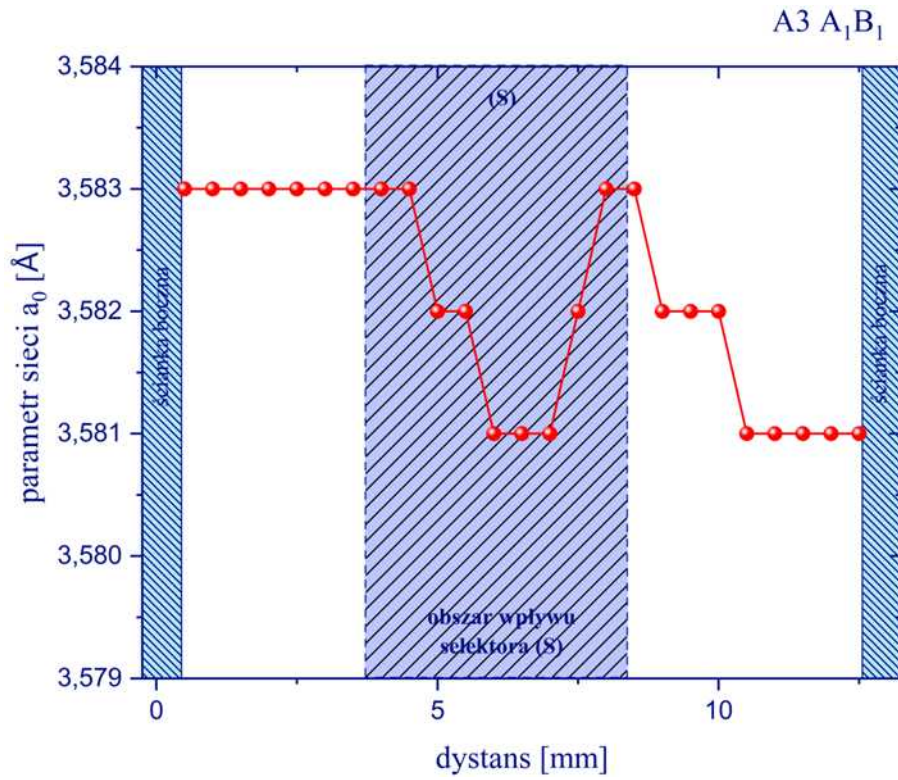


Dodatkowo w celu szczegółowej analizy dezorientacji opracowano wykresy wzdłuż odcinków  $A_1B_1$  i  $A_2B_2$  zmian składowych orientacji  $\alpha$   $\beta$   $\gamma$  dla zglądu A3. Na rysunkach 104-107 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla odcinka  $A_1B_1$ . Analiza wykresu parametru sieci  $a_0$  (Rysunek 98) nie wykazała zmian parametru sieci  $a_0$  na odcinku pomiarowym  $A_1B_1$ .

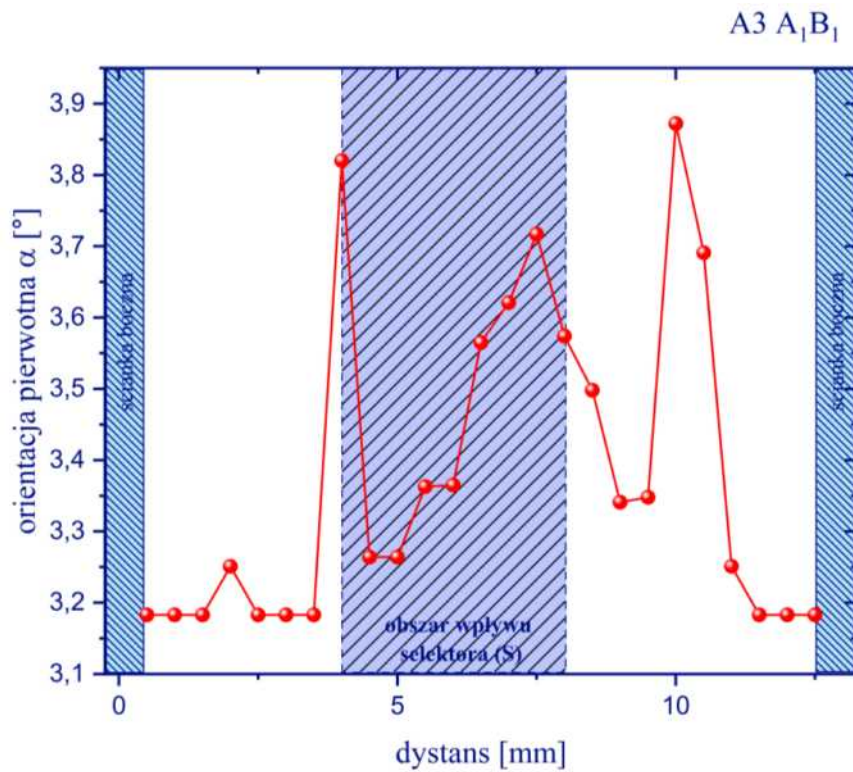
Na wykresie parametru  $\alpha$  zarejestrowano wyraźne zmiany wartości między blokami I, II i III, o wartości  $0,56^\circ$  i  $0,63^\circ$ . Wewnątrz bloku I zmiany  $\alpha$  wahały się w zakresie  $0,08^\circ$ . Zakres zmian składowej  $\alpha$  dla bloku II oszacowano na  $0,46^\circ$ , natomiast bloku III wynosi  $0,09^\circ$  (Rysunek 99). Największy stopień dezorientacji obserwuje się wewnątrz wpływu selektora „S” gdzie zakres zmian kąta  $\alpha$  jest rzędu  $0,46^\circ$ . Na granicach selektora zaobserwowano wzrost parametru  $\alpha$  o  $0,58^\circ$  na lewej granicy i spadek  $\alpha$  rzędu  $0,13^\circ$  na prawej granicy. (Rysunek 99).

Duże zmiany wartości składowej orientacji  $\beta$  wynosząca około  $5,9^\circ$  i  $7,5^\circ$  wizualizują obszary występowania granicy niskiego kąta (Rysunek 100). Ta składowa orientacji charakteryzuje się również dużym zakresem lokalnych zmian wartości  $\beta$  wewnątrz bloku II, wynoszących około  $13,8^\circ$ . Natomiast wewnątrz bloku I nie zarejestrowano składowej  $\beta$  a blok III charakteryzują się zakres zmian na poziomie  $0,3^\circ$ . Obserwuje się spadki wartości  $\beta$  na granicach selektora, rzędu  $0,5^\circ$  na lewej i  $4,4^\circ$ . (Rysunek 100).

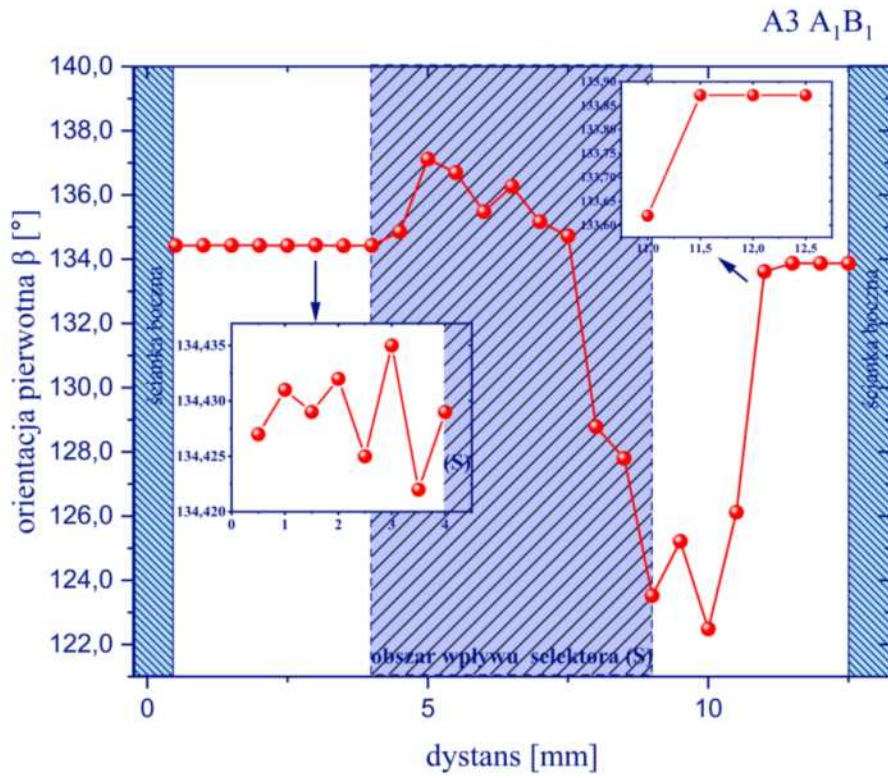
Rozkład składowej  $\gamma$  charakteryzują się dużym stopniem niejednorodności wewnątrz bloków I, II. Zakres zmian dla bloku I wynosi  $0,4^\circ$ , bloku II to około  $0,43^\circ$ , a dla bloku III nie zarejestrowano zmian  $\gamma$ . Na granica selektora zarejestrowano wzrost składowej  $\gamma$ . Wewnątrz strefy wpływu selektora zakres zmian wynosi około  $0,34^\circ$ . Granice niskiego kąta są wizualizowana prze zmianę  $\gamma$  o wartości  $0,75^\circ$  i  $0,66^\circ$ . (Rysunek 101)



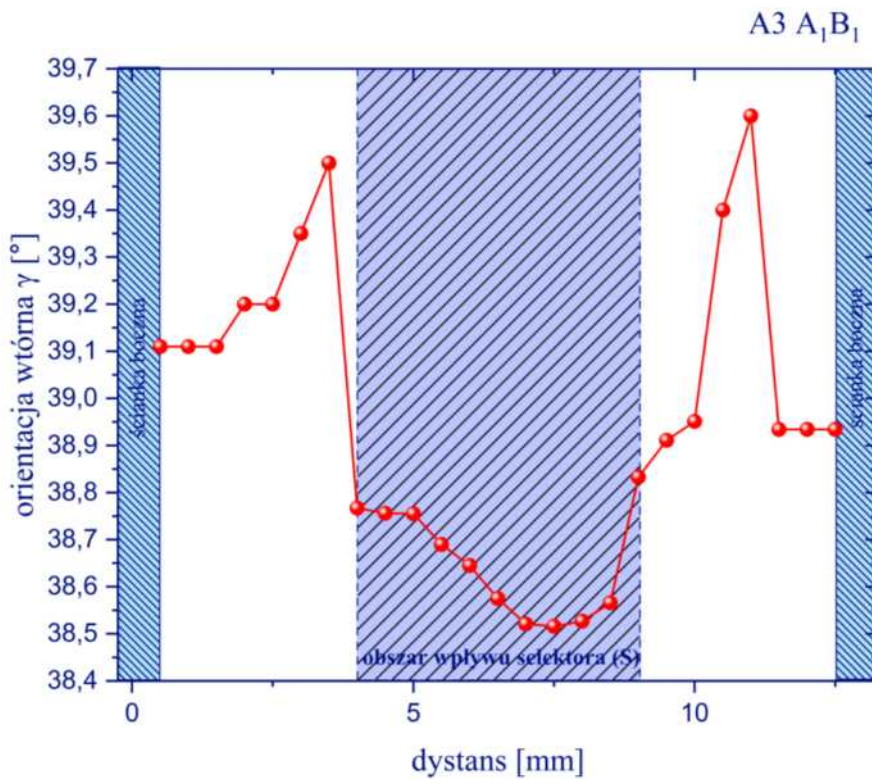
Rysunek 98. Rozkład zmian parametru sieci  $a_0$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 99. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 100. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



Rysunek 101. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>



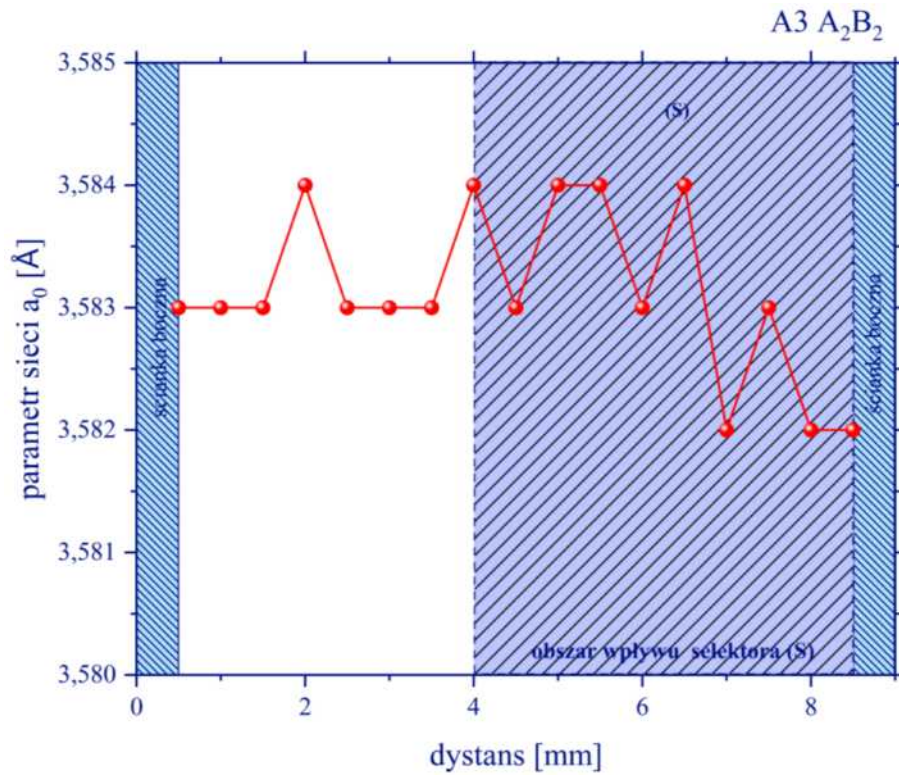
Na rysunkach 102-105 przedstawiono kolejno wykresy: parametru sieci  $a_0$ , i składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  dla linii pomiarowej  $A_2B_2$

Dla rozkładu parametru sieci  $a_0$  (Rysunek 102) nie zarejestrowano zmian. Widoczne na wykresie zmiany parametru sieciowego wykraczają poza zdolności detekcyjne metody pomiarowej.

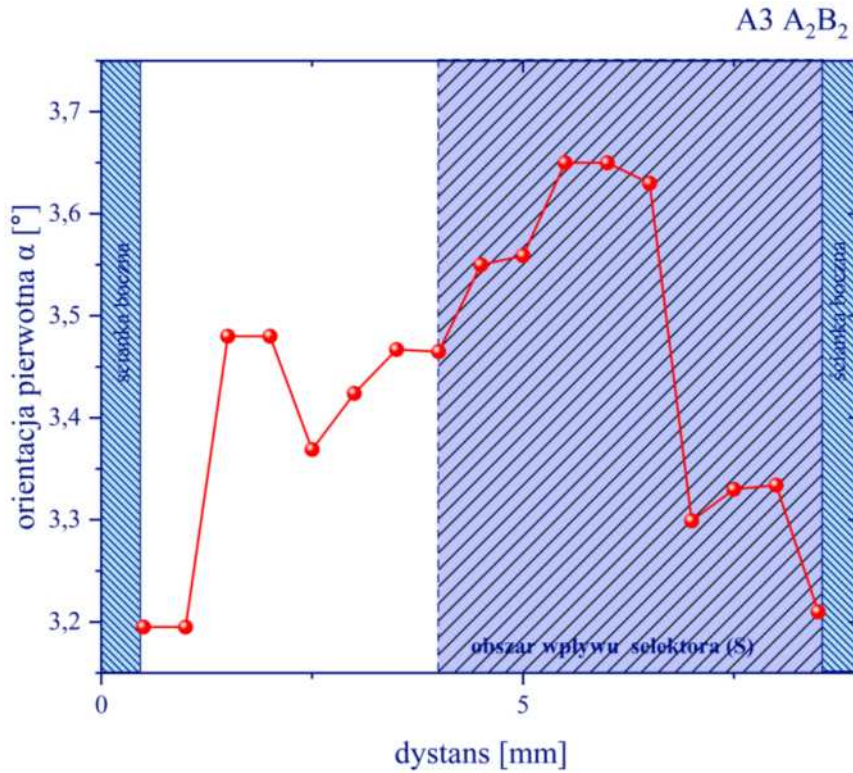
Na wykresie składowej orientacji  $\alpha$  zarejestrowano wyraźne zmiany wartości między blokami (I, II i III), rzędu  $0,28^\circ$  i  $0,33^\circ$ . (Rysunek 103). Wewnątrz bloku I nie zarejestrowano zmian  $\alpha$ . Natomiast zakres zmian bloku II oszacowano na  $0,3^\circ$ , a wewnątrz bloku III zmiany  $\alpha$  wahały się w zakresie  $0,11^\circ$ . W pobliżu lewej granicy selektora spadek  $\alpha$  był wyraźny i wahał się w zakresie do  $0,08^\circ$  na lewej granicy.

Składowa orientacji  $\beta$  charakteryzują się niejednorodnościami kąta  $\beta$  wewnątrz bloków II oraz III. Zmiany dla bloku I nie zostały zarejestrowane (Rysunek 104). Zakres zmian wewnątrz bloku II oszacowano na  $6,2^\circ$ , natomiast dla bloku III zmiany wahały się w zakresie  $2,45^\circ$ . Obserwuje się spadek wartości  $\beta$  na granicach selektora, rzędu  $2^\circ$ . Zmiany wewnątrz selektora oszacowano na  $9,3^\circ$ . Duże zmiany składowej  $\beta$  rzędu  $6,7^\circ$  i  $6,4^\circ$  wizualizują obszary występowania granic niskiego kąta (LAB).

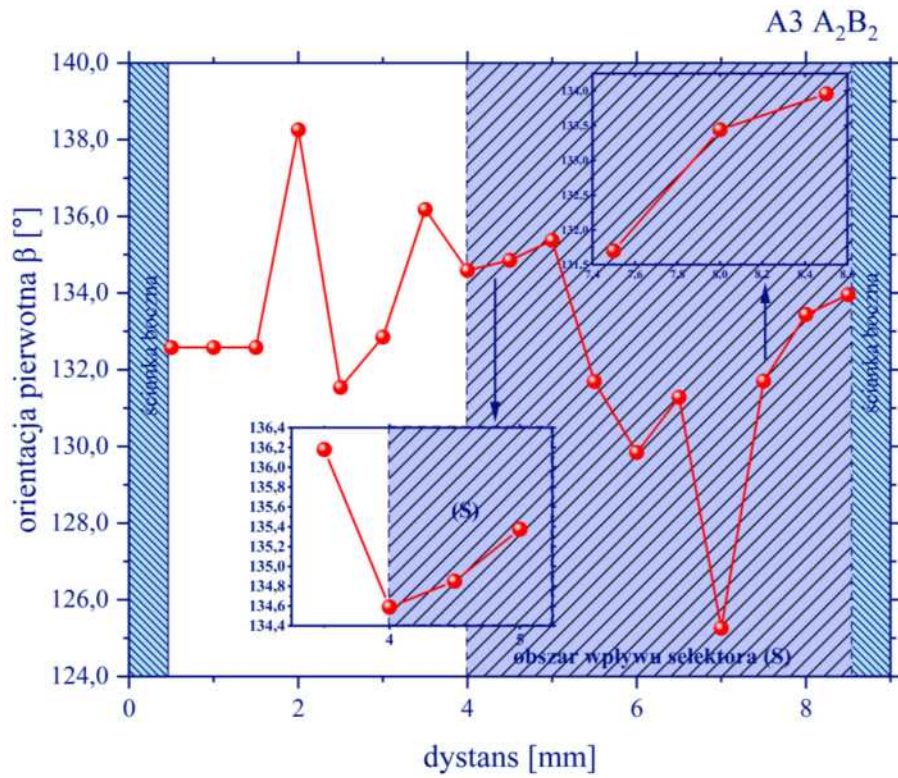
Rozkład składowej  $\gamma$  charakteryzują się dużą zmianą wartości kąta  $\gamma$  rzędu  $0,8^\circ$  usytuowana w obszarze wpływu selektora. Na granicy selektora zarejestrowano spadek wartości  $\gamma$  (Rysunek 105). Zakres zmian dla bloku I nie został zarejestrowany. Wewnątrz bloku II zmiany składowej  $\gamma$  wahały się w zakresie  $0,3^\circ$ , natomiast dla bloku III  $0,16^\circ$ . Wewnątrz strefy wpływu selektora zakres zmian wynosił  $1,12^\circ$  (Rysunek 105).



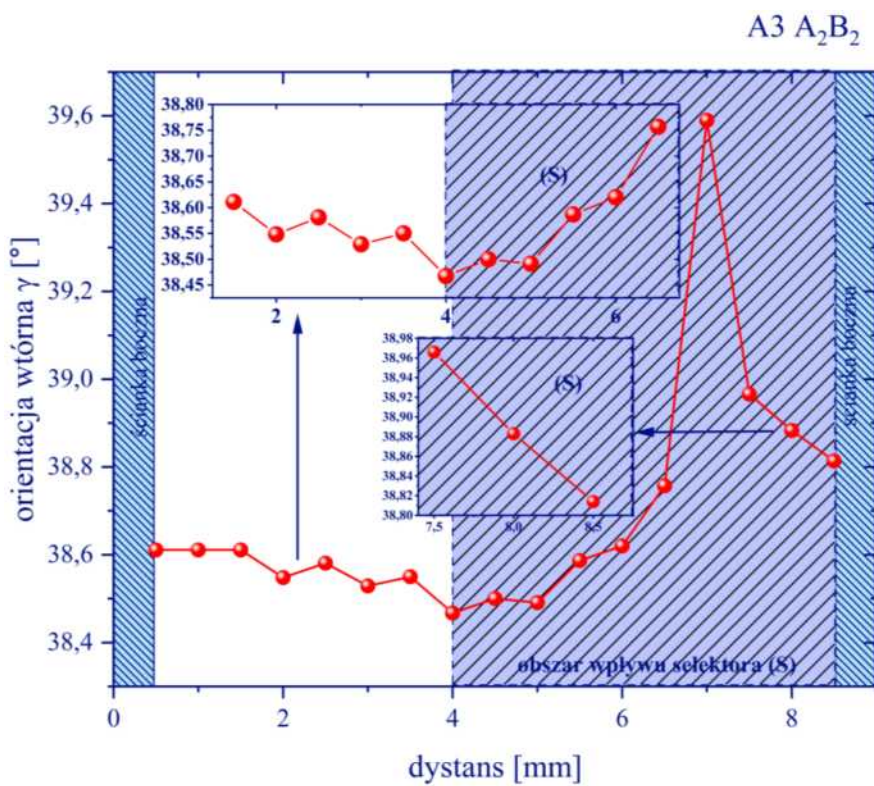
Rysunek 102. Rozkład zmian parametru sieci  $a_0$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 103. Rozkład składowej orientacji  $\alpha$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 104. Rozkład składowej orientacji  $\beta$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



Rysunek 105. Rozkład składowej orientacji  $\gamma$  dla zglądu A3 nadstopu CMSX-4 na linii pomiaru A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>



W celu precyzyjnego porównania istotnych parametrów składowych orientacji  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  oraz parametru sieciowego  $a_0$  dla nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 przy różnych prędkościach wyciągania  $V_t=1$  mm/min oraz  $V_t=3$  mm/min, przeprowadzono szczegółową analizę danych uzyskanych z wykresów. Wyniki tych analiz zostały zestawione w tabelach porównawczych, które umożliwiają ocenę wpływu składu chemicznego w tym dodatków stopowych Re i W oraz parametrów technologicznych na orientację krystaliczną badanych nadstopów. Tabele te zawierają dokładne wartości zmian parametrów orientacji oraz parametru sieciowego, co pozwala na pełniejszą interpretację różnic w mikrostrukturze i stabilności krystalicznej między badanymi stopami.

W tabelach porównawczych zawarto następujące charakterystyczne elementy porównawcze:  $\Delta(\text{parametr})$ -odnosi się do zakresu zmian na całej linii pomiarowej, **max(parametr)**- odnosi się do wartości maksymalnej zarejestrowanej na linii pomiarowej, **min(parametr)**-wartość minimalna zarejestrowana na linii pomiarowej,  $\Delta(\text{parametr})$ **blok**-zakres zmian w obrębie jednego bloku,  $\Delta(\text{parametr})$ **selektor**-zakres zmian w obrębie strefy wpływu selektora,  $-\Delta\text{labI}$ -odnosi się wyłącznie do parametru sieci  $a_0$  i jest wartością bezwzględną zmiany (obniżenia) wartości stałej sieciowej na granicy niskiego kąta, **lab(i.)**-gwałtowne zmiany wartości kątowej składowych orientacji świadczących o potencjalnych granicach

W tabeli 5 przedstawiono porównanie parametru sieciowego  $a_0$  dla nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 przy prędkościach wyciągania  $V_t=1$  mm/min oraz  $V_t=3$  mm/min (Tabela 5). Na granicach nisko kątowych w zamkach łopatek otrzymanych przy prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min dla stopu CMSX-4 zaobserwowano obniżenie parametru sieciowego  $a_0$  fazy  $\gamma'$ . Podobne zjawisko nie zostało odnotowane dla stopu CMSX-6 przy tej samej prędkości wyciągania. Dodatkowo, w obszarze rzutu obwodu selektora, nie zarejestrowano zauważalnych zmian parametru  $a_0$  w skali makroskopowej dla obu prędkości wyciągania, niezależnie od analizowanego stopu. Dla stopu CMSX-4 w całej objętości zamka zarejestrowano wzrost zakresu zmian parametru sieciowego  $\Delta a_0$  przy prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min oraz jego zmniejszenie przy prędkości wyciągania  $V_t=3$  mm/min (Tabela 5).





Tabela 5. Zestawienie porównawcze parametru sieciowego  $a_0$  nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 otrzymanych z prędkości wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $V_t=3\text{mm/min}$

Parametr sieci $a_0$ [Å]						
Próbka 1mm/min	$\Delta a_0$	max $a_0$	min $a_0$	$\Delta a_0$ blok	$\Delta a_0$ selektor	$-\Delta lab_1$
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	0,2270(28)	3,5850(20)	3,3590(20)	0,0040(20)	0,0030(20)	0,225(20)
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	0,3620(28)	3,6740(20)	3,3120(20)	0,0050(20)	0,0020(20)	0,272(20)
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	0,0110(28)	3,58700(20)	3,5760(20)	0,0040(20)	0,0020(20)	0,008(20)
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	0,2710(28)	3,5830(20)	3,3120(20)	0,0010(20)	0,0020(20)	0,269(20)
Parametr sieci $a_0$ [Å]						
Próbka 3mm/min	$\Delta a_0$	max $a_0$	min $a_0$	$\Delta a_0$ blok	$\Delta a_0$ selektor	$-\Delta lab_1$
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	0,1530(28)	3,5960(20)	3,4430(20)	0,0120(20)	0,0110(20)	0,1530(20)
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	0,0020(28)	3,5830(20)	3,5810(20)	0,0020(20)	0,0020(20)	0,1340(20)
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	0,1130(28)	3,5870(20)	3,4740(20)	0,0040(20)	0,0010(20)	0,1130(20)
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	0,0020(28)	3,5840(20)	3,5820(20)	0,0020(20)	0,0020(20)	0,1130(20)

Analiza porównawcza składowej  $\alpha$  stopów CMSX-6 i CMSX-4 wykazała różnice w liczbie i charakterystyce granic niskiego kąta (Tabela 6). Dla stopów CMSX-4 zaobserwowano zwiększenie liczby granic niskiego kąta w odlewach uzyskanych zarówno przy prędkości wyciągania  $V_t = 1 \text{ mm/min}$ , jak i  $V_t = 3 \text{ mm/min}$ , w porównaniu do zamków wykonanych ze stopu CMSX-6. W całej objętości zamka CMSX-4 zarejestrowano obniżenie zakresu zmian kąta odchylenia dendrytów od osi łopatki ( $\Delta\alpha$ ), jak również wartości maksymalnych i minimalnych tego kąta (max  $\alpha$  i min  $\alpha$ ). Wewnątrz zamka, na rzucie obwodu selektora dla CMSX-4, stwierdzono wzrost dezorientacji pierwotnej składowej  $\alpha$ , co było szczególnie wyraźne przy prędkości wyciągania  $V_t = 3 \text{ mm/min}$ . Dla CMSX-4 odnotowano także zwiększenie dezorientacji pierwotnej sąsiednich dendrytów wewnątrz bloków oraz wzrost odchylenia dendrytów od osi łopatki (składowa  $\alpha$ ). Ponadto, zaobserwowano obniżenie wartości kąta odchylenia dendrytów (składowej  $\alpha$ ) od osi łopatki na granicach niskiego kąta. Tendencja ta była widoczna dla obu prędkości wyciągania, szczególnie w obszarach zamka położonych znacznie powyżej jego połączenia z selektorem (Tabela 6).



Tabela 6. Zestawienie porównawcze składowej orientacji  $\alpha$  nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 otrzymanych z prędkością wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $V_t=3\text{mm/min}$

$\alpha$ [°]								
Próbka 1mm/min	$\Delta\alpha$	max $\Delta\alpha$	min $\Delta\alpha$	$\Delta\alpha_{\text{blok}}$	$\Delta\alpha_{\text{sektor}}$	lab <sub>I</sub>	lab <sub>II</sub>	lab <sub>III</sub>
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	1,129(14)	10,536(10)	9,407(10)	0,302(10)	0,201(10)	0,751(10)	-	-
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	1,075(14)	3,821(10)	2,745(10)	0,853(10)	0,853(10)	0,809(10)	0,859(10)	0,987(10)
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	0,667(14)	10,105(10)	9,438(10)	0,392(10)	0,354(10)	0,577(10)	-	-
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	1,023(14)	2,963(10)	1,940(10)	1,023(10)	1,023(10)	0,236(10)	0,347(10)	0,847(10)
$\alpha$ [°]								
Próbka 3mm/min	$\Delta\alpha$	max $\Delta\alpha$	min $\Delta\alpha$	$\Delta\alpha_{\text{blok}}$	$\Delta\alpha_{\text{sektor}}$	lab <sub>I</sub>	lab <sub>II</sub>	lab <sub>III</sub>
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	1,239(14)	8,913(10)	7,674(10)	0,249(10)	0,132(10)	0,846(10)	1,239(10)	-
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	0,689(14)	3,872(10)	3,183(10)	0,689(10)	0,556(10)	0,556(10)	0,453(10)	0,621(10)
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	1,384(10)	8,913(10)	7,529(10)	0,451(10)	0,184(10)	0,540(10)	1,160(10)	-
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	0,455(14)	3,650(10)	3,195(10)	0,445(10)	0,440(10)	0,285(10)	0,281(10)	0,331(10)

Analiza danych porównawczych składowej orientacji  $\beta$  dla stopów CMSX-6 i CMSX-4 wykazała, że w przypadku CMSX-4 obserwuje się obniżenie kąta precesji dendrytów (składowej  $\beta$ ) na granicach niskiego kąta (Tabela 7). Ponadto, dla CMSX-4 stwierdzono zwiększenie dezorientacji pierwotnej sąsiednich dendrytów wewnątrz bloków, co skutkuje wzrostem precesji ( $\beta$ ). W odróżnieniu, stop CMSX-6 charakteryzuje się mniejszym zakresem zmian precesji  $\beta$  w obrębie rzutu selektora, a także ogólnie mniejszym zakresem zmian precesji  $\Delta\beta$  (Tabela 7).

Tabela 7. Zestawienie porównawcze składowej orientacji  $\beta$  nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 otrzymanych z prędkością wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $V_t=3\text{mm/min}$

$\beta$ [°]							
Próbka 1mm/min	$\Delta\beta$	$\Delta\beta_{\text{blok}}$	$\Delta\beta_{\text{sektor}}$	lab <sub>I</sub>	lab <sub>II</sub>	lab <sub>III</sub>	lab <sub>IV</sub>
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	18,104(14)	4,306(10)	1,661(10)	12,643(10)	-	-	-
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>1</sub>	19,523(14)	15,842(10)	9,747(10)	4,320(10)	4,363(10)	4,814(10)	4,537(10)
CMSX-6 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	15,041(14)	3,211(10)	2,267(10)	13,041(10)	-	-	-
CMSX-4 <sup>AB</sup> <sub>2</sub>	21,864(14)	21,864(10)	21,854(10)	14,370(10)	10,710(10)	11,131(10)	20,609(10)



$\beta$ [°]							
Próbka 3mm/min	$\Delta\beta$	$\Delta\beta_{\text{blok}}$	$\Delta\beta_{\text{selektor}}$	lab <sub>I</sub>	lab <sub>II</sub>	lab <sub>III</sub>	lab <sub>IV</sub>
CMSX-6 <sup>AB<sub>1</sub></sup>	25,886(14)	2,848(10)	2,848(10)	5,074(10)	24,689(10)	-	-
CMSX-4 <sup>AB<sub>1</sub></sup>	14,631(14)	14,631(10)	13,597(10)	2,261(10)	5,943(10)	4,279(10)	1,695(10)
CMSX-6 <sup>AB<sub>2</sub></sup>	25,744(14)	2,993(10)	1,673(10)	5,624(10)	25,009(10)	-	-
CMSX-4 <sup>AB<sub>2</sub></sup>	12,995(14)	12,995(10)	10,114(10)	5,674(10)	6,715(10)	3,329(10)	3,684(10)

Analiza danych porównawczych składowej orientacji  $\gamma$  dla stopów CMSX-6 i CMSX-4 wykazała, że dla CMSX-4 obserwuje się zwiększenie dezorientacji wtórnej sąsiednich dendrytów wewnątrz bloków, co prowadzi do wzrostu kąta obrotu dendrytów (składowej  $\gamma$ ) (Tabela 8). Ponadto, dla CMSX-4 zaobserwowano wzrost kąta obrotu dendrytów na granicach niskiego kąta. Tendencja ta jest zauważalna dla obu prędkości wyciągania. W przypadku CMSX-6, zakres zmian składowej  $\gamma$  jest mniejszy zarówno w obrębie bloku, jak i na obwodzie selektora (Tabela 8).

Tabela 8. Zestawienie porównawcze składowej orientacji  $\gamma$  nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 otrzymanych z prędkościami wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $V_t=3\text{mm/min}$

$\gamma$ [°]							
Próbka 1mm/min	$\Delta\gamma_{\text{blok}}$	$\Delta\gamma_{\text{selektor}}$	lab <sub>I</sub>	lab <sub>II</sub>	lab <sub>III</sub>	lab <sub>IV</sub>	lab <sub>V</sub>
CMSX-6 <sup>AB<sub>1</sub></sup>	0,644(14)	0,341(10)	0,442(10)	0,385(10)	-	-	-
CMSX-4 <sup>AB<sub>1</sub></sup>	1,113(14)	1,068(10)	0,895(10)	0,315(10)	1,079(10)	0,687(10)	0,339(10)
CMSX-6 <sup>AB<sub>2</sub></sup>	0,382(14)	0,231(10)	0,404(10)	-	-	-	-
CMSX-4 <sup>AB<sub>2</sub></sup>	4,657(14)	4,207(10)	3,881(10)	4,657(10)	3,242(10)	3,607(10)	-
$\gamma$ [°]							
Próbka 3mm/min	$\Delta\gamma_{\text{blok}}$	$\Delta\gamma_{\text{selektor}}$	lab <sub>I</sub>	lab <sub>II</sub>	lab <sub>III</sub>	lab <sub>IV</sub>	lab <sub>V</sub>
CMSX-6 <sup>AB<sub>1</sub></sup>	0,353(14)	0,305(10)	0,242(10)	0,275(10)	0,819(10)	-	-
CMSX-4 <sup>AB<sub>1</sub></sup>	1,084(14)	0,317(10)	0,733(10)	0,649(10)	0,666(10)	-	-
CMSX-6 <sup>AB<sub>2</sub></sup>	0,758(14)	0,101(10)	0,571(10)	0,794(10)	0,514(10)	0,768(10)	0,358(10)
CMSX-4 <sup>AB<sub>2</sub></sup>	1,123(14)	1,123(10)	0,833(10)	0,624(10)	-	-	-

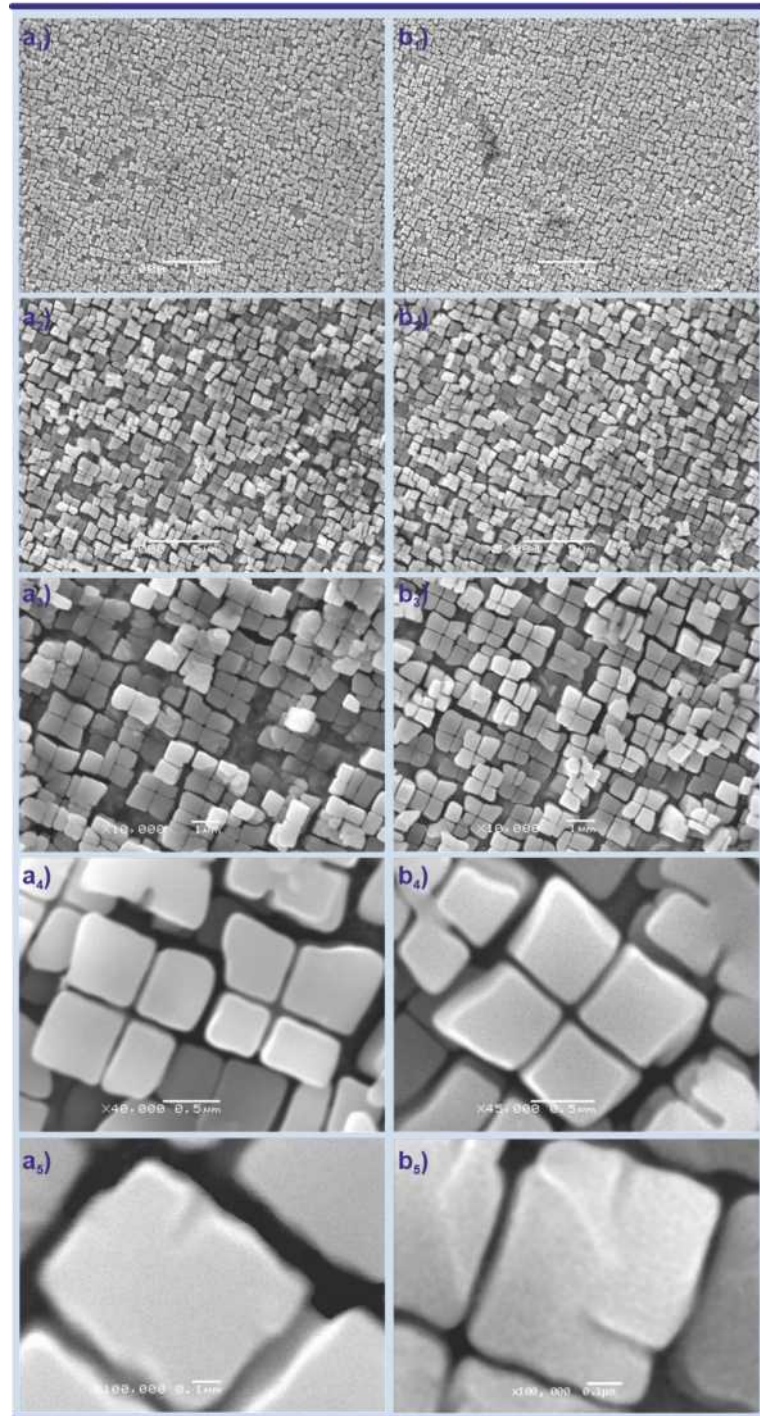


## 15. Analiza porównawcza mikrostruktury $\gamma/\gamma'$

W poniższym rozdziale zostanie omówiona charakterystyka struktury  $\gamma/\gamma'$  nadstopów CMSX-6 i CMSX-4. Przedstawione fazy są charakterystyczne dla tych dwóch stopów. Strukturę  $\gamma/\gamma'$  nadstopów zaprezentowano za pomocą serii fotografii mikroskopowych. Należy wspomnieć, iż omawiane monokrystaliczne odlewy zamków ww. nadstopów były w stanie lanym bezpośrednio po ich krystalizacji kierunkowej. W celu uwidocznienia charakterystycznych cech faz składowych, powierzchnie preparatów poddano trawieniu chemicznemu, w przypadku uwidocznienia osnowy stopu oraz trawieniu elektrochemicznemu do uwidocznienia fazy  $\gamma'$ .

Składniki struktury zostały szczegółowo omówione w rozdziale „Nadstopy” części literaturowej, natomiast w tym skupiono uwagę na morfologię jej składników. Poniższe rozważania dotyczyć będą następującym elementom struktury nadstopów: faza umacniająca  $\gamma'$ , faza osnowy  $\gamma$ , eutektyka  $\gamma/\gamma'$ .

Pierwszym z omawianych składników strukturalnych jest faza umacniająca  $\gamma'$  jej krystality przyjmują postać najbardziej zbliżoną do sześcianu, jednak realny kształt krystalitów fazy  $\gamma'$  odbiega od sześcianu. Z tego powodu krystality  $\gamma'$  powszechnie zwane kostkami ulegają swoistym, niewielkim deformacją np. wyciągnięciu skrajnych narożników bądź ubytków w formie niewielkiego wcięcia na jednej ze ścianek krystalitu. Ponad to nie obserwuje się ostrych kantów na ściankach kostki. Częściej spotyka się raczej obłe kształty na krawędziach krystalitów  $\gamma'$ . Faza ta w obrębie rdzenia dendrytu wykazuje wysoką jednorodność rozmiarów i kształtów. Powszechnym zjawiskiem jest tendencja do tworzenia pakietów złożonych z zazwyczaj 4 krystalitów  $\gamma'$  lecz można zaobserwować także pakiety złożone z 3 bądź tylko dwóch krystalitów. W takich przypadkach przynajmniej jeden z krystalitów będzie charakteryzował się zwiększonymi rozmiarami połączonych kostek. Omówione cechy przedstawione zostały na *Rysunek 106*.

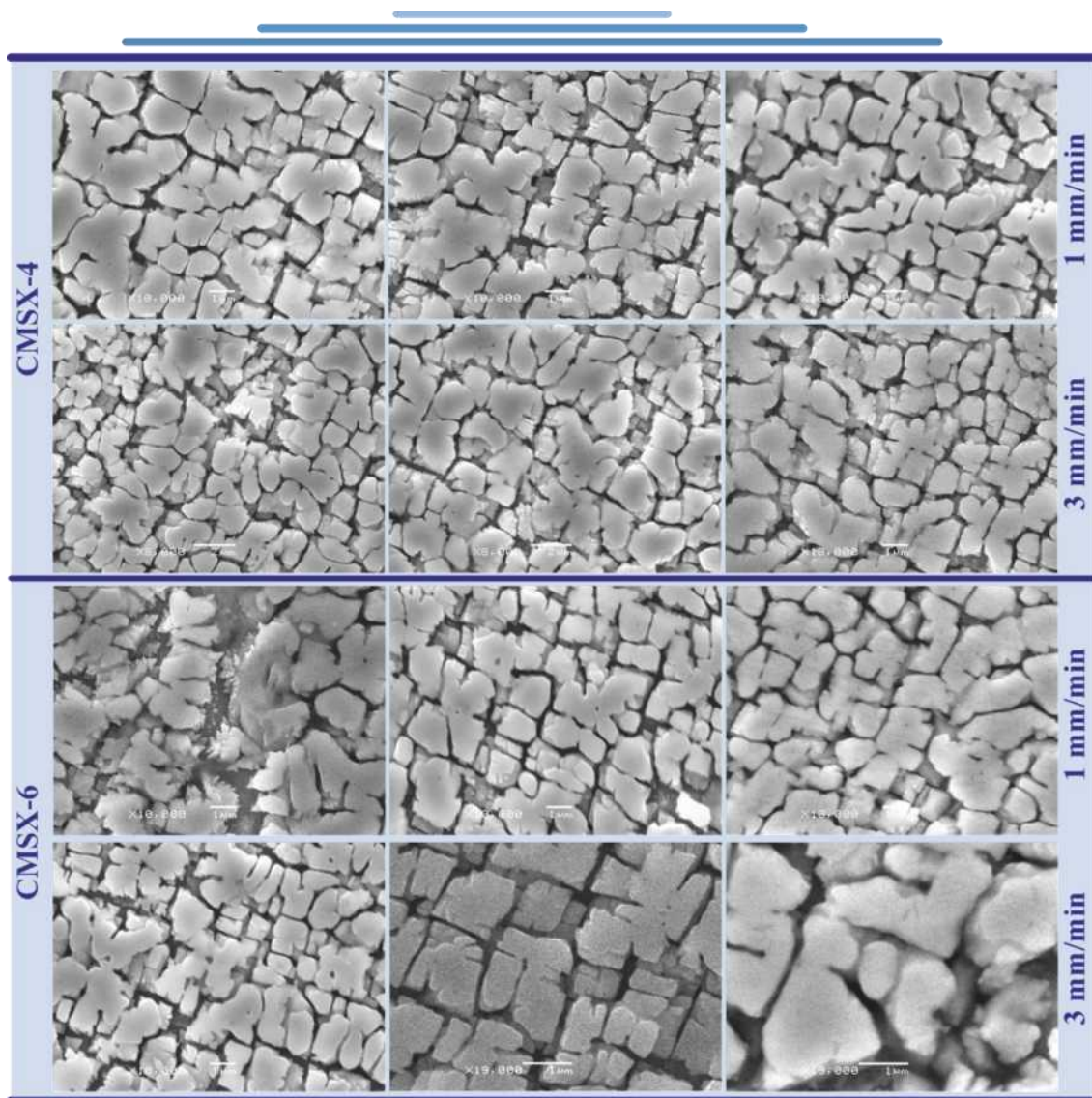


Rysunek 106. Obrazy mikrostruktury monokrystalicznych odlewów nadstopu CMSX-4 i CMSX-6, krystality faza  $\gamma'$  z obszarów rdzenia dendrytu, a<sub>1</sub>-a<sub>5</sub>) krystality  $\gamma'$  nadstopu CMSX-6, a<sub>1</sub>-a<sub>5</sub>) krystality  $\gamma'$  nadstopu CMSX-4

Interesującym jest zmiana postaci  $\gamma'$  wraz z zbliżeniem się do skrajnych fragmentach drugorzędowego ramienia denrytu blisko obszarów między dendrytycznych. Krystality  $\gamma'$  rdzenia tarcą swoją regularność wraz ze zbliżeniem się do obszaru między dendrytycznego. Dla obszarów między dendrytycznych



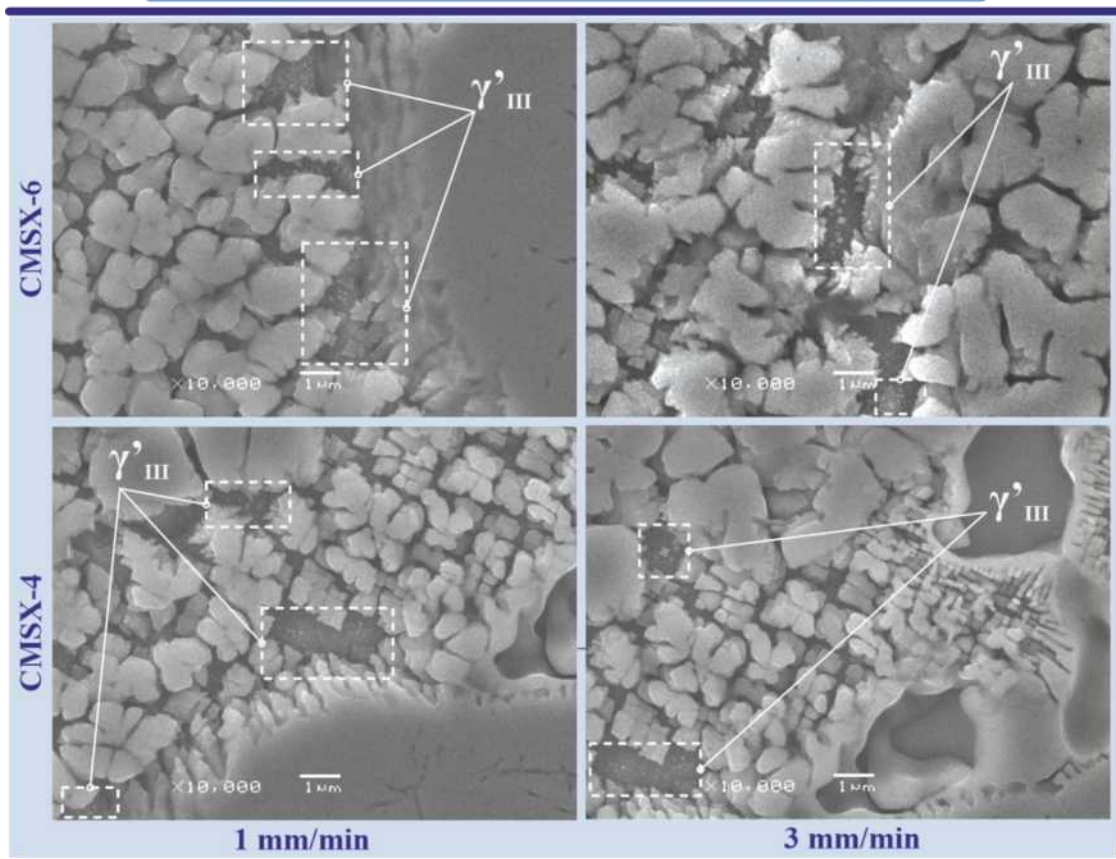
zaobserwowano że występowanie krystalitów  $\gamma'$  przypominających sześcianny jest sporadyczna. Obserwowana faza charakteryzuje się znacznie większymi rozmiarami pojedynczego krystalitu w porównaniu do obszaru rdzenia (Rysunek 107). Określenie swoistego kształtu jest niemal niemożliwe. Najbardziej odpowiednim byłoby stwierdzenie iż kształt  $\gamma'$  jest nieregularny przypominający połączenie od kilku do kilkunastu sześciennych krystalitów. Efekt ubytków na krawędziach jest częstszym zjawiskiem niż miało to miejsce w przypadkach krystalitów rdzenia. Zwiększony poziom nieregularności krawędzi ścianek może być wynikiem zwiększonym naprężen w obszarze między dendrytycznym przez wzajemne oddziaływania krystalitów  $\gamma'$  sąsiednich dendrytów. Obserwacje są tożsame dla obydwóch nadstopów.



Rysunek 107. Obrazy mikrostruktury nadstopu CMSX-6 i CMSX-4 krystality faza  $\gamma'$  w przestrzeniach międzydendrytycznych i ich najbliższym sąsiedztwie z prędkością wyciągania  $V_t=1$  mm/min i 3mm/min



Dodatkowo obserwuje się niekorzystne krystalizaty III-rzędowej  $\gamma'$  o najmniejszych rozmiarach. Usytuowane są w poszerzonych pozostałościach kanalików fazy  $\gamma$  (Rysunek 108). Występowanie III-rzędowej postaci  $\gamma'$  zaobserwowano dla nadstopu CMSX-6 oraz CMSX-4 otrzymanych z prędkościami wyciągania  $V_t=1$  mm/min i  $V_t=3$  mm/min.



Rysunek 108. Obrazy mikrostruktury nadstopu niklu CMSX-6 i CMSX-4 otrzymanych z prędkościami wyciągania  $V_t=1$  mm/min i 3 mm/min z zaznaczonymi obszarami III-rzędowej fazy  $\gamma'$  występującymi w przestrzeniach międzydendrytycznych

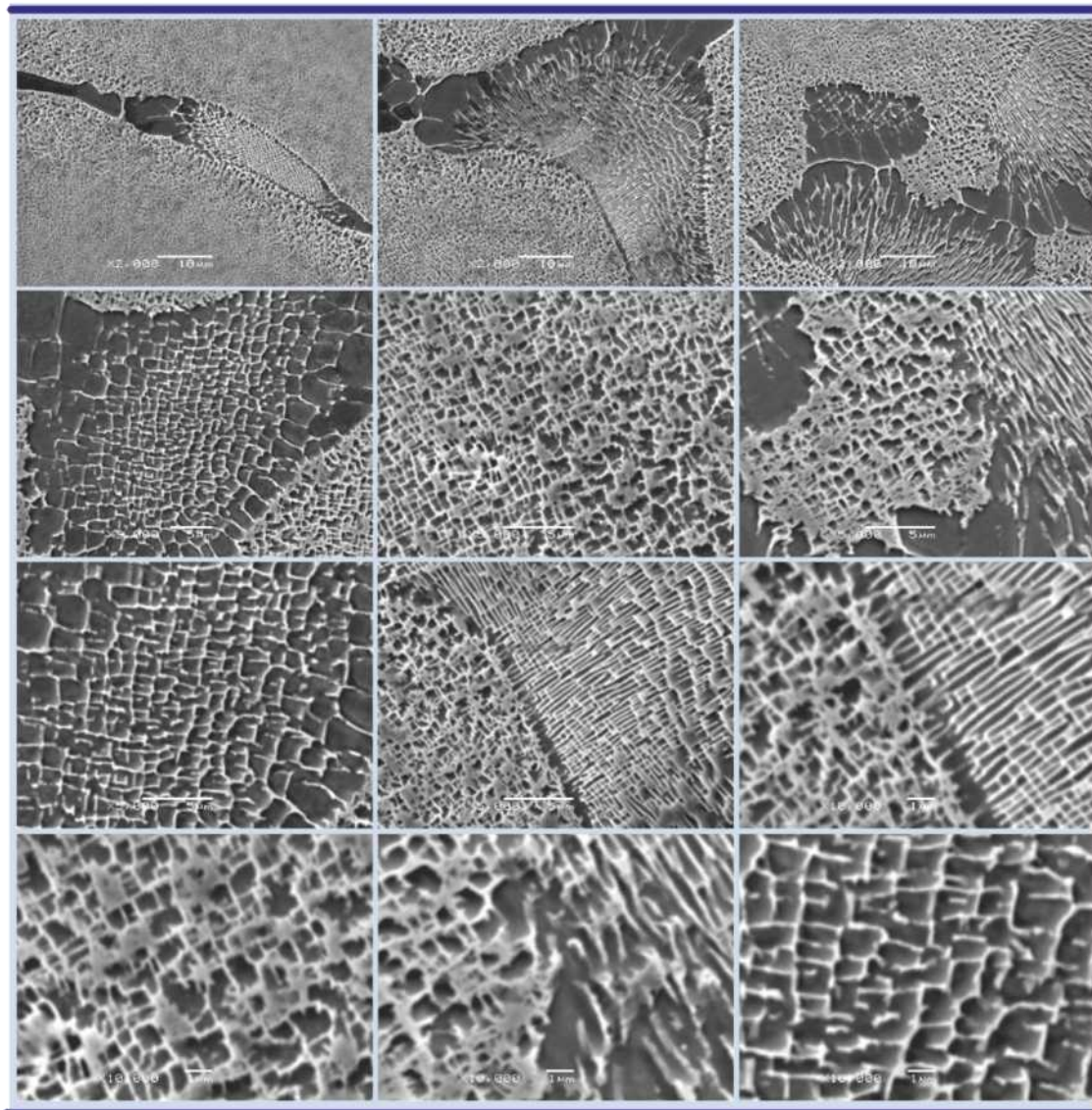
Kolejnym elementem struktury jest faza  $\gamma$  (Rysunek 109). Element ten w głównej mierze stanowi osnowę nadstopów CMSX-4 oraz CMSX-6 przez co ciężko rozprawić o morfologię owej fazy. Trudność zagadnienia jest spowodowana samą naturą fazy  $\gamma$  podczas krystalizacji z ciekłej materii. Faza  $\gamma$  przyjmuje kształt przestrzeni w jakiej się znajduje bądź jaka pozostała w tym przypadku po krystalizacji innych faz. Dodatkowo analizując całkowitą postać fazy  $\gamma$  po mimo tylko 30% udziału objętościowego scharakteryzowanie początku i końca fazy jest niemożliwe a faza powinna być traktowana jako jeden stosunkowo duży twór w całej objętości monokrystalicznego odlewu. Na zarejestrowanych obrazach mikroskopowych występuje w postaci sieci



kanalików zazwyczaj wąskich, choć parametry wielkościowe w głównej mierze zależą od pozostałości przestrzennej po wykrystalizowanych elementach fazy  $\gamma'$  bądź innych elementach struktury (Rysunek 109). W przypadku wcześniej omawianych pakietów fazy  $\gamma'$  matryca  $\gamma$  przyjmuje postać wąskich kanalików tworząc zazwyczaj regularną kratkę. Z gołą inaczej wygląda to w przestrzeniach zglądu gdzie  $\gamma'$  znacząco zwiększa swoje rozmiary i zanika jej regularność formy. Widoczna jest efekt poszerzenia kanalików  $\gamma$  wraz ze zmniejszeniem stopnia regularnego rozmieszczenia w kształcie siatki na skutek zwiększonych odległości i przestrzeni między nieregularnymi formami  $\gamma'$ . Efekt poszerzenia kanalików fazy  $\gamma$  może skutkować zwiększoną ruchliwością dyslokacji. Powszechnie wiadomo że to właśnie osnowa nadstopów jest nośnikiem naprężeń i zdefektowania przez wzgląd na swój fizyko-chemiczny charakter to w jej obszarze obserwuje się defekt np. granice niskiego kąta. Zwiększenie objętości fazy w której mogą poruszać się dyslokacje tłumaczyły by występowanie oraz przebieg granic obserwowanych w przestrzeniach międzydendrytycznych gdzie zgodnie z w/w obserwacjami kanaliki osiągają największe rozmiary.

Ponadto fazę  $\gamma$  obserwuje się również w Eutektyce (Rysunek 110-118). Okazuje się że kanaliki  $\gamma$  niejako dzielą stosunkowo duże obszary eutektyki przyjmując bardziej lub mniej regularne formy przestrzenne. Obserwuje się tendencje do regularnych równych oraz stosunkowo najbardziej cienkich kanalików w głębi eutektyki (centrum) do nieregularnych form kanalików o wyraźnie zwiększonych rozmiarach. Stwierdzenie centrum nie jest równoznaczne z środkiem arytmetycznym eutektyk należy o tym pamiętać ponieważ wyżej omawiane obserwacje występują niezadko na jednej z krawędzi Eutektyki. Nie do końca jasna jest tego przyczyna, najbardziej prawdopodobną przyczyną jest kierunek dyfuzji ciepła podczas chłodzenia/kryształizacji ciekłej formy stopu w przestrzeniach między-dendrytycznych.





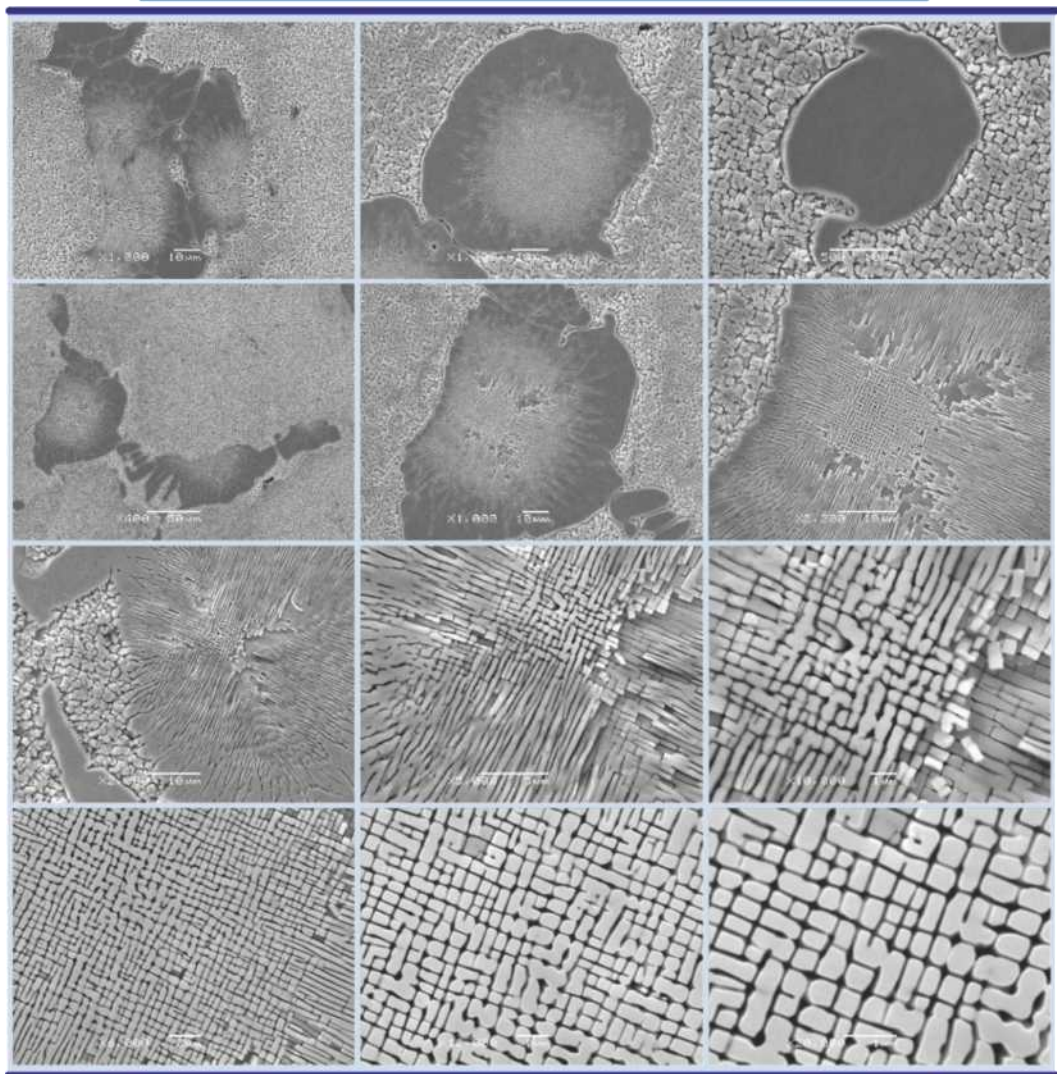
Rysunek 109. Obrazy mikrostruktury nadstopu CMSX-4, faza  $\gamma$  w pobliżu obszarów występowania eutektyki  $\gamma/\gamma'$  otrzymanego z prędkością wyciągania 1 mm/min

Mniej istotnym elementem strukturalnym przy analizie fazowej jest eutektyka  $\gamma/\gamma'$  (Rysunek 110). Mimo iż jest niepożądanym składnikiem struktury przez swoją kruchość to jednocześnie jest nieodłącznym elementem morfologii nadstopów typu CMSX-4 oraz CMSX-6 w stanie lanym. Faza ta charakteryzuje się największym wachlażem różnicowania kształtów i rozmiarów. Występujące w obszarach między-dendrytycznych najczęściej stanowiącymi swoistą granicę między sąsiednimi dendrytami (Rysunek 110).

Analiza obszarów eutektyki wykazały również różnicowanie w jej budowie. Współistniejące we wnętrzu eutektyki kanaliki fazy  $\gamma$  dzielą eutektykę na obszary zbliżone kształtem do prostokątów. Jednak w tym przypadku rozpatrujemy strukturę



wewnątrz objętości eutektyki. Faza  $\gamma$  dzieli eutektykę na stosunkowo regularne prostopadłościennne formy w jej wnętrzu, Wraz z przybliżaniem się do granicy eutektyki zmieniają one formę na wydłużone prostopadłościennne pasma o nieregularnych kształtach i większych rozmiarach. Dowodzi to, że eutektyka w rzeczywistości nie jest zamkniętą objętością jest połączona przez kanaliki fazy  $\gamma$  granicy fazy z jej wnętrzem. Potwierdza to możliwość poruszania się defektów również przez eutektykę. Teorie tą wydaje się potwierdzać seria zdjęć mikroskopowych dla nadstopów o wydłużonym czasie elektro-trawienia (*Rysunek 110*). Zabieg ten pozwolił na zebranie większej ilości materiału z powierzchni zglądu ujawniając dokładną budowę wewnętrzną eutektyk. Na *rysunku 110* są bardzo dobrze widoczne nieregularne formy struktury eutektyki oddzielone od siebie kanałami po fazie  $\gamma$ .

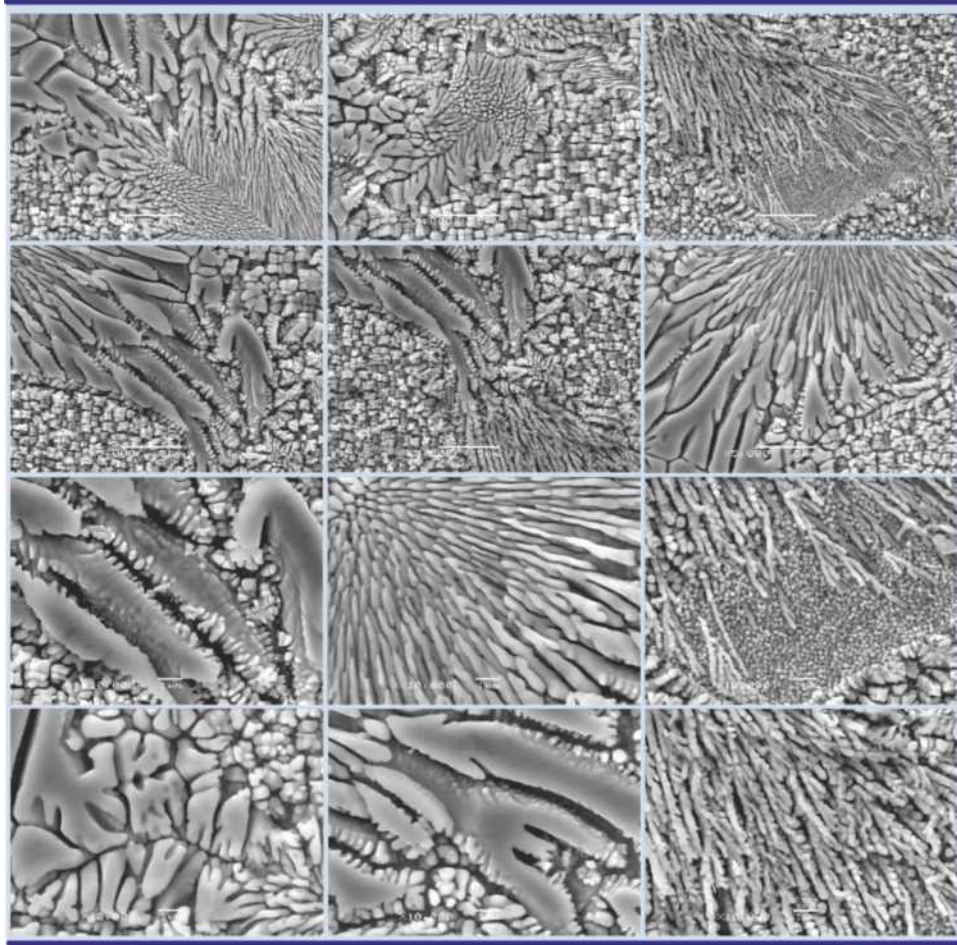


*Rysunek 110. Obrazy mikrostruktury nadstopu CMSX-4 otrzymanego z prędkością wyciągania  $V_t=3\text{mm/min}$ , obszary występowania eutektyki  $\gamma/\gamma'$*



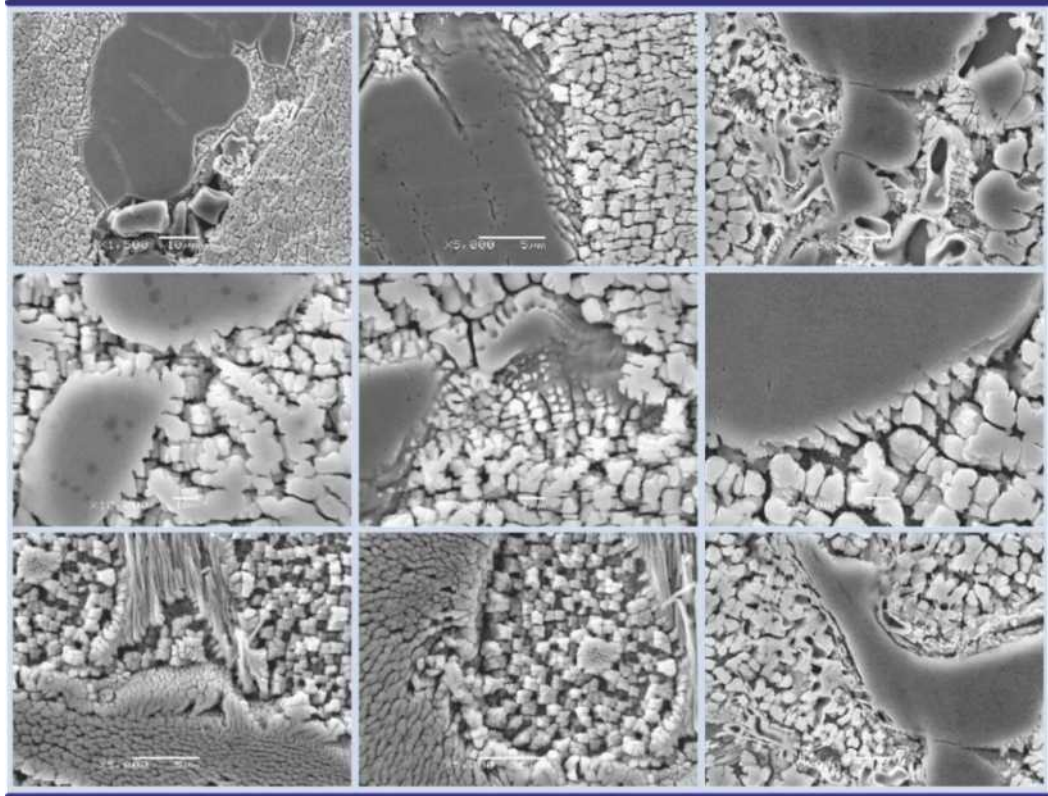
Dodatkowo obserwowana jest niejednorodność formy eutektyki w obrębie jednej objętości małe i cienkie formy występujące zaraz przy formach o większych rozmiarach. Możliwym jest, że obserwowane w obrębie jednej mikrofotografii zróżnicowania budowy wewnętrznej eutektyki bez liniowego charakteru przejścia wskazuje na ze scalenie w jedną objętość dwóch wspólnie krystalizujących w swoim pobliżu eutektyk. W efekcie czego na mikrofotografiach rejteruje się duże zmiany budowy wewnętrznej w domniemywanej jednej objętości Eutektycznej.

Ponadto obserwowane formy tworzące eutektykę w znaczącym stopniu odbiegają morfologia od wcześniej omawianych regularnych form krystalitów  $\gamma'$ . Okazuje się, iż regularna siatka kanalików znajduje się w środku objętościowym eutektyki a wraz z oddalaniem się od środka a przybliżaniem ku ściankom granicznym, eutektyka ulega deformacją w większe i mniej regularne formy. Badanie wykazały również, że w pewnych obszarach eutektyki obserwuje się zmianę (orientacji) ustawienia form wewnętrznych eutektyki oddzielonych wyraźnym stosunkowo długim kanalikiem fazy  $\gamma$ . Efekt ten zarejestrowano zarówno dla małych jak i dla większych elementów budowy wewnętrznej eutektyki (*Rysunek 111*). Zjawisko to było obserwowana w obszarach o zwiększonym stopniu zdefektowania oraz fragmentach odlewów, w których występowały zaburzenia strukturalne czy też w miejscach występowania granic bloków (*Rysunek 111*).



Rysunek 111. Obrazy mikrostruktury nadstopu CMSX-6 otrzymanego z prędkością wyciągania  $V_t=3\text{mm/min}$ , miejsca i okolice występowania eutektyki  $\gamma/\gamma'$  w obszarach między-dendrytycznych poddane wydłużonemu procesowi trawienia elektrochemicznego

Kolejne interesujące formy Eutektyki oraz obszarów w jej najbliższym otoczeniu zaprezentowano na *rysunku 112*. Na zestawieniu mikrofotografii nieregularne pasmowe formy eutektyki przypominają formy obserwowane wcześniej (*Rysunek 112*). Dodatkowo obserwowane są pomniejsze formy eutektyki niejako wychodzące z regularnej formy eutektyki  $\gamma/\gamma'$ . Efekt ten mógłby sugerować kierunek dyfuzji składników z obszarów później wykrystalizowanych tj. eutektyk do faz budulcowych  $\gamma/\gamma'$ . Może to sugerować stosunkowo zbliżoną chemię obszarów eutektyki  $\gamma/\gamma'$  z fazą  $\gamma'$ . Należy jednak pamiętać, że obszary eutektyki powstały już po wykrystalizowaniu dendrytów z cieczy resztkowej w przestrzeniach styku sąsiednich ramion dendrytów. Ponadto po raz kolejny obserwuje się występowania III rzędowej fazy  $\gamma'$  w regionie przy granicznym eutektyki z ramieniem dendrytu (*Rysunek 112*).



Rysunek 112. Obrazy mikroskopowe mikrostruktury monokrystalicznych odlewów nadstopu CMSX-6 z prędkością wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$ , miejsca i okolice występowania eutektyki  $\gamma/\gamma'$  w obszarach między-dendrytycznych w poddane wydłużonemu procesowi trawienia elektrochemicznego

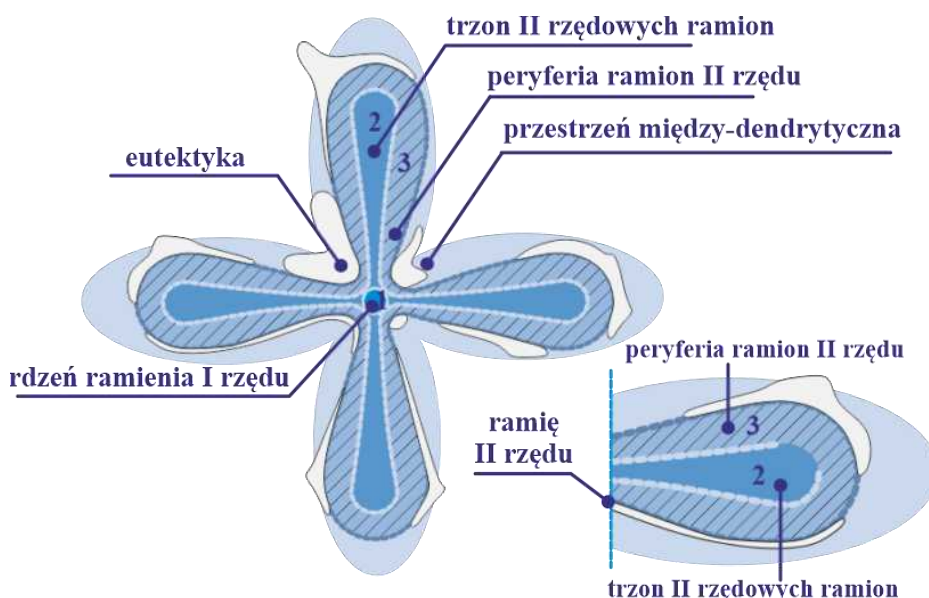
W odniesieniu do niepożądanego eutektyki  $\gamma/\gamma'$  w przypadku obydwu nadstopów jej lokalizacja jest podobna i występuje w przestrzeniach między dendrytycznych na styku sąsiadujących dendrytów. Natomiast morfologią eutektyka obserwowana dla nadstopu CMSX-4, charakteryzują się bardziej obłymi kształtami w przeciwieństwie do eutektyki obserwowanej dla CMSX-6. Eutektyka stopu CMSX-6 przejawia tendencję do mniej spójnych wyciągniętych i podłużnych elementów eutektyki.

Porównując obrazy mikroskopowe obu nadstopów w przypadku obszaru rdzenia i ramion nie zauważono wyraźnych różnic kształtu krystalitów  $\gamma'$ . Do pełnej analizy morfologii uwzględniając czynnik technologiczny prędkości wyciągania formy ze strefy grzewczej  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $3\text{mm/min}$  należałoby porównać rozmiar liczebność i rozkład wielkości krystalitów  $\gamma'$ .



## 16. Struktura i forma dendrytów

Analiza morfologii monokrystalicznych nadstopów na bazie niklu typu CMSX-4 oraz CMSX-6 została dokonana na bazie rejestracji serii obrazów mikroskopowych. Dane uzyskane w ten sposób pozwoliły na za postulowanie modelu ogólnej postaci dendrytu, charakterystycznej dla każdego z badanych nadstopów. Zaproponowany w obecnej pracy model dendrytu polegający na rozróżnieniu obszaru II rzędowych ramion na dwa: trzon i obszar peryferyjny, jest oparty o dane eksperymentalne rozmiarów krystalitów fazy  $\gamma'$  w tych dwóch obszarach (Rysunek 113). Wyselekcjonowano również eutektykę  $\gamma/\gamma'$  występującą w każdym układzie dendrytów, każdego ze stopów CMSX-4 i CMSX-6. Zaproponowano następujące nazwy: rdzeń, czyli ramię I rzędu, oraz ramię II rzędu, składające się z trzonu i obszaru peryferyjnego (Rysunek 113).



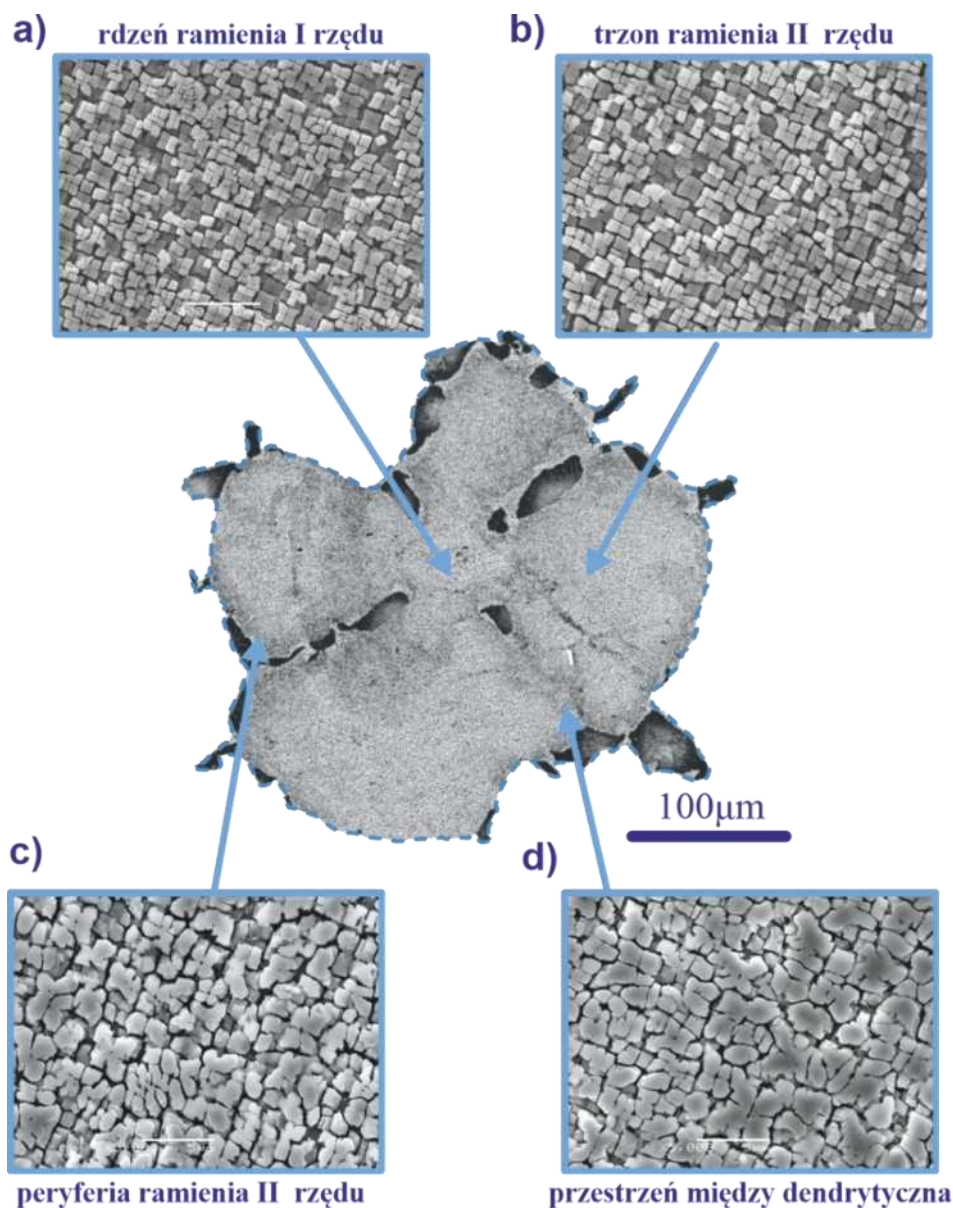
Rysunek 113. Schemat budowy dendrytu w płaszczyźnie poprzecznej, 1- rdzeń ramienia I rzędu, 2- trzon II rzędowych ramion, 3- peryferia ramion II rzędu, 4- przestrzeń między-dendrytyczne

Opracowany model został stworzony na podstawie badań rozmiaru fazy  $\gamma'$  nadstopów niklu typu CMSX-4 oraz CMSX-6, określonych zarówno w płaszczyźnie poprzecznej jak i wzdłużnej przekrojów dendrytów. W celu uwidocznienia owych różnic w każdej z omawianych płaszczyzn przekrojów wyodrębniono ze zglądu pojedyncze dendryty. Poniżej przedstawiono eksperymentalne dane dotyczące przeprowadzonych obserwacji mikrostruktur rdzenia i ramion II rzędu dendrytów (Rysunek 114, Rysunek 115).

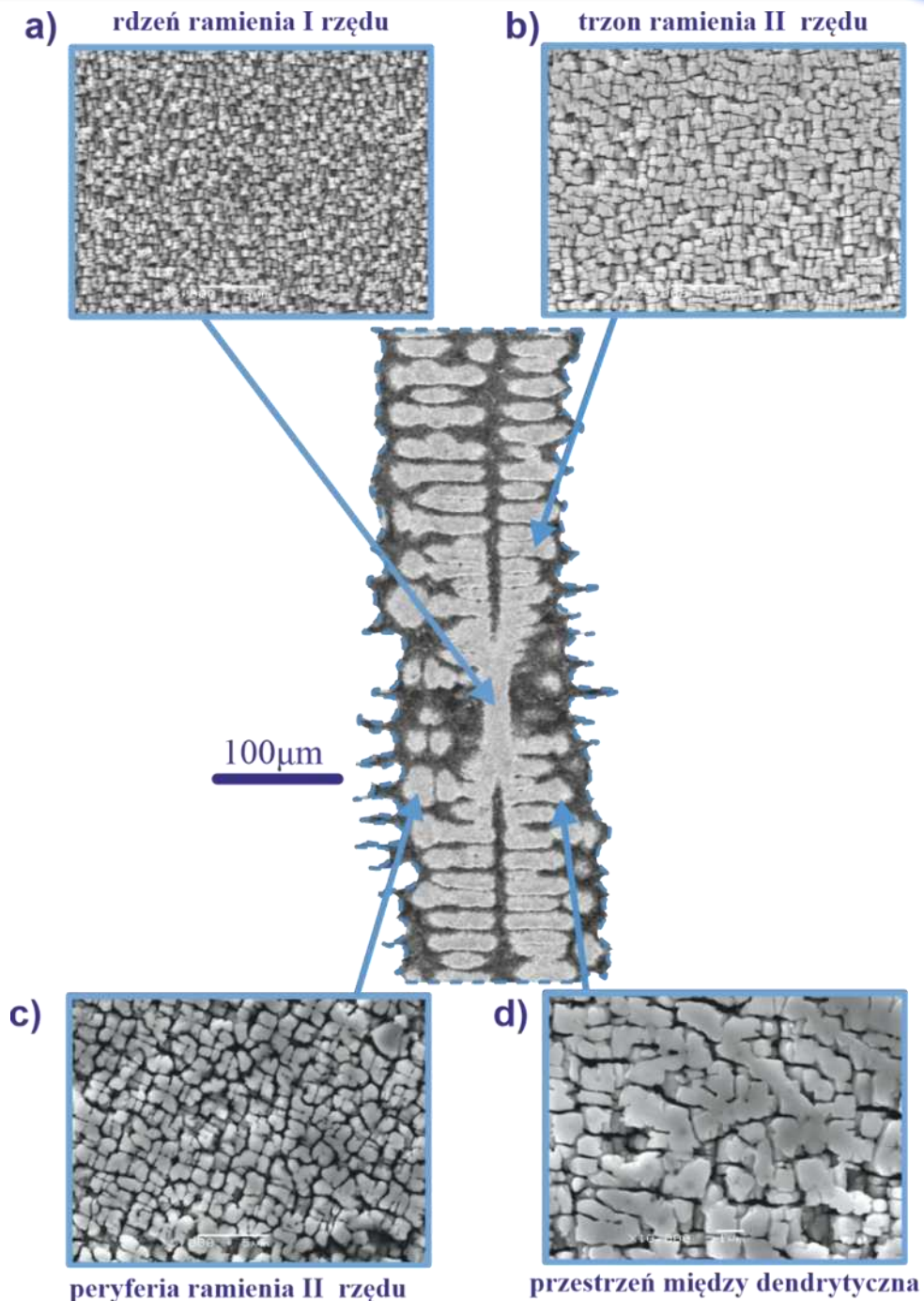
Analizę obszarów dendrytu wykonano w prostopadłych do siebie płaszczyznach zglądów, zamka łopatki lotniczej wykazała większy stopień zróżnicowania wielkości



i kształtu krystalitów  $\gamma'$  na zglądach wzdłużnych równoległych do osi odlewu. Na zglądach podłużnych zaobserwowano skokowe zmiany wielkości  $\gamma'$  w przeciwieństwie do zmian obserwowanych na zglądach poprzecznych, gdzie zmiana ta jest bardziej stopniowa. Ogólna zmiana kształtów  $\gamma'$  oraz ich regularności jest bardziej wyraźna dla zglądów podłużnych. W przestrzeni między dendrytycznej zarówno dla zglądów poprzecznych jak i wzdłużnych obserwuje się występowanie aglomeratów  $\gamma'$  o zbliżonej morfologii. Ponieważ wszystkie próbki są w stanie surowym (lanym) czyli bez zastosowania obróbki cieplnej na mikrofotografiach struktury widoczne są obszary eutektyki  $\gamma/\gamma'$ . Faza ta została zarejestrowana zarówno dla stopu CMSX-4 jak i CMSX-6.



Rysunek 114. Obraz mikroskopowy pojedynczego dendrytu w płaszczyźnie poprzecznej wraz z obrazami struktury  $\gamma/\gamma'$  dla monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6



Rysunek 115. Obraz mikroskopowy pojedynczego dendrytu w płaszczyźnie wzdłużnej wraz z obrazami struktury  $\gamma/\gamma'$  dla monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu CMSX-4 i CMSX-6

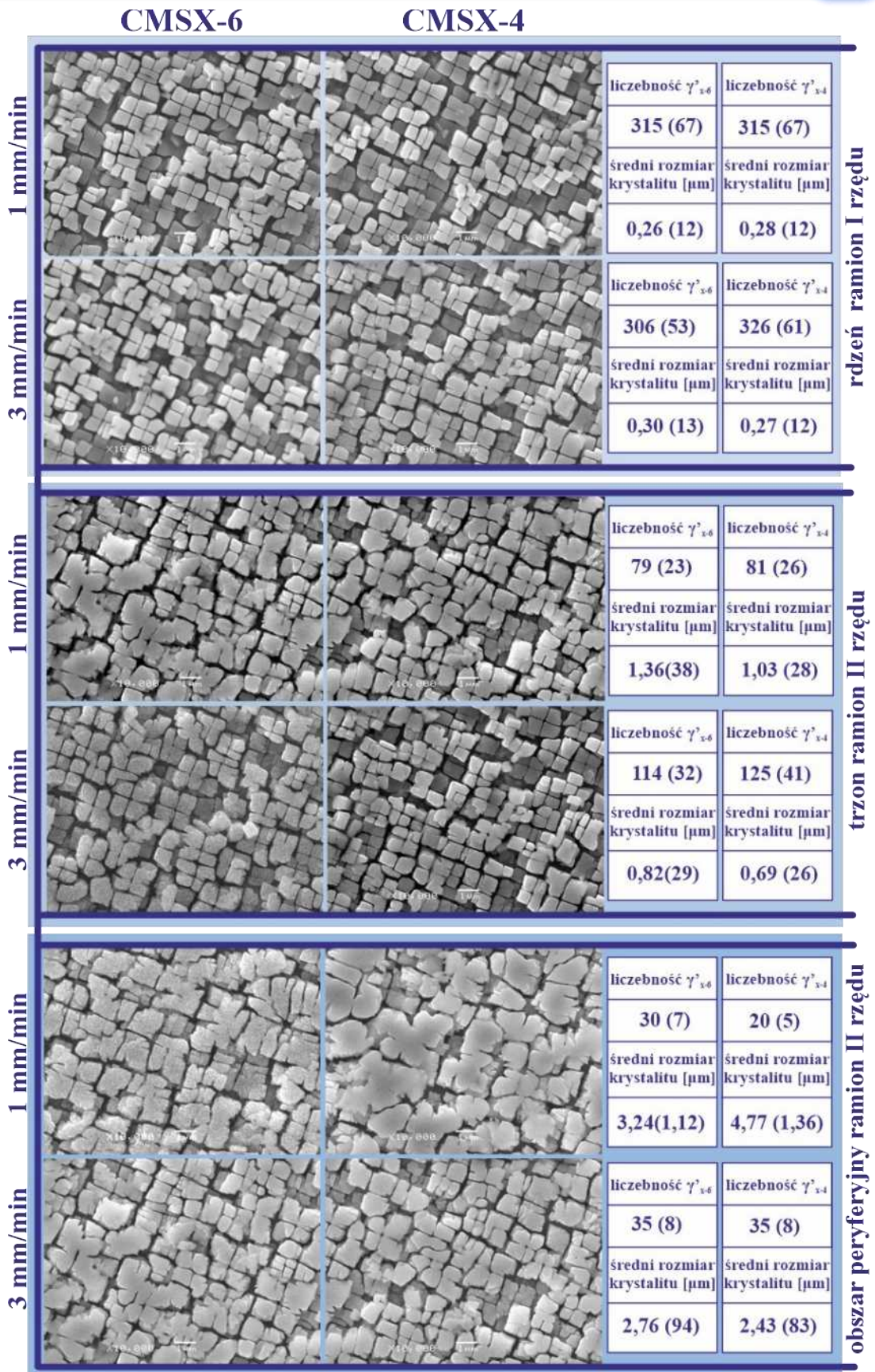
Precyzyjne określenie rozmiarów  $\gamma'$  oraz dokonano przy użyciu trawienia elektrolitycznego wcześniej opracowanego roztworu elektrolitu na bazie kwasu szczawiowego. W obecnej pracy dobrano optymalny układ i parametry trawienia, co pozwoliło uzyskać wysokiej jakości obrazy postaci krystalitów  $\gamma'$  które posłużyły do scharakteryzowania poszczególnych obszarów tworzących postać dendrytu (Rysunek 116). Wykonana seria obrazów mikroskopowych posłużyła jako podstawa do wyróżnienia ww. obszarów na podstawie porównania wartości średniej rozmiarów





krystalitów  $\gamma'$  charakterystycznych dla każdego z wymienionych obszarów. Zestawienie mikrografii wybranych obszarów dendrytu wraz z określonymi wartościami średniej wielkości krystalitu  $\gamma'$  oraz jej liczebnością przedstawiono na *Rysunek 116*.

Porównanie 3 stref dendrytu dla obu nadstopów, uwzględniając zmienny parametr technologiczny jakim jest prędkości wyciągania odlewu z pieca przedstawiono na *rysunku 116*. Ponadto na podstawie uzyskanych obrazów mikroskopowych trzech stref dendrytu oszacowano przybliżoną liczebność oraz względną wielkość krystalitów  $\gamma'$  przyjętego obszaru badawczego. Na podstawie wnikliwych obserwacji zaobserwowano, iż dla obszarów badawczych odlewu otrzymanego z prędkością wyciągania z pieca  $V_t = 3$  mm/min rejestrują się większą liczebność i analogicznie mniejszą wielkość krystalitów  $\gamma'$  niż dla odlewów otrzymanych z prędkością wyciągania z pieca  $V_t = 1$  mm/min. Efekt ten jest mniej widoczny w strefie rdzenia, gdzie niewielkie różnice w rozmiarze oraz liczebności krystalitów  $\gamma'$  mieści się w zakresie niepewności pomiarowej. Tym samym w kolejnych strefach ww. efekt jest bardziej uwypuklony. Tendencja ta jest zachowana dla obydwu badanych nadstopów tj. CMSX-6 i CMSX-4. Należy pamiętać, że wartość średnia wielkości krystalitów  $\gamma'$  jest wartością uśrednioną oraz przybliżoną i nie odzwierciedla rzeczywistego stanu rozkładu rozmiarów  $\gamma'$  w danej strefie, jednak pozwala zobrazować różnice między samymi strefami jak i trend zależności rozmiarów od parametrów technologicznych dla odlewów z nadstopu niklu. Natomiast wnioski odnośnie do wpływu różnic składu chemicznego badanych nadstopów niklowych tj. (CMSX-4 i CMSX-6) na morfologię krystalitów  $\gamma'$ , nie popartych badaniami mikroanalizy składu chemicznego w przypadku samych obserwacji mikroskopowych struktury byłyby nieprawidłowe.



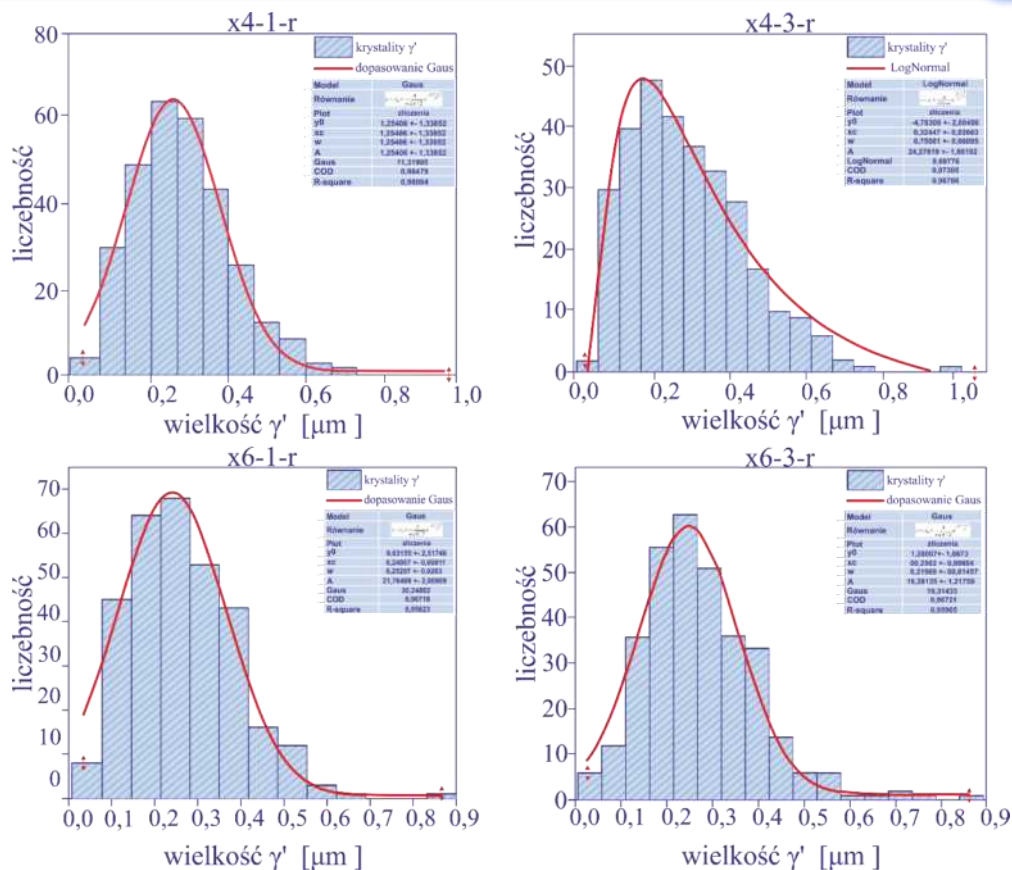
Rysunek 116. Porównanie obrazów mikroskopowych fazy  $\gamma'$  dla stopów CMSX-4 i CMSX-6 otrzymanych z prędkościami wyciągania 1mm/min oraz 3mm/min wraz z liczebnością oraz średnią wielkością kryształitu  $\gamma'$



W celu pełniejszego opisu krystalitów  $\gamma'$  wykonano rozkład wielkości cząstek. Wyselekcjonowane obrazy zostały poddane obróbce graficznej w celu odcięcia poniższych warstw  $\gamma'$  oraz usunięciu szumów zakłócających rzeczywisty stan informacji o krystalitach fazy umacniającej. Poniżej omówiono charakter krystalitów fazy  $\gamma'$  na przestrzeni stref budujących postać dendrytu.

## 16.1. Strefa 1: rdzeń ramion I rzędu

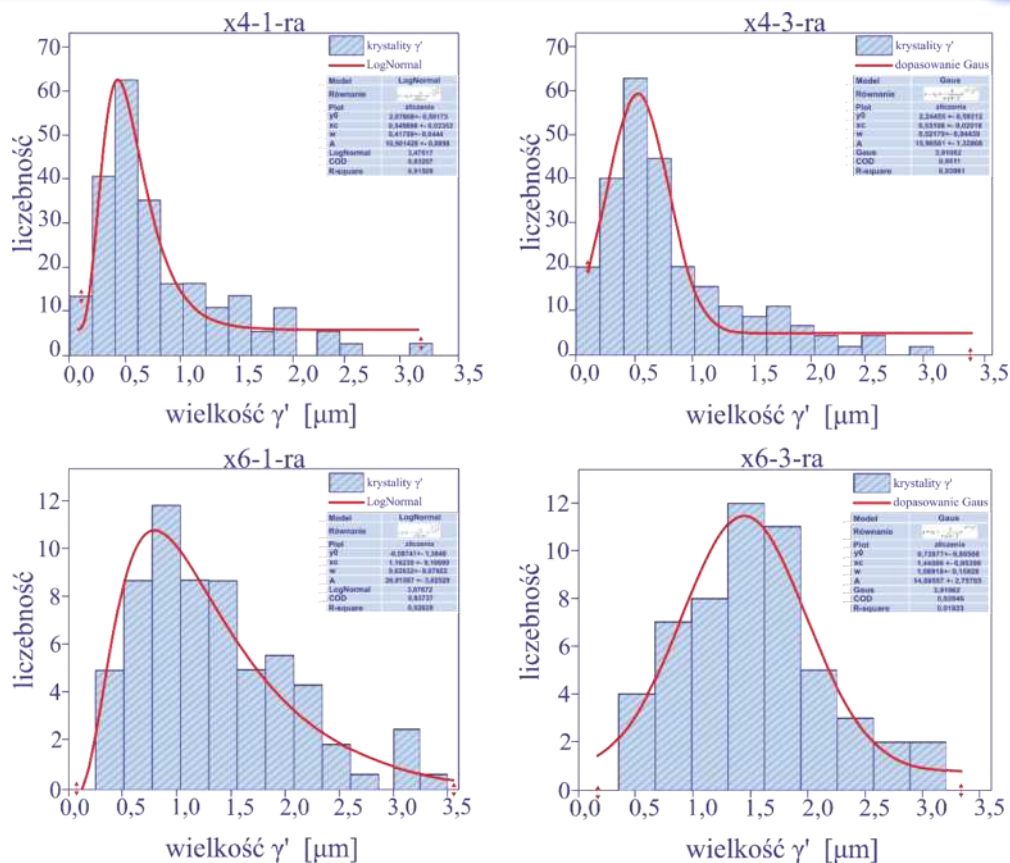
Charakterystyczną dla strefy rdzenia są najmniejsze kostki  $\gamma'$ . Tak samo ich kształt w tym obszarze jest najbardziej zbliżony do sześcianu. Dodatkowo krystality przejawiają tendencje do regularnej postaci równomiernie rozłożonej na powierzchni rdzenia oraz do formowania pakietów składających się z zazwyczaj z 4 kostek  $\gamma'$ . Wysoka regularność kształtu oraz brak zakłóceń postaci fazy  $\gamma'$  jest tożsama dla wszystkich zarejestrowanych obrazów rdzenia, zarówno obserwowanych na płaszczyźnie przekroju poprzecznego jak i na płaszczyźnie przekroju wzdłużnego. Oszacowano rozmiary krystalitów rdzenia dla nadstopu CMSX-4. Otóż na podstawie obrazów mikroskopowych krystalitów fazy  $\gamma'$  dla prędkości wyciągania  $V_t = 1$  mm/min najczęściej obserwuje się fazę  $\gamma'$  o rozmiarach z zakresu od (0,12) do (0,38)  $\mu\text{m}$ . Natomiast przy prędkości wyciągania  $V_t = 3$  mm/min dominują krystality  $\gamma'$  z zakresu od (0,11) do (0,42)  $\mu\text{m}$ . Podobnie jest przy obserwacjach rdzenia dendrytycznego nadstopu typu CMSX-6, gdzie rozmiary krystalitów przyjmują wartość (0,15)-(0,38)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t = 1$  mm/min oraz (0,12)-(0,42)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t = 3$  mm/min (Rysunek 117).



Rysunek 117. Wizualizacja porównawcza rozkładu wielkości cząstek fazy  $\gamma'$  w obszarze rdzenia denrytycznego dla monokrystalicznych odlewów nadstopu niklu CMSX-4 oraz CMSX-6 z predkościami wyciągania 1mm/min i 3mm/min

## 16.2. Strefa 2: trzon ramion II rzędu

W trzonie II rzędowych ramion obserwowane jest płynne przejście w nieco bardziej rozbudowane formy krystalitów  $\gamma'$ . Widoczny wzrost rozmiarów fazy umacniającej wraz z coraz to częstszymi przypadkami odbiegania od formy sześcianu. Całość obudowująca strefę rdzenia nadając charakterystyczny kształt rozety dendrytu. Ponadto zauważalne są fragmenty (mostki) łączące sąsiadujące krystality które należałoby traktować jako jeden krystalit. W niektórych przypadkach efekt ten jest na tyle silny, że zaciera się dyskretna granica między kostkami tworząc twór kilkukrotnie przewyższający parametrami wielkościami sąsiednie kostki  $\gamma'$ . Wewnątrz tej strefy wielkość najczęściej występujących krystalitów  $\gamma'$  dla nadstopu CMSX-4 szacowana jest jako (0,21) -(0,78)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=1\text{mm/min}$  oraz (0,23) -(0,84)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=3\text{ mm/min}$ . Natomiast dla nadstopu CMSX-6 znaczna większość krystalitów odznacza się gabarytami w przedziale (0,51) -(1,47)  $\mu\text{m}$  odlewanych z  $V_t=1\text{mm/min}$  oraz (1,01) -(1,83)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=3\text{ mm/min}$  (Rysunek 118).



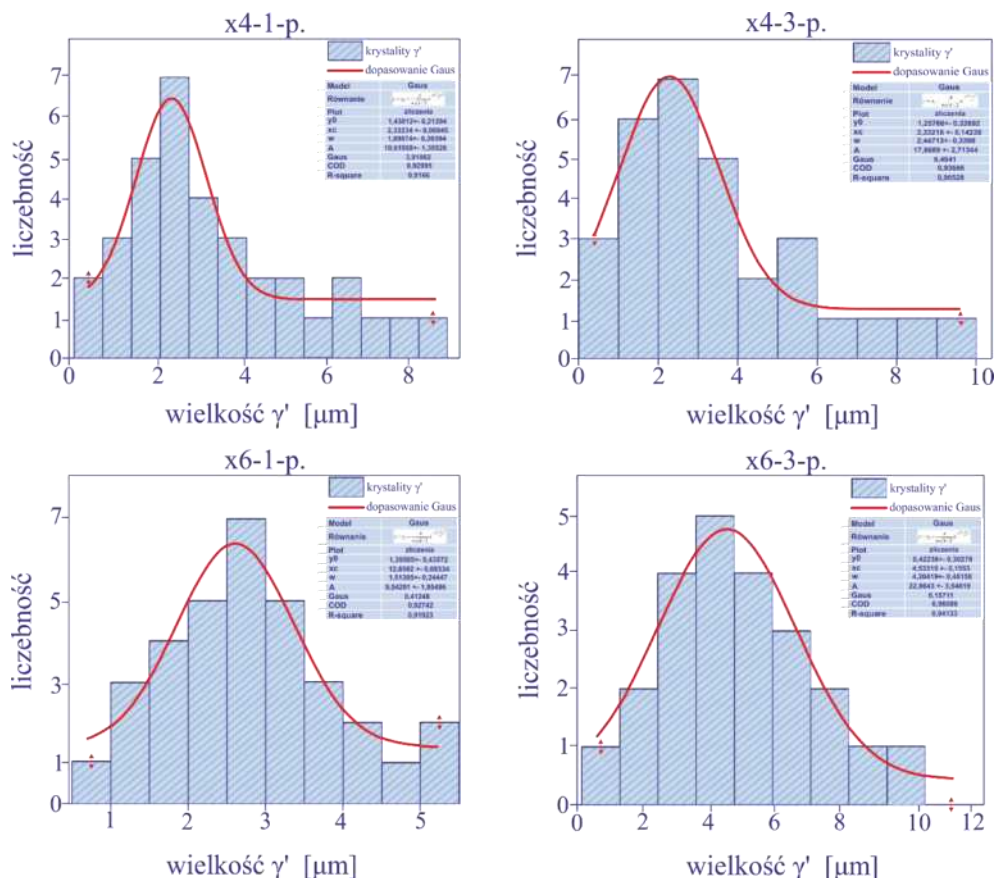
Rysunek 118. Wizualizacja porównawcza rozkładu wielkości cząstek fazy  $\gamma'$  w obszarze ramienia dendrytycznego dla monokrystalicznych odlewów nadstopu niklu CMSX-4 oraz CMSX-6 z prędkościami wyciągania 1mm/min i 3mm/min

### 16.3. Strefa 3: peryferia ramion II rzędu

Tą strefę przede wszystkim charakteryzują duże kryształy  $\gamma'$  o bliżej nieokreślonych kształtach. Faza ta przypomina aglomerat połączonych kilku do kilkunastu kostek fazy  $\gamma'$ . Rozmiary bliżej nieokreślonych kształtów gamy  $\gamma'$  w przypadku nadstopu CMSX-4 dla największej liczebności wynosiły odpowiednio (1,75)-(3,8)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=1$  mm/min oraz (1,12)-(4,07)  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=3$  mm/min. W przypadku CMSX-6 były to wartości (1,54)-(4,12)  $\mu\text{m}$  oraz (2,54)-(7,32)  $\mu\text{m}$   $V_t=3$ mm/min. Jest to obszar o największym zróżnicowaniu fazowym, gdyż oprócz obecności fazy  $\gamma'$  obserwowane w tym fragmencie dendrytu są stosunkowo duże nagromadzenia eutektyki  $\gamma/\gamma'$  rozmiarami znacznie przekraczającymi wielkość kryształitów fazy  $\gamma'$  (Rysunek 119). Ponadto obszar ten jest miejscem występowania dużej liczby zdefektowanych kształtów spowodowanych prawdopodobnie wzajemnym oddziaływaniem podczas krystalizacji stykających się ramion dendrytów. Efektem tego



są widoczne krystality fazy trzecio-rzędowej  $\gamma'$ , zlokalizowanej na styku eutektyki z krystalitami z III obszaru dendrytu.



Rysunek 119. Wizualizacja porównawcza rozkładu wielkości cząstek fazy  $\gamma'$  w obszarze przestrzeni między-dendrytycznej dla monokrystalicznych odlewów nadstopu niklu CMSX-4 oraz CMSX-6 z prędkościami wyciągania 1mm/min i 3mm/min

Powyższe badania wykazują przewagę stopu CMSX-4 nad stopem CMSX-6 w występowaniu oraz liczebności krystalitów fazy  $\gamma'$  w przedziale (0,2) -(0,8)  $\mu\text{m}$  ścianki bocznej w obszarze rdzenia i trzonu ramion II rzędu, które zgodnie z danymi literaturowymi przedstawionymi w studium literatury zapewniają najlepsze właściwości wytrzymałości temperaturowej. Tabele 9-11 przedstawiają zestawienie porównawcze wielkości krystalitów  $\gamma'$  z rozkładu wielkości wraz z ich liczebnością w danym obszarze dendrytu tj. rdzeń I rządowego ramienia, trzon II rządowych ramion i peryferia II rządowych ramion.

Na podstawie poniższych tabel zaobserwowano, że rozkład wielkości w obszarze rdzenia dla obydwóch badanych nadstopów jest zbliżony niezależnie od prędkości wyciągania. Natomiast największa liczebność krystalitów  $\gamma'$  zarejestrowano dla nadstopu CMSX-4 szczególnie dla prędkości wyciągania 3 mm/min, co świadczy, że dla tej konfiguracji stopu i parametrów technologicznych występuję najwięcej



krystalitów  $\gamma'$  o małych rozmiarach (Tabela 9). W obszarze trzonu mimo najmniejszego zakresu rozmiaru krystalitu  $\gamma'$  dla nadstopu CMSX-4 przy prędkości  $V_t=1$  mm/min to ponownie obserwuję się największą liczebność dla konfiguracji CMSX-4 i  $V_t=3$ mm/min, co potwierdza wcześniejsze obserwacje (Tabela 10). W peryferiach ramion II rzędowych obserwuję się analogiczna sytuacje (Tabela 11). Mimo różnic wielkości krystalitów  $\gamma'$  w poszczególnych obszarach zaobserwowano tendencję do występowania mniejszych krystalitów fazy  $\gamma'$  dla nadstopu CMSX-4 w szczególności przy prędkości  $V_t=3$ mm/min.

Tabela 9. Rozkład wielkości i liczebność krystalitów fazy  $\gamma'$  w obszarze rdzenia I rzędowych ramion

Rdzeń I rzędowych ramion			
Nadstop	prędkość wyciągania $V_t$	rozmiar krystalitów $\gamma'$ [ $\mu$ m]	liczebność [lp.]
CMSX-6	1 mm/min	0,15-0,38	315
	3mm/min	0,12-0,42	306
CMSX-4	1 mm/min	0,12-0,38	315
	3 mm/min	0,11-0,42	326

Tabela 10. Rozkład wielkości i liczebność krystalitów fazy  $\gamma'$  w obszarze trzonu II rzędowych ramion

Trzon II rzędowych ramion			
Nadstop	prędkość wyciągania $V_t$	rozmiar krystalitów $\gamma'$ [ $\mu$ m]	liczebność [lp.]
CMSX-6	1 mm/min	0,51-1,47	79
	3mm/min	1,01-1,83	114
CMSX-4	1 mm/min	0,21-0,78	81
	3 mm/min	0,23-0,84	125

Tabela 11. Rozkład wielkości i liczebność krystalitów fazy  $\gamma'$  w obszarze peryferyjnym II rzędowych ramion

Peryferia ramion II rzędowych			
Nadstop	prędkość wyciągania $V_t$	rozmiar krystalitów $\gamma'$ [ $\mu$ m]	liczebność [lp.]
CMSX-6	1 mm/min	1,54-4,12	30
	3mm/min	2,54-7,32	35
CMSX-4	1 mm/min	1,75-3,80	20
	3 mm/min	1,12-4,07	35



## 17. Analiza dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD (SEM)

W kolejnym etapie wykonano badania fragmentów zamków, w których metodami dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej i metodą  $\Omega$ -scan stwierdzono występowanie granic (LAB). W tym celu zastosowano metodę EBSD (SEM) umożliwiającą uzyskanie map orientacji w mikroskali. Do prawidłowej i wielopłaszczyznowej analizy oraz dobrego zwizualizowania zdefektowanych obszarów wykorzystano mapowania z wykorzystaniem następujących czynników: kątów obrotu Eulera  $\Phi$ , nałożenia na siebie wszystkich trzech kątów obrotu Eulera  $\Phi$ , czynnik Schmidta oraz band contrast. Powiększenia zostały dobierane dla poszczególnych fragmentów obszaru zdefektowania w ten sposób, aby zwizualizować wszystkie występujące lokalne efekty. Takie założenia sprawiają, że wyselekcjonowane obszary tożsame dla badanych nadstopów, mogą różnić się zakresem powiększenia przy zestawieniu porównawczym. Zgodnie z dotychczasowymi metodyką porównywano obszary zamków zlokalizowane bliżej jego podstawy w sąsiedztwie linii  $A_1B_1$  dla obydwu badanych stopów.

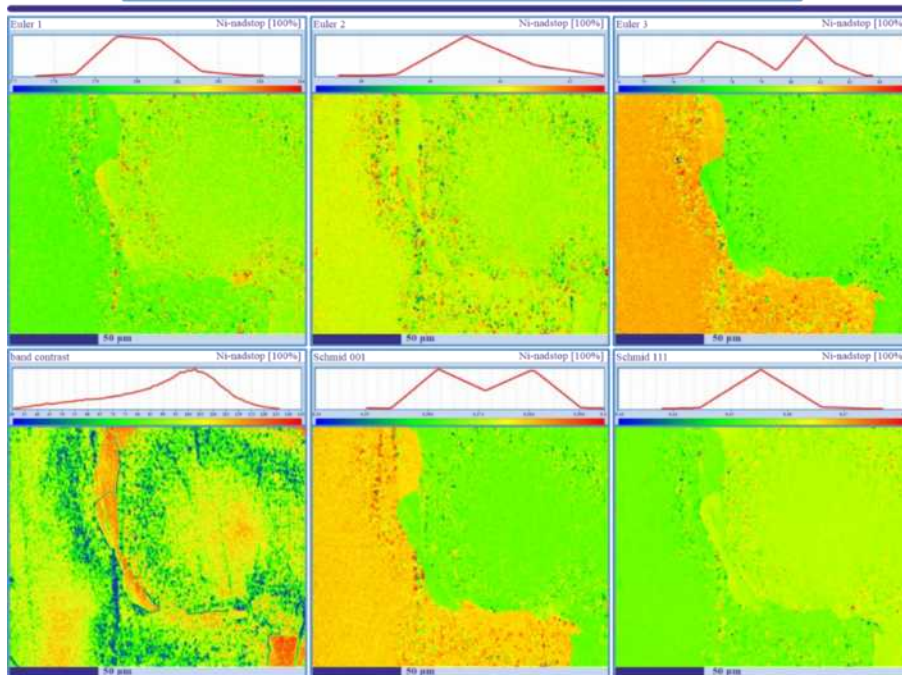
Zestawienie map wykonanych technikami EBSD dla nadstopu CMSX-6 z prędkościami wyciągania  $V_t = 1\text{mm/min}$  oraz  $3\text{ mm/min}$  przedstawiono na (Rysunek 120-Rysunek 121).

Rysunek 120 przedstawia mapy EBSD dla próbki CLR1 nadstopu CMSX-6 uzyskanej z prędkością  $3\text{ mm/min}$  (Rysunek 120). Obserwacje map uzyskanych dla próbki CLR1 potwierdzają występowanie granic ulokowanej między dwoma ramionami zdezorientowanych dendrytów (Rysunek 120). Obszar ten charakteryzuje się dyskretnym przebieg zmian obrotu kątów Eulera  $\Phi$  dla map Euler 1 oraz Euler 2 (Rysunek 120). Natomiast wyraźne zmiany rejestrowane są na mapie Euler 3. Dodatkowo mapy uzyskane z wykorzystaniem czynnika Schmidta najlepiej obrazują przebieg granicy niskiego kąta. W przypadku map przedstawiające intensywność (pasm) ujawniono obniżenie kontrastu nie tylko na granicach ramion, lecz również w wewnętrznej strefie ramienia dendrytu, nieopodal obszaru ich styku (Rysunek 120). Dodatkowo wyodrębniono obszar eutektyki  $\gamma/\gamma'$  występującej między ramionami dendrytów w obszarze między-dendrytycznym. Może to oznaczać, iż granice przebiegają nie tylko po obwiedni ramion dendrytów, ale również po obwiedni występowania eutektyki  $\gamma/\gamma'$  (Rysunek 120).





## CMSX-6

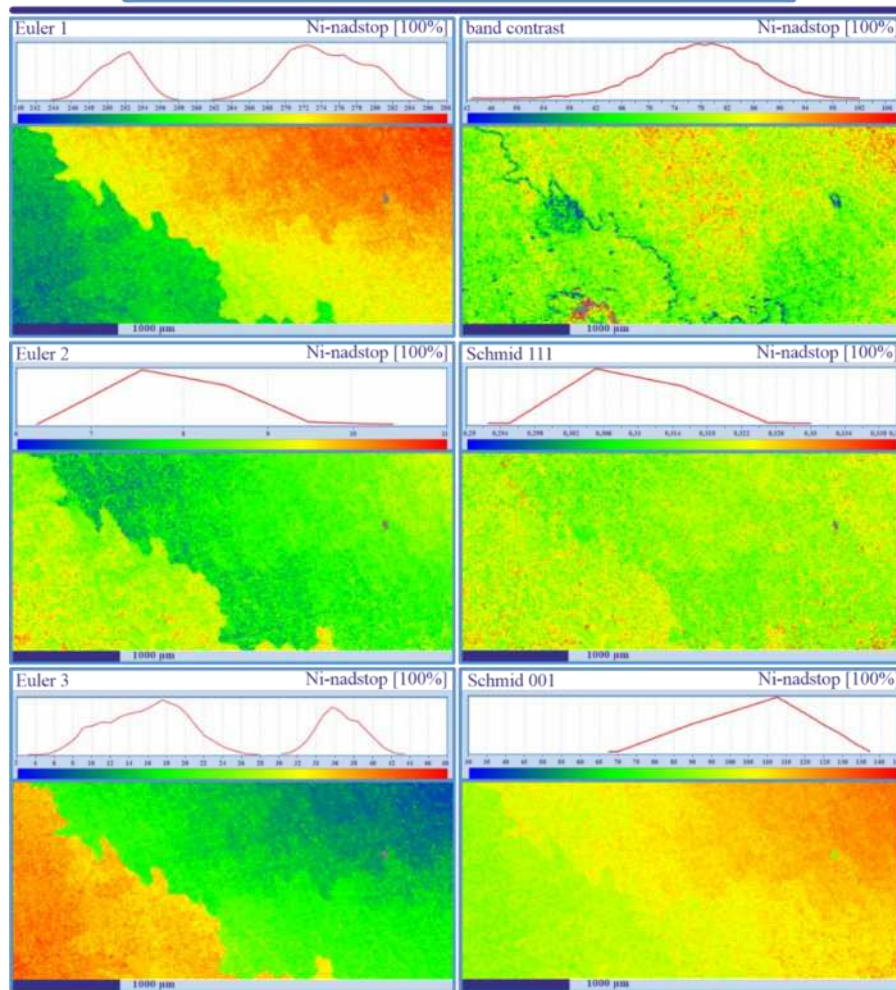


Rysunek 120. Zestawienie map w technice EBSD próbki CLR1 nadstopu CMSX-6, mapa dla kąta Euler 1, mapa dla kąta Euler 2, mapa dla kąta Euler 3, mapa dla kontrastu od pasm Kikuchi „band contrast”, mapa dla czynnika Schmid 001, mapa dla czynnika Schmid 111

Kolejny badany obszar dla nadstopu CMSX-6 jest zgląd CLR3 otrzymany z  $V_t=3\text{mm/min}$  (Rysunek 121). Uzyskane mapy wykazują, iż wśród zdezorientowanych bloków oddzielonych granicą wyznaczoną przez obniżenie kontrastu od pasm Kikuchi (Rysunek 121) występują liniowe zmiany orientacji cząstkowych. Efekt ten jest widoczny na mapach dla wszystkich kątów odniesienia Eulera. W przypadku mapy dla kąta Euler 2 odchylenie między zdezorientowanymi obszarami wykazuje znacznie mniejszą wartość w porównaniu do kątów rejestrowanych na mapach Euler 1 oraz Euler 3 (Rysunek 121). Dodatkowo mapy czynnika Schmid'a potwierdzają, iż liniową zmianę orientacji wewnątrz grup zdezorientowanych dendrytów. Ponadto na podstawie mapowania zdefektowanych obszarów stwierdzono, iż granica przebiega wokół grupy dendrytów (Rysunek 121).



## CMSX-6



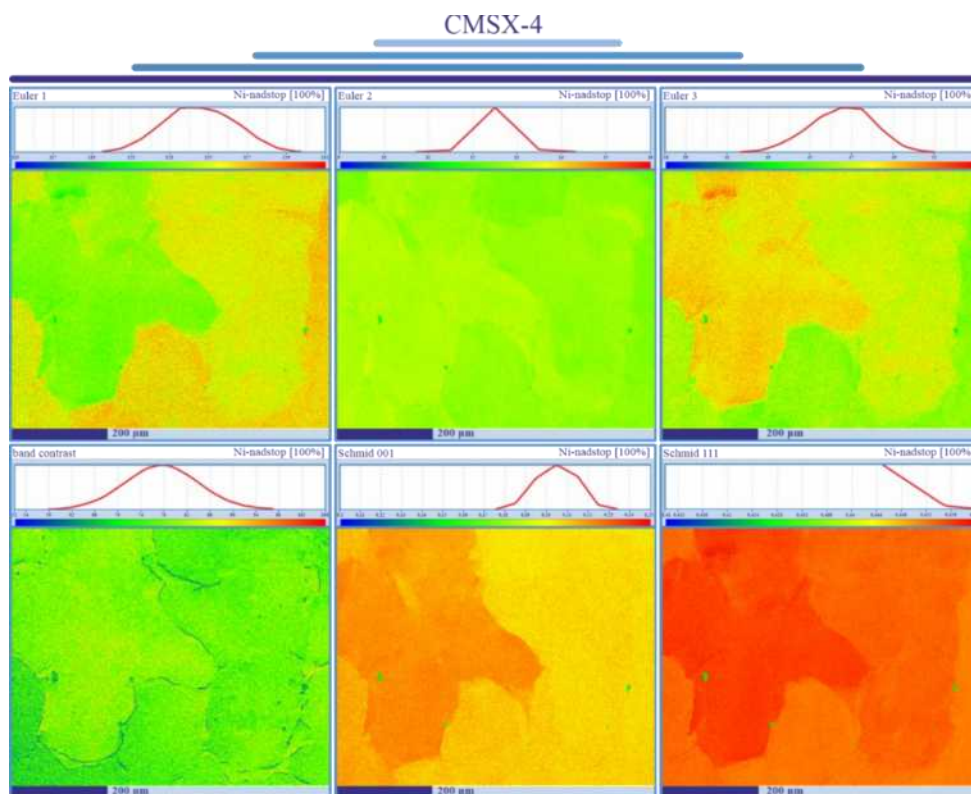
Rysunek 121. Zestawienie map w technice EBSD próbki CLR3 nadstopu CMSX-6, mapa dla kąta Euler 1, mapa dla kąta Euler 2, mapa dla kąta Euler 3, mapa dla czynnika Schmid 111, mapa dla czynnika Schmid 001, mapa dla kontrastu od pasm Kikuchi „band contrast”

Podobną metodykę zastosowano w przypadku obszarów dla nadstopu niklu typu CMSX-4. Tak jak miało to miejsce dla nadstopu I generacji tak i w przypadku nadstopu CMSX-4 mapy dla wyselekcjonowanych obszarów wykazują występowanie granic niskiego kąta (LAB) (Rysunek 122 i Rysunek 123).

Ponadto wykonano serie map w technice EBSD dla obszarów próbki A1 nadstopu niklu CMSX-4. Podobnie jak miało to miejsce w przypadku nadstopu I generacja, różnice orientacyjne między blokami mozaiki odznaczają się mniejszym stopniem ostrości. Obszary te są wyraźne jednak wizualizacja dezorientacji jest rozmyta. Obrazy wizualizujące kąty Eulera (1, 2, 3) wyraźnie oddzielają ramiona dendrytów zdeorientowanych bloków. Nie obserwuje się efektu liniowej zmiany orientacji w obrębie bloku. Na podstawie wyraźnych różnic w kontraście można wnioskować, iż charakter zmiany orientacji jest skokowy między blokami oraz stały w objętości



danego bloku. Ponadto na mapie „band contrast” (Rysunek 122) ujawniło się obniżenie kontrastu w miejscu występowania granicy niskiego kąta. Miejsce występowania granicy zostało potwierdzone za pośrednictwem map z wykorzystaniem czynnika Schmid. Dodatkowo obserwuje się silniejszy kontrast dla naprężeń ścinających w płaszczyźnie 001 niż dla mapy Schmid 111. Ponadto zarejestrowano występowanie małych zdezorientowanych obszarów usytuowanych w przestrzeniach między-dendrytycznych. Obszary te to prawdopodobnie eutektyka  $\gamma/\gamma'$  pozostałość stopu po procesie krystalizacji (Rysunek 122).

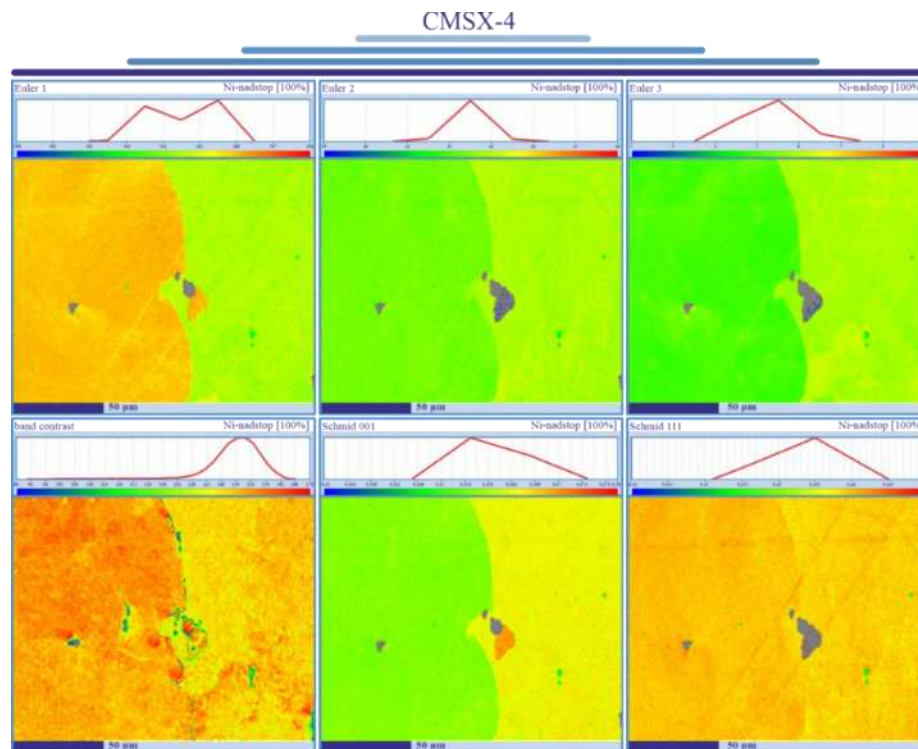


Rysunek 122. Zestawienie map w technice EBSD próbki A1 nadstopu CMSX-4, mapa dla kąta Euler 1, mapa dla kąta Euler 2, mapa dla kąta Euler 3, mapa dla kontrastu od pasm Kikuchi „band contrast”, mapa dla czynnika Schmid 001, mapa dla czynnika Schmid 111,

W końcowy etapie wykonano serie map z zastosowaniem dużego powiększenia dla próbki A3 nadstopu niklu typu CMSX-4 otrzymanej z prędkością  $V_t = 3\text{mm/min}$  (Rysunek 123). Na obrazach widoczna jest zmiana kontrastu dendrytów pomiędzy blokami mozaiki dla wszystkich kątów Eulera  $\Phi$ . Mapa uzyskana w układzie odniesienia do Euler 1 wykazuje się znacznie większym kontrastem niż w przypadku map uzyskanych dla układów Euler 2 oraz Euler 3. Analiza map z wykorzystaniem czynnika Schmid (Rysunek 123) potwierdziły skokowy charakter zmiany orientacji na granicy ramion dendrytów stykających się bloków mozaiki. Ponownie mapa Schmid 001 wykazują



silniejszy kontrast dla naprężeń ścinających w płaszczyźnie (001) w odniesieniu do mapy Schmid 111 obrazującej naprężenia ścinające w płaszczyźnie (111) (Rysunek 123). Dodatkowo na mapie od linii Kikuchi dla próbki A3 zaobserwowano obniżenie kontrastu zlokalizowane pomiędzy dwoma ramionami dendrytów. Efekt obniżenia kontrastu wyznacza przebieg granicy niskiego kąta dla badanej próbki. Ponadto obniżenie kontrastu występuje również wokoło obszarów Eutektyki  $\gamma/\gamma'$  (Rysunek 123).



Rysunek 123. Zestawienie map w technice EBSD próbki A3 nadstopu CMSX-4, mapa dla kąta Euler 1, mapa dla kąta Euler 2, mapa dla kąta Euler 3, mapa dla kontrastu od pasm Kikuchi „band contrast”, mapa dla czynnika Schmid 001, mapa dla czynnika Schmid 111,

Analiza map uzyskanych technikami EBSD wykazała, iż przebieg granicy pomiędzy blokami mozaiki koreluje z wynikami topografii rentgenowskiej oraz z mapami orientacji uzyskanymi metodą  $\Omega$ -scan. Obserwowane dezorientacje wykazują dwójaki charakter: pierwszy z obserwowanych efektów jest to skokowa zmiana orientacji między blokami mozaiki. Natomiast drugi obserwowany efekt to liniowa niewielka zmiana stopnia dezorientacji w obrębie pojedynczego bloku doprowadzająca do wartości krytycznej na styku z sąsiadującym blokiem. Odchylenia katowe w układach Eulera mogą występować niezależnie od siebie oraz bez powinowactwa z pozostałymi układami. Monokrystaliczne odlewy zamków nadstopów niklu typu CMSX-4 oraz CMSX-6 wykazują słaby kontrast [001] od krytycznych naprężeń ścinających w płaszczyźnie (111). Nadstop CMSX-4 charakteryzuje się łagodniejszą zmianą kontrastu w miejscach



występowania granic niskiego kąta. Zastosowanie dużego powiększenia uwidocznilo przebieg granic wzdłuż styku ramion dendrytów oraz w niektórych przypadkach po obwodni obszaru eutektyki  $\gamma/\gamma'$ .

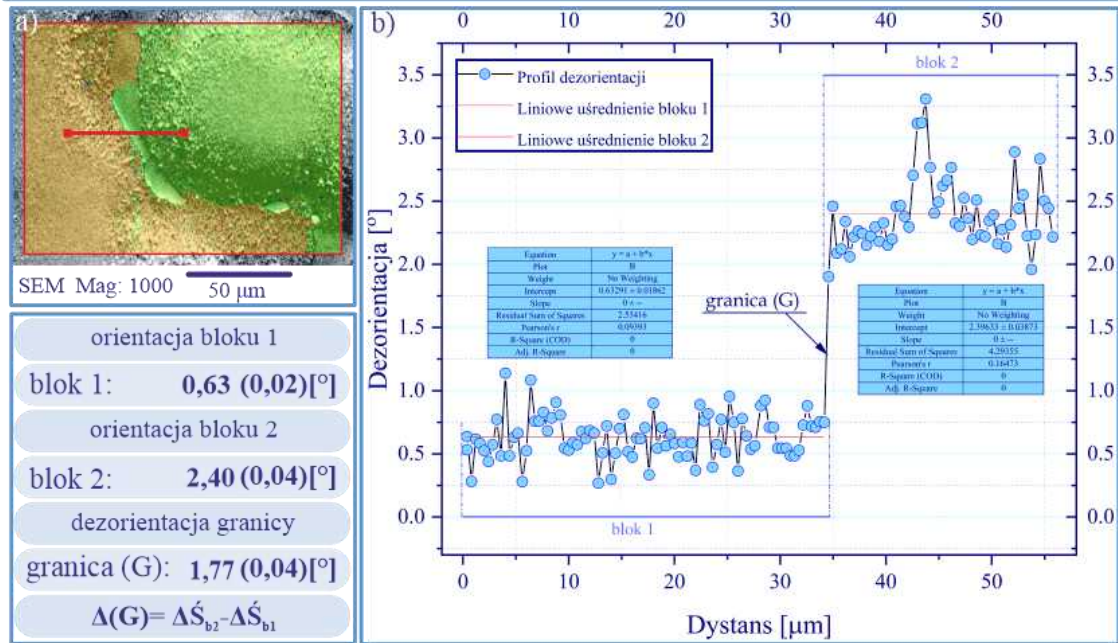
W kolejnym etapie porównano wartości dezorientacji granic dla nadstopów typu CMSX-6 oraz CMSX-4 metodami mikroskopii elektronowej SEM w technice (EBSD). Dokonano tego za pośrednictwem wykresów kąta dezorientacji wykreślonych z nałożonych map orientacji na obrazy mikrostruktury. Zabieg ten pozwolił na wizualizację przebiegu granicy zlokalizowanej w obszarach między-dendrytycznych. Odcinek wykreślony na mapach wskazuje lokalizację prostej wzdłuż, której zmierzono dezorientację bloków za pośrednictwem technik EBSD.

Zestawienia graficzne dla nadstopu typu CMSX-6 (*Rysunek 124*, *Rysunek 125*) przedstawiają kolejno wykresy wartości kątowej dezorientacji, oszacowaną orientacją bloków oraz obszar mikrostruktur wraz z linią wzdłuż której mierzono wartość zdefektowania. Należy uwzględnić w dalszych rozważaniach, iż profil dezorientacji jest mierzony względem pierwszego mierzonego punktu wzdłuż wykreślonych odcinków zawartych na obrazach mikrostruktury obszaru badanego.

Profil dezorientacji dla obszaru próbki CLR1 przedstawiono na *Rysunek 124*. Dla obszaru styku dwóch ramion dendrytycznych wyznaczono profil dezorientacji wraz z potwierdzeniem występowania dwóch bloków (*Rysunek 124*). Dodatkowo obserwuje się, obszary eutektyki wchodzące w obręb bloków na mapie EBSD. Eutektyka  $\gamma/\gamma'$  charakteryzuje się niemal identyczną orientacją krystalograficzną jak ramie dendrytu jednego z bloków. Skok orientacji zlokalizowano w punkcie  $X = 35 \mu\text{m}$  dystansu osi X. Wartość dezorientacji całkowitej oszacowano na ok.  $1,77^\circ$ . Ponadto po raz kolejny obserwuje się zmiany orientacji już w obrębie pojedynczego II rzędowego ramienia dendrytu. Podobny efekt widoczny jest już na przestrzeni samej eutektyki lub w obszarze granicznym eutektyka-ramie (*Rysunek 124*).



CMSX-6

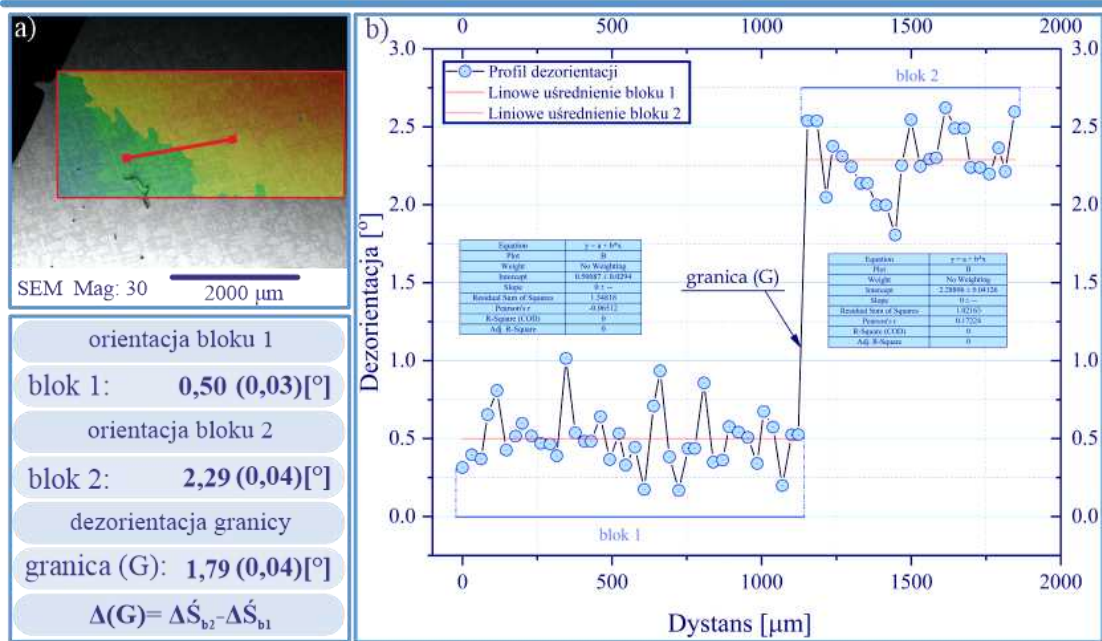


Rysunek 124. Opracowanie charakterystyki granicy na podstawie mapowania orientacji metodą EBSD próbki CLR1 nadstopu CMSX-6 uzyskanej z prędkością  $V_t=1\text{mm/min}$

Następnie wykreślono profil dezorientacji dla obszaru próbki CLR3 (Rysunek 125). Podobnie jak miało to miejsce poprzednio profil dezorientacji również przejawia skok wartości usytuowany w punkcie  $X = 1200$  dystansu osi X. Profil mierzonego odcinka jednoznacznie obrazuje strukturę blokową na przestrzeni jego dystansu, pod postacią dwóch osobnych skupisk wartości orientacji oddzielonych granicą niskiego kąta. Na podstawie zestawienia mikrostruktury obszaru badanego z nałożoną mapą oraz z wykresem orientacji, potwierdzone zostało występowanie granic w tym dużego i niskiego kąta w przestrzeniach między-dendrytycznych. Po raz kolejny widoczne są dyskretne zmiany orientacji w obrębie jednego bloku mozaiki. Pokazuje to, że pojedyncze II rzędowe ramiona dendrytów nie tylko różnią się dyskretną orientacją między sobą, ale również już w obrębie pojedynczego ramienia na całej jego przestrzeni dochodzi do takich zmian (Rysunek 125) Wartość dezorientacji całkowitej dla obszaru próbki CLR3 oszacowano na ok.  $1,8^\circ$ .



CMSX-6



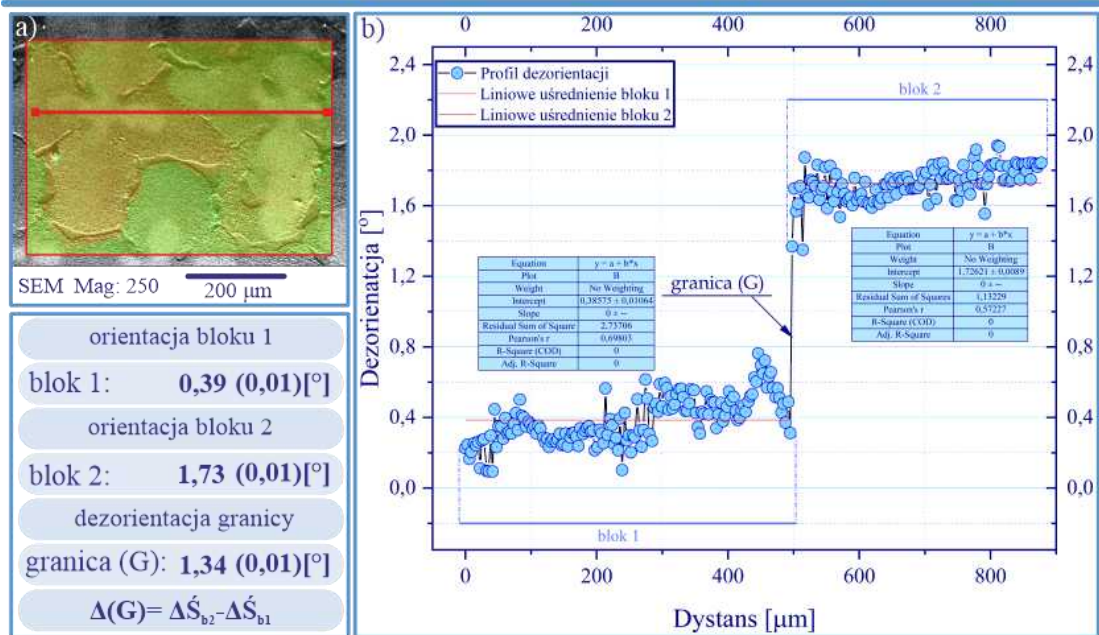
Rysunek 125. Opracowanie charakterystyki granicy na podstawie mapowania orientacji metodą EBSD próbki CLR3 nadstopu CMSX-6 uzyskanej z prędkością  $V_t=3\text{mm/min}$

Kolejno sporządzono zestawienia dla próbek z nadstopu niklu typu CMSX-4 (Rysunek 126, Rysunek 127).

Profil dezorientacji dla próbki A1 został wykreślony zgodnie z odcinkiem naniesionym na mikrofotografie struktury dendrytycznej i mapy EBSD (Rysunek 126). Odcinek wzdłuż którego wykreślono profil dezorientacji poprowadzono przez kolejne części dendrytów dla dwóch bloków mozaiki: (ramie – rdzeń – ramie – granica – ramie – rdzeń – ramie). Dyskretna dezorientacja na przestrzeni bloku, w tym przypadku jednego dendrytu mieści się w zakresie do  $0,75^{\circ}$  dla bloku 1 oraz  $0,65^{\circ}$  dla bloku 2. Ponadto skok orientacji został zlokalizowany w punkcie  $X = 506 \mu\text{m}$  dla osi X. Określono skok orientacji jako granicę niskiego kąta o wartości dezorientacji całkowitej oszacowano  $G = 1,3^{\circ}$ . Obserwuje się spadek wartości orientacji całkowitej dla skrajnych punktach pomiaru dla części ramion dendrytów zlokalizowanych przy granicy niskiego kąta. Spadki wartości orientacji w okolicy granicy mogą być spowodowane zarówno przez istniejące między ramionami obszary eutektyki jak i zdefektowaniem sieci z powodu samej granicy niskiego kąta (Rysunek 126).



CMSX-4



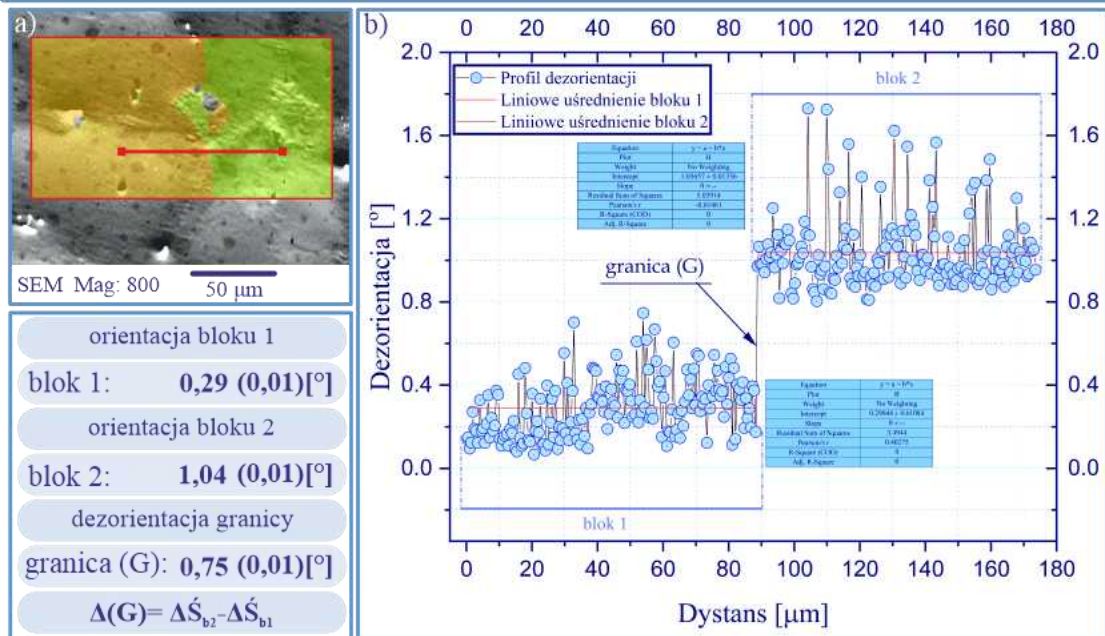
Rysunek 126. Opracowanie charakterystyki granicy na podstawie mapowania orientacji metodą EBSD próbki A1 nadstopu CMSX-4 uzyskanej z prędkością  $V_t = 1 \text{ mm/min}$

Na koniec wyznaczono profil dezorientacji dla próbki A3 (Rysunek 127). Ponownie jak miało to miejsce dla badań nadstopu typu CMSX-6 i tym razem zastosowano większe powiększenie zdefektowanego obszaru. Profil wyznaczony na dystansie ok 170  $\mu\text{m}$  charakteryzuje się wyraźnym skokiem orientacji w punkcie  $X = 90 \mu\text{m}$  na osi X. Wartość dezorientacji całkowitej został oszacowany na  $G = 0,75^\circ$ . Należy zauważyć, iż jest to najmniejsza wartość granicy niskiego kąta spośród przebadanych obszarów zdefektowania sieci krystalograficznej. Na podstawie wykreślonego profilu potwierdzono efekt dyskretnych mikro - dezorientacji w obrębie dendrytu. Zakres katowy dezorientacji obszaru dla bloku 1 wyznaczono jako ok.  $0,7^\circ$  natomiast dla bloku 2 ok.  $0,8^\circ$ . Dodatkowo potwierdzono obniżenie wartości katowej dla punktów pomiarowych zlokalizowanych przy granicy niskiego kąta dla bloków mozaiki. Interesujący wydaje się efekt na przemiennych zdeorientowanych ugrupowań fazy  $\gamma'$  w przestrzeniach między-dendrytycznych obok obszarów eutektyki.





## CMSX-4



Rysunek 127. Opracowanie charakterystyki granicy na podstawie mapowania orientacji metodą EBSD próbki A3 nadstopu CMSX-4 uzyskanej z prędkością  $V_t=3\text{mm/min}$

Zestawienie oszacowanych wartości dezorientacji całkowitej zamieszczono w Tabeli 12. Poniższe zestawienie wskazuje jednoznacznie, iż dezorientacje dla nadstopu typu CMSX-6 charakteryzują się większymi wartościami granic niskiego kąta (LAB). Należy jednak pamiętać, iż rozpatrywane wartości granic powinny być klasyfikowane jako pojedyncze przypadki i interpolacja wartości dezorientacji dla wszystkich odlewów z danego nadstopu byłby dużą nadinterpretacją.

Tabela 12. Zestawienie oszacowanych wartości granic niskiego kąta uzyskanych metodą EBSD dla nadstopów CMSX-6 i CMSX4 uzyskanych z prędkością  $V_t=1\text{mm/min}$   $V_t=3\text{mm/min}$

NADSTOP	CMSX-4		CMSX-6	
PROBKA	A1	A3	CLR1	CLR3
GRANICA	LAB	LAB	LAB	LAB
WARTOŚĆ	1,340°(10)	0,750°(10)	1,770°(40)	1,790°(40)



## 18. Analiza składu chemicznego SEM EDS

Niniejszy rozdział zawiera analizę porównawczą rozkładu pierwiastków w elementach struktury dendrytu-rdzenia i ramion II rzędu wraz z przestrzenią między dendrytyczną. Badania wykonano dla obydwu nadstopów CMSX-6 i CMSX-4. Podjęto próbę przeanalizowania również zawartości pierwiastków w fazach  $\gamma$  i  $\gamma'$  tych stopów. Przedmiotem badań były wcześniej przygotowane fragmenty zamków łopatek lotniczych. Analizy dokonano przy użyciu Mikroskopu skaningowego SEM JEOL JSM 6480 z wykorzystaniem przystawki do EDS.

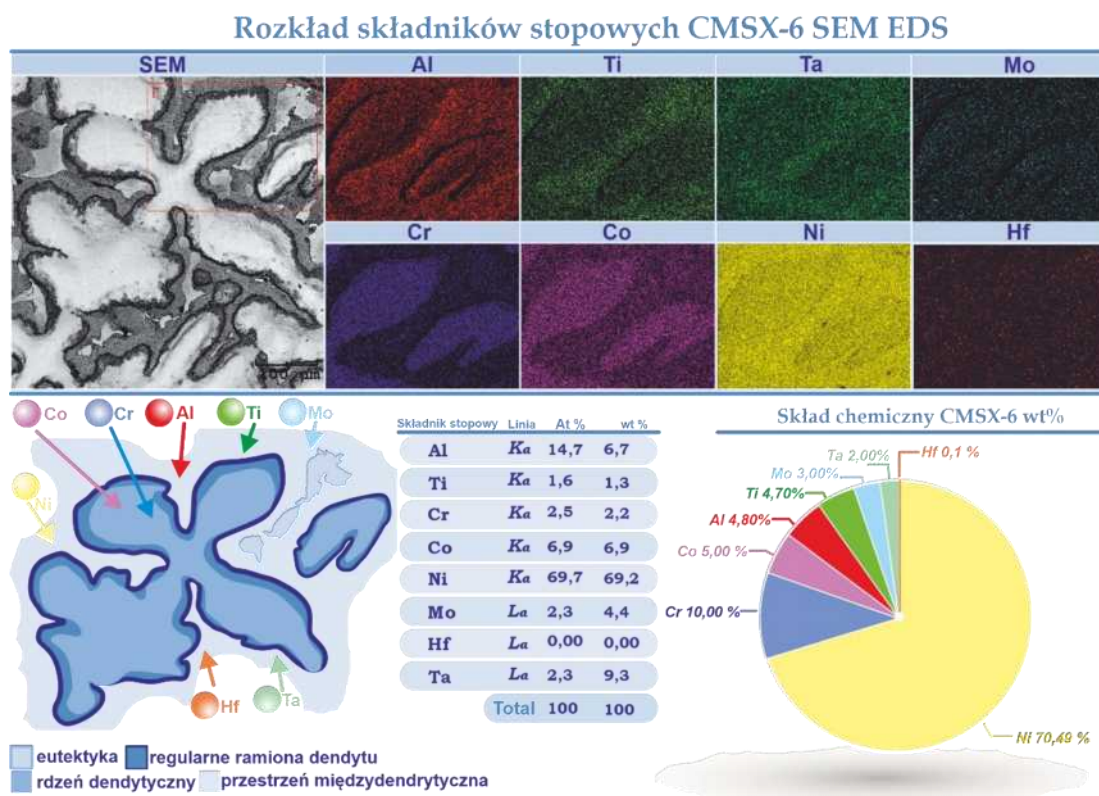
Pierwszym opisywanym nadstopem jest CMSX-6. W jego skład wt% wchodzi 8 pierwiastków stopowych: nikiel (Ni) występujący w zdecydowanej przewodzie 70,49% oraz 7 kolejnych dodatków stopowych: tytan (Ti) 4,70%, aluminium (Al) 4,80%, Tantal (Ta) 2,00%, kobalt (Co) 5,00%, chrom (Cr) 10,00%, molibden (Mo) 3,00% oraz hafn (Hf) 0,1%. Przy wykorzystaniu Specjalistycznych metod pomiarowych istotnym jest uwzględnienie przy analizie niedoskonałości metody oraz przewidywanie jak potencjalnie mogłyby one zaburzyć rzeczywiste wartości pomiarowe. W poniżej przedstawionych badaniach nie uwzględniano w analizie pomiarów zawartości hafnu, gdyż jest ona tak mała, że mieści się w zakresie granicy wykrywalności metody.

W pierwszym etapie badań uzyskano mapy rozkładu pierwiastków dendrytu dla poprzecznego zglądu. Na rysunku 135 przedstawiono mikroskopowe zdjęcie obszaru badanego, schemat rozkładu pierwiastków dla fragmentu badanego obszaru, grafikę składu chemicznego oraz obszarów zagęszczenia występowania składników stopowych (*Rysunek 128*).

Badania wykazały zagęszczenie chromu (Cr) oraz kobaltu (Co) wewnątrz dendrytu. Ponadto wykazano zwiększenie stężenia niklu (Ni) oraz dodatku stopowego aluminium (Al) w przestrzeniach między-dendrytycznych, natomiast wewnątrz dendrytów obserwowane jest niewielkie wysycenie ww. składników będących głównymi komponentami budulcowymi fazę  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ). Na dodatek na mapach rozkładu obserwowane jest osłabienie sygnału pochodzącego od aluminium (Al) widoczne na granicy dendryt – przestrzeń między dendrytyczna. Efekt ten powtarza się dla tytanu (Ti), tantalu (Ta) oraz molibdenu (Mo) które często wchodzi w miejsce aluminium (Al) wewnątrz konstrukcji komórki elementarnej fazy  $\gamma'$  (*Rysunek 128*). Mapy rozkładu



dla hafnu (Hf) należy potraktować jako szum informacyjny i nie uwzględniać danych przy całkowitej analizie wyników przez wzgląd na ograniczenia metody opisane w drugim akapicie rozdziału. Na zarejestrowanych mapach rozkładu pierwiastków dla nadstopu typu CSMX-6 nie zaobserwowano wyraźnych różnic w koncentracji pierwiastków stopowych pomiędzy przestrzenią między dendrytyczną a eutektyką  $\gamma/\gamma'$ . Oznacza to, iż pomimo zróżnicowanej morfologii elementy obszaru między-dendrytycznego w którym są ulokowane granice niskiego kąta (LAB) wraz z obszarem eutektyki  $\gamma/\gamma'$  charakteryzują się niemal identyczną zawartością dodatków stopowych (Rysunek 128).

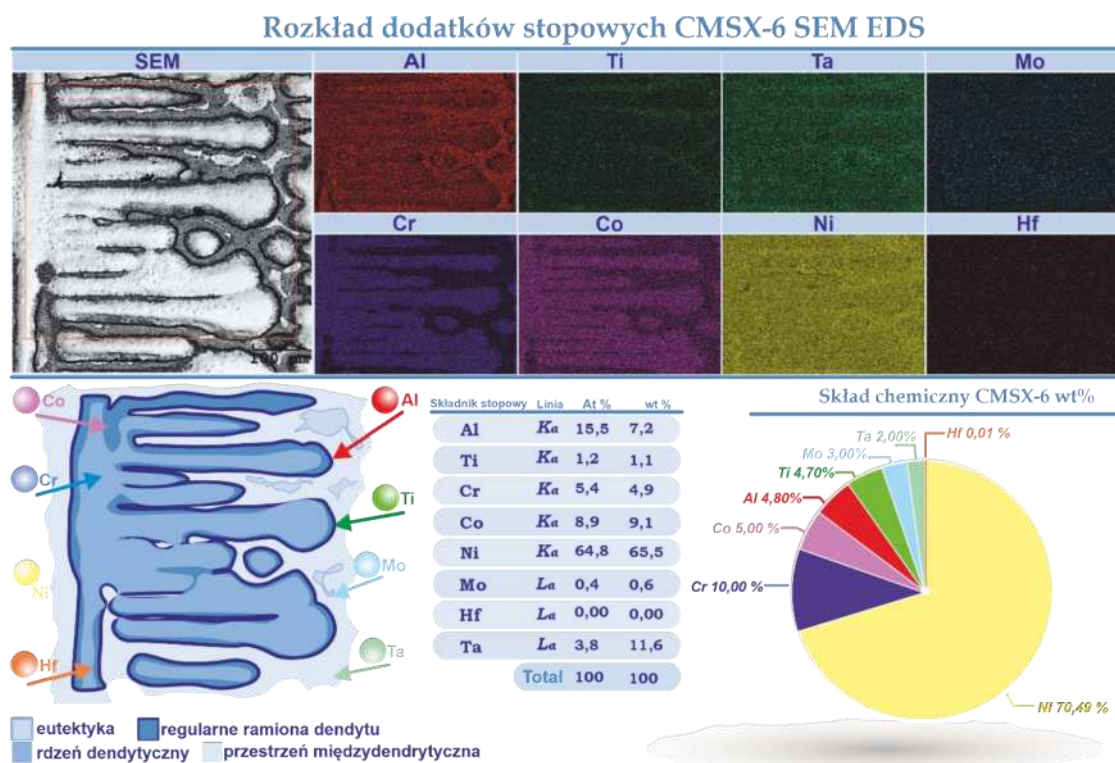


Rysunek 128. Wyniki analizy rozkładu pierwiastków składu chemicznego dendrytu przekroju poprzecznego stopu CMSX-6 (SEM, EDS)

W celu potwierdzenia wyników badanie powtórzono dla przekroju wzdłużnego (Rysunek 129). Zarejestrowane mapy rozkładu pierwiastków stopowych nadstopu na bazie niklu typu CMSX-6 potwierdziły wcześniejsze obserwacje. Zarówno zagęszczenie niklu (Ni) oraz aluminium (Al) w obszarze przestrzeni między dendrytycznych jak i dodatków stopowych tytanu (Ti) oraz tantalu (Ta) pokrywają się z danymi uzyskanymi dla przekroju poprzecznego (Rys 128). Koncentracja chromu (Cr) wraz z kobaltem (Co) wewnątrz wykrystalizowanych dendrytów również znalazła potwierdzenie. Dodatek molibdenu (Mo) przejawia tendencję zbliżoną do pierwiastków występujących gęściej



wewnątrz przestrzeni między dendrytycznych tj. (Al, Ti, Ta oraz Ni), należy jednak nadmienić, że w porównaniu do tantalu (Ta) i tytanu (Ti), molibden (Mo) podobnie jak aluminium (Al) charakteryzują się wyraźnym osłabieniem koncentracji w obszarze granicznym ramie dendrytu-przestrzeń między dendrytyczna, czyli w obszarach, gdzie lokalizują się granice niskiego kąta (LAB). Podobnie jak miało to miejsce przy analizie przekroju poprzecznego tak i dla przekroju wzdłużnego nie możliwe jest zarejestrowanie wyraźnych różnic rozkładu pierwiastków między obszarami eutektyki  $\gamma/\gamma'$  a przestrzeni między dendrytycznej. Różnice w zawartości tych faz wydają się być niemożliwe do zidentyfikowania dla tej metody.

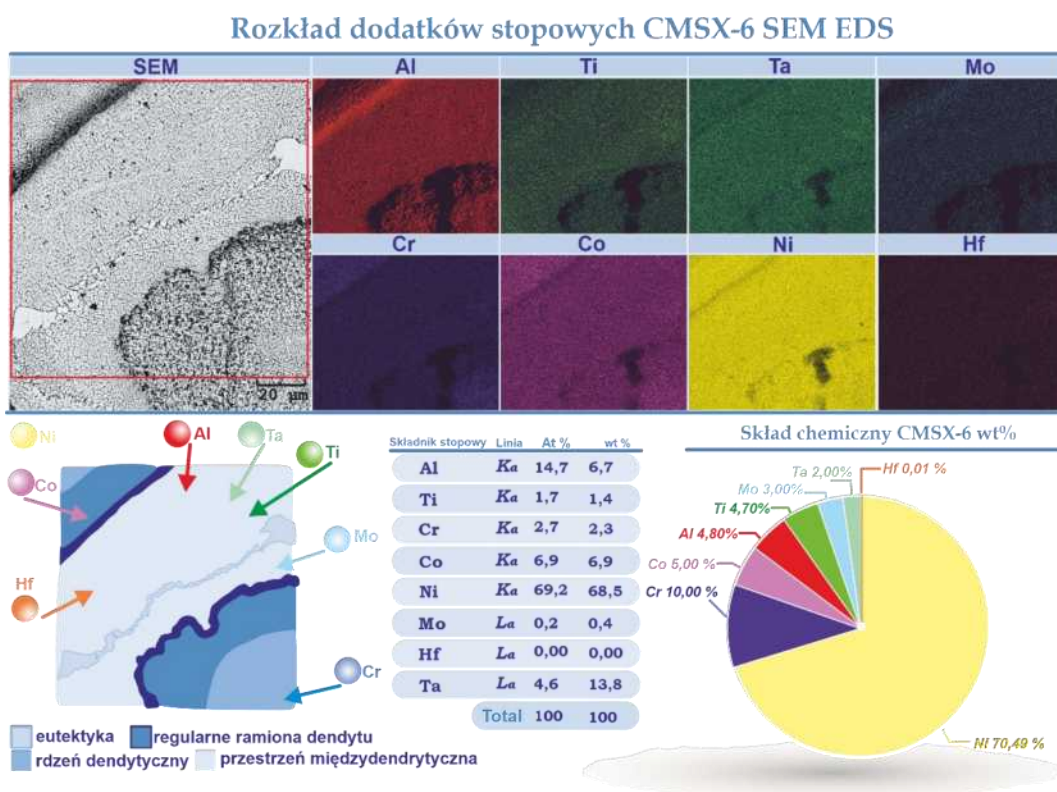


Rysunek 129. Wyniki analizy rozkładu pierwiastków składu chemicznego dendrytu przekroju wzdłużnego stopu CMSX-6 (SEM, EDS)

W końcowym etapie badań nadstopu niklowego typu CMSX-6 uwagę skupiono na obszarze występowania granicy nisko kątowej. Owa granica zlokalizowana jest w przestrzeni między-dendrytycznej na styku sąsiadujących ramion drugorzędowych (Rysunek 130). Przebieg granicy jest uwypuklony na obrazie mikroskopowym danego obszaru zawartym w opracowaniu graficznym (Rysunek 130), owa granica występuje na skraju eutektyki  $\gamma/\gamma'$  oraz faz  $\gamma'$  w przestrzeniach (kanalikach) po fazie  $\gamma$ . Opracowane mapy rozkładu pierwiastków nie wykazały zmian w składzie chemicznym obszaru występowania granicy oraz stref przygranicznych. Ponownie nie zarejestrowano różnic



w składzie chemicznym między eutektyką  $\gamma/\gamma'$ , eutektyką resztkową a fazą  $\gamma'$  przestrzeni między dendrytycznej. Potwierdzone zostały wcześniejsze obserwacje odnośnie do wzmocnienia sygnału pochodzącego od kobaltu (Co) oraz chromu (Cr) w wykrytych dendrytach oraz jego osłabienie widoczne w obszarach międzydendrytycznych. Tak samo jak i w poprzednich przypadkach tak i w tym obserwowana jest koncentracja w przestrzeniach między dendrytycznych pierwiastków stopowych Al, Ti, Ta, Mo oraz niklu (Ni) odpowiedzialnych w głównej mierze za tworzenie fazy  $\gamma'$  (Rysunek 130).



Rysunek 130. Wyniki analizy rozkładu pierwiastków składu chemicznego w miejscu występowania granicy niskiego kąta przekroju wzdłużnego stopu CMSX-6 (SEM,EDS)

Zaniki te nie są zgodne z wynikami pomiaru  $a_0$  na granicach niskiego kąta (LAB) zarejestrowanymi metodą  $\Omega$ -scan. Obserwowane tą metodą obniżenie wartości  $a_0$  przy granicach niskiego kąta stopu CMSX-6 jest zauważalne. Efekt zaniku prawdopodobnie związany jest ze skalą pomiaru. Mała skala pomiarowa w przypadku technik SEM (rzędu dziesiątek  $\mu\text{m}$ ) nie pozwala na rejestrację zmian składu chemicznego w pobliżu granic niskiego kąta (LAB) występujące w większej skali (rzędu mm). Drugą przyczyną może być czułość metody pomiarowej w przypadku rentgenowskiej metody dyfrakcyjnej  $\Omega$ -scan bardzo czulej na zmiany  $a_0$  niepewność pomiarowa jest rzędu  $0,002\text{\AA}$ . Natomiast bezpośredni pomiar zawartości pierwiastków stopowych metodą SEM EDS nie pozwala

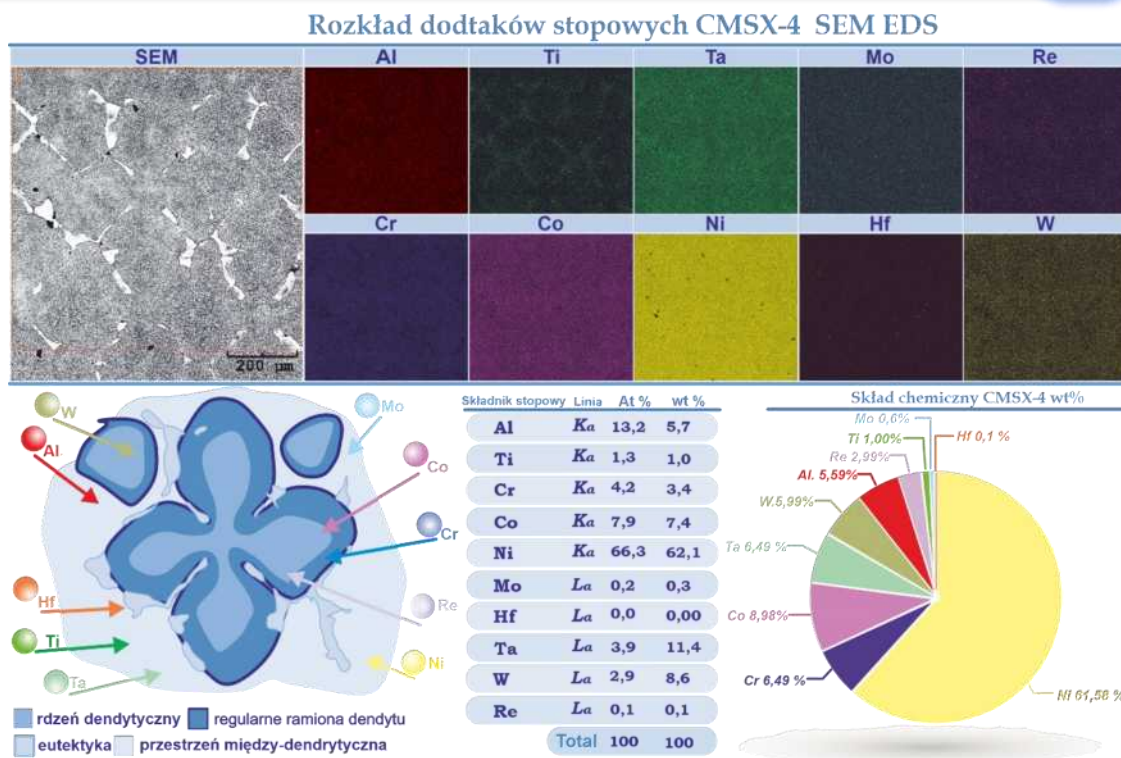


na rejestrację małych zmian na małym odcinkach (rzędu kilku dziesiątym mm) z uwagi na charakterystykę pomiaru i głębokość wnikania wiązki elektronów w materię.

Następnie proces badawczy powtórzono dla stopu CMSX-4. Taki jak poprzednio uzyskano mapy rozkładu pierwiastków stopowych dla struktury dendrytycznej. Dla komplementarności wyników badania zostały wykonane dla dwóch orientacji płaszczyzn przekrojów.

Analizę rozkładu pierwiastków rozpoczęto od poprzecznego przekroju zamka łopatkki (*Rysunek 131*). W odróżnieniu od nadstopu CMSX-6 na mapach rozkładu pierwiastków zarejestrowano osłabienie efektu segregacji do ramion i przestrzeni między dendrytycznych. Rozkład pierwiastków, mimo iż widoczny charakteryzują się większą homogenicznością. Efekt ten w szczególności jest widoczny na tle aluminium (Al), chromu (Cr), kobaltu (Co) a nawet niklu (Ni). Podobnie jak miało to miejsce w przypadku stopu CMSX-6 zauważalna jest koncentracja glinu oraz tantalu w przestrzeniach między dendrytycznych. Zagęszczenie koncentracji pierwiastka Tytanu (Ti) w obszarach przestrzeni między-dendrytycznych również zostało potwierdzone mimo znaczącego ograniczenia tego składnika stopowego w składzie chemicznym nadstopu CMSX-4 (*Rysunek 131*). Efekt osłabienia sygnału na granicach obszarów dendryt-przestrzeń między dendrytyczna nie został zarejestrowany. Mapy rozkładu pierwiastków dla dodatków stopowych renu (Re) oraz wolframu (W) wykazały ich koncentracje w przestrzeni ramion dendrytycznych i rdzenia, co sugeruje, że te pierwiastki generalnie „migrują” z obszarów między dendrytycznych, gdzie lokują się granice niskiego kąta (LAB). W większej skali oznaczałoby to, że ich stężenie maleje w pobliżu granic niskiego kąta (LAB).

Analiza mapy rozkładu dla molibdenu (Mo) potwierdza koncentrowanie się dodatku stopowego w przestrzeniach między dendrytycznych. Jednak efekt ten jest dużo słabszy niż w przypadku analizy stopu CMSX-6, może to być spowodowane znaczącym ograniczeniem tego dodatku stopowego w udziale wagowym składu chemicznego nadstopu typu CMSX-4.

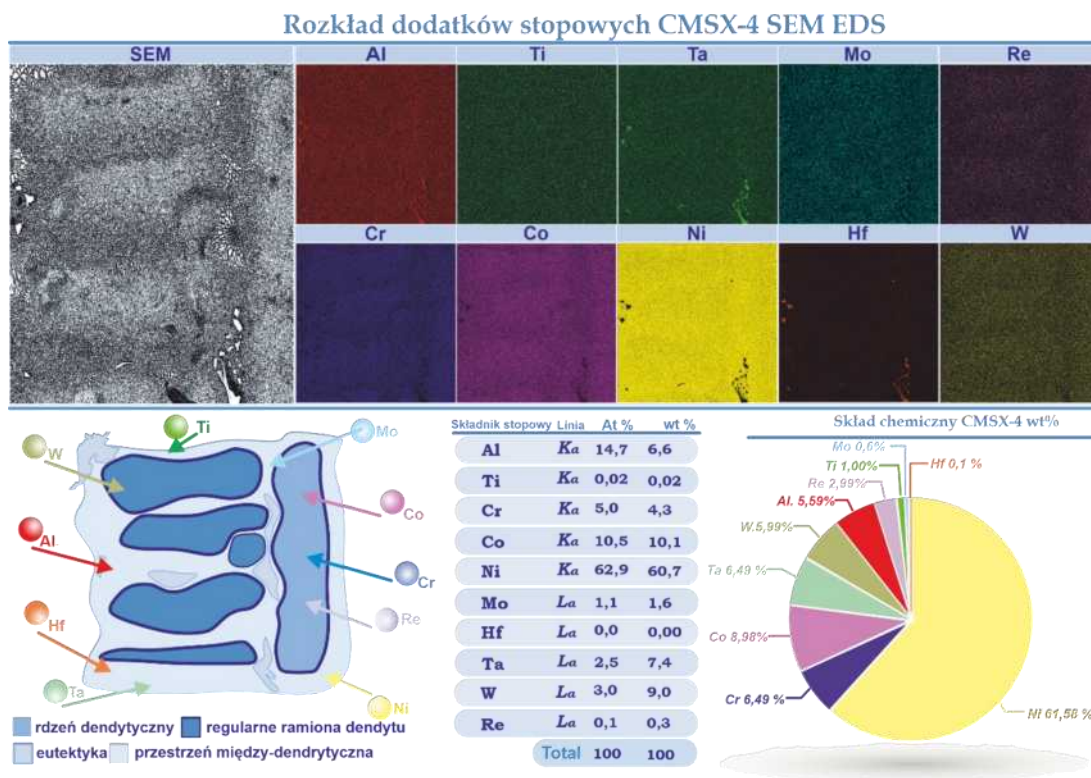


Rysunek 131. Wizualizacja analizy składu chemicznego w technice SEM EDS przekroju poprzecznego stopu CMSX-4

W kolejnym etapie wykonano mapy rozkładu pierwiastków nadstopu typu CMSX-4 dla wzdłużnej powierzchni zamka łopatkki lotniczej (Rysunek 132). Zauważalnym jest brak efektu wysycenia pierwiastków (Al, Mo, Ti) na granicach obszarów dendryt-przestrzeń między dendrytyczna. Sygnał pochodzący od molibdenu w przypadku map przekroju wzdłużnego jest wyraźniejszy wskazując na koncentracje pierwiastka głównie w przestrzeniach między dendrytycznych. Efekt zagęszczenia w przestrzeniach między-dendrytycznych niklu (Ni) zarejestrowany dla map orientacji wzdłużnej jest bardziej widoczny niż miało to miejsce dla orientacji poprzecznej (Rysunek 132). Ta tendencja obniża  $a_0$  w pobliżu granicy niskiego kąta (LAB), co zostało zarejestrowane dyfrakcyjną metodą  $\Omega$ -scan. Dodatkowo zarejestrowano niewielkie obszary bogate w Al, Ta oraz Hf oraz o wysyceniu kobaltu (Co) chromu (Cr) oraz niklu (Ni) w obszarach między-dendrytycznych. Obszary te zlokalizowane są nieopodal eutektyki  $\gamma/\gamma'$  oraz na obrazie mikroskopowym przypominają ładząco jej budowę. Ponadto wcześniejsze obserwacje koncentracji dla chromu (Cr) i kobaltu (Co) zostały potwierdzone. Zarówno zagęszczenie tytanu (Ti) oraz aluminium (Al) w obszarze przestrzeni między-dendrytycznych jak i dodatków stopowych tantalu pokrywają się z danymi uzyskanymi dla przekroju poprzecznego. Podobnie jak miało to miejsce przy analizie przekroju poprzecznego tak i dla przekroju wzdłużnego obserwuje się zwiększenie



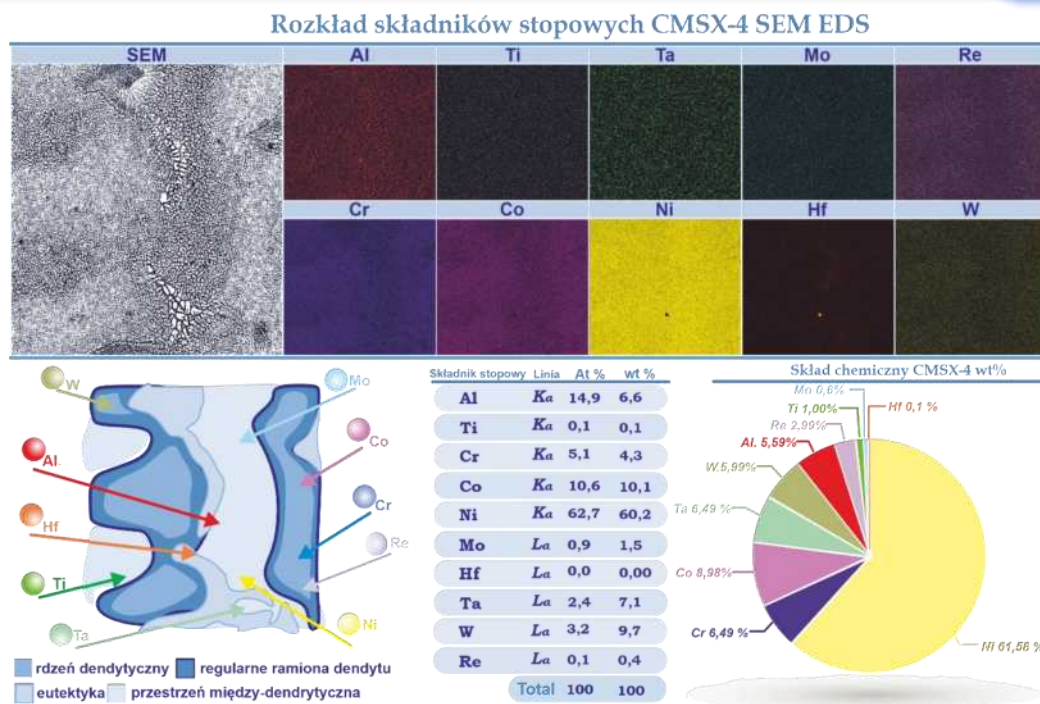
stężenia składników stopowych renu (Re) i wolframu (W) w ramionach dendrytycznych (Rysunek 132).



Rysunek 132. Wyniki analizy rozkładu pierwiastków składu chemicznego dendrytu przekroju wzdłużnego stopu CMSX-4 (SEM, EDS)

Również w przypadku stopu CMSX-4 obserwacjami objęto obszar występowania granicy niskiego kąta (Rysunek 133). Granica przebiega wzdłuż obrysu eutektyki  $\gamma/\gamma'$  umiejscowionej w przestrzeni między-dendrytycznej w obszarze styku sąsiadujących ramion dendrytycznych. Ponownie tak jak miało to miejsce dla stopu CMSX-6 w tym przypadku również nie zarejestrowano znaczących różnic koncentracji składników stopowych w miejscu występowania granicy oraz okolicy jej występowania (Rysunek 133). Rozbieżności tych wyników z wynikami pomiaru  $a_0$  makroskopową metodą dyfrakcyjną  $\Omega$ -scan można wytłumaczyć na drodze rozważań przedstawionych na poprzednich stronach dla nadstopu CMSX-6. Zostały potwierdzone wcześniejsze obserwacje odnośnie do koncentracji pierwiastków w obszarach ramion dendrytycznych jak i przestrzeni między dendrytycznych. Analiza map dodatków stopowych charakterystycznych dla nadstopu typu CMSX-4, tj. ren (Re) oraz wolfram (W) nie wykazały widocznych zmian ich koncentracji w miejscu występowania granicy niskiego kąta.





Rysunek 133. Wyniki analizy rozkładu pierwiastków składu chemicznego w miejscu występowania granicy niskiego kąta stopu CMSX-4 (SEM,EDS)

Porównanie rozkładu pierwiastków stopowych dla składu chemicznego stopów CMSX-4 oraz CMSX-6 wykazały występowanie niemalże identycznych efektów zarówno dla próbek wyciętych prostopadle jak i równoległe do osi odlewu Z. Widoczne jest obniżenie stężenia aluminium, tytanu oraz molibdenu w obszarach granicznych ramion dendrytycznych z przestrzenią między dendrytyczną zarejestrowane dla nadstopu CMSX-6. To obniżenie najmocniej wpływa na obniżenie wartości parametru  $a_0$ , przy granicach niskiego kąta odnosząc się do rozważań przedstawionych na początku tego rozdziału. Mapy zarejestrowane dla CMSX-4 wykazywały mniejszy stopień segregacji niż miało to miejsce w nadstopie CMSX-6. Dodatkowo zaobserwowano widoczne osłabienie intensywności map dla pierwiastków (Ti, Mo) których wkład udziału wagowego [wt%] został znacznie ograniczony w stopie CMSX-4. Analiza map obszarów występowania granic niskiego kąta nie wykazała znacznych zmian w rozkładzie dodatków stopowych Re i W, świadczących o jej przebiegu w skali mikrometrycznej. Jednak na podstawie badań dyfrakcyjnej metodą makroskopową  $\Omega$ -scan stwierdzono, że dochodzi do obniżenia  $a_0$  w pobliżu występowania granicy niskiego kąta. Świadczyć to może że segregacja Re i W związana z granicą niskiego kąta odbywa się na większym dystansie niż od powierzchni granicy niskiego kąta, lub segregacja tych dodatków stopowych w ramionach II rzędu może wpływać pośrednio na zmianę  $a_0$  w pobliżu granicy niskiego kąta a nie bezpośrednio w płaszczyźnie LAB.



## 18. Analiza składu chemicznego TEM EDS

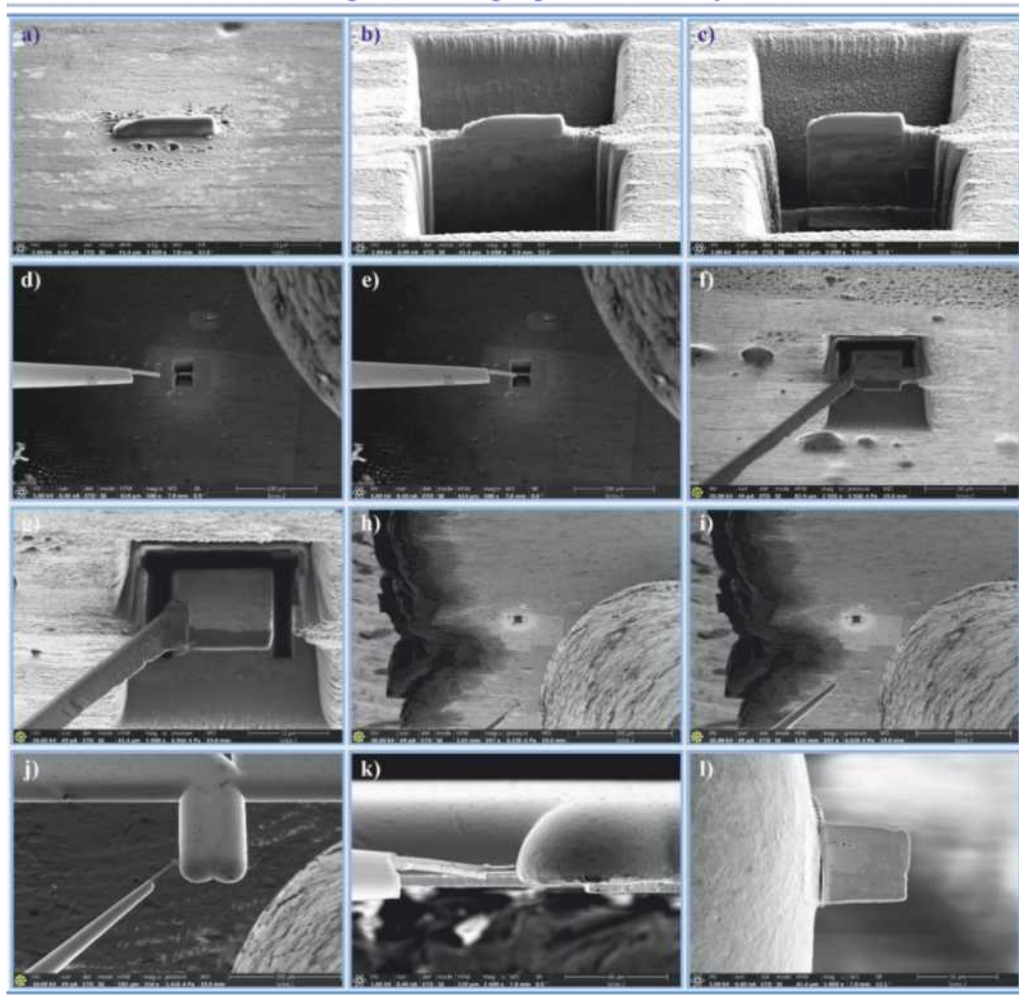
Badania fragmentów zamków z nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 otrzymanych z prędkością  $V_t=1\text{mm/min}$  przeprowadzono metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) w Laboratorium Analitycznej Mikroskopii Elektronowej (posiadającej akredytację przyznaną przez PCA) w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie. Obserwacje mikrostruktury wykonano za pomocą mikroskopu ThermoFisher Themis 200kV FEG posiadającego kamerę CCD Ceta do rejestrowania obrazów mikrostruktury i dyfrakcji elektronowych, detektor Fishione do obserwacji w trybie STEM/HAADF oraz system ChemiSTEM do analizy składu chemicznego metodą EDS. Dane eksperymentalne opracowano za pomocą dedykowanego oprogramowania komputerowego Gatan Digital Micrograph oraz CSpot, pozwalających kolejno na rejestrowanie i analizę obrazów mikrostruktury oraz dyfrakcyjnych oraz Velox do analizy składu chemicznego (jakościowej i ilościowej). Materiał do badań TEM został przygotowany metodą FIB (ang. focused ion beam) za pomocą mikroskopu skaningowego typu Dual Beam ThermoFisher Scios 2 wyposażonego w źródło elektronów typu FEG, źródło jonów  $\text{Ga}^+$  typu LMIS oraz nanomanipulator EasyLift. Próbkę w postaci lameli przenoszone były na półprętko miedziane i docieniane do grubości  $<100\text{ nm}$  celem uzyskania transparentności dla wiązki elektronów w mikroskopie TEM.

Proces pozyskiwania cienkich foli za pomocą wyżej wymienionej aparatury został przedstawiony na rysunku 134. Wyselekcjonowany obszar zglądów monokrystalicznych odlewów łopaty nadstopów maskują się paskiem platynowym nałożonym na interesujący nas fragment próbki. Proces ten jest konieczny do prawidłowego zabezpieczenia potencjalnego obszaru badań przed wytrawieniem skoncentrowaną wiązką jonów (*Rysunek 134a*). W kolejnym etapie usuwa się namiar materiału usytuowany nad oraz pod paskiem naniesionej platyny (*Rysunek 134b*). Następnie wykonywany jest oddzielenie obszaru lamelki od ścianki bocznej (*Rysunek 134c*). Ponadto przy pomocy manipulatora zakończonego specjalną igłą zbliża się jej końcówkę do powierzchni lamelki w okolicach usunięcia połączenia ze ścianką boczną wytrawionego obszaru (*Rysunek 134 d, e*). Dodatkowo po przysunięciu igły manipulatora oraz styku z lamelką wykonuje się tzw. podcięcie. Zabieg ten polega na kilkukrotnym pochyleniu całością próbki w ten sposób, aby w stopniowy i kontrolowany procesie oddzielić dolną część



lamelki od reszty materiału (Rysunek 134 f). W kolejnej części procesu pobierania preparatu dochodzi do połączenia igły z lamelką wraz usunięciem połączenie ze ścianką boczną po drugiej stronie (Rysunek 134 g). Kolejno za pomocą manipulatora odjeżdża się od materiału rodzimego oraz kierując się wyciętą lamelką w kierunku miedzianego półpierzścienia (Rysunek 134 h, i). Manipulator wraz z lamelką kierowany jest do jednego z trzonek półpierzścienia (Rysunek 134 j), aby po zastosowaniu odpowiedniego pochyłu dokonać zespawania lamelki z powierzchnią trzonka (Rysunek 134 k). Na koniec oddziela się lamelkę od manipulatora oraz przy zastosowaniu pochyłu dochodzi do ostatecznego ścienienia grubości lamelki na trzonku półpierzścienia (Rysunek 134 l). Tak przygotowane cienkie folie zostały przeznaczone na kolejne serie badań opisane w kolejnych częściach pracy.

## Proces pobierania preparatu metodą FIB



Rysunek 134. Mikrofotografie procesu pozyskiwania preparatu cienkiej foli zastosowany do monokrystalicznych odlewów nadstopu niklu typu CMSX-4 oraz CMSX-6 metodą FIB



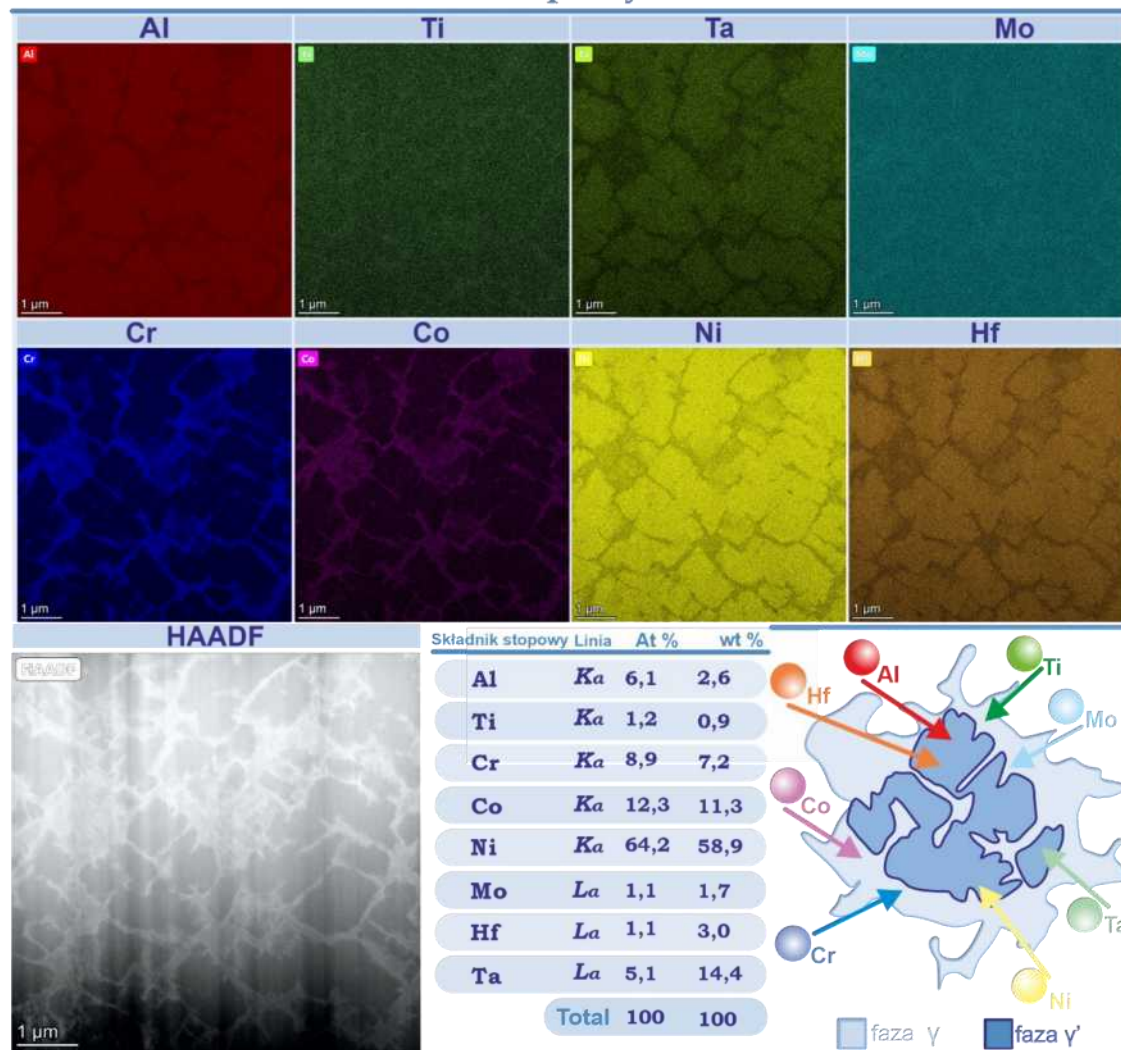
Analizę rozkładu pierwiastków wykonano fragmentów zamków dla obydwu stopów otrzymanych z prędkością  $V_t=1\text{mm/min}$  z wykorzystaniem metod EDS technik transmisyjnej mikroskopii elektronowej TEM.

Tym razem obiektem badań nie jest struktura dendrytyczna, lecz skład fazowy budujący każdy z poprzednio badanych obszarów dendrytu monokrystalicznych zamków otrzymywanych ze stopów CMSX-4 oraz CMSX-6. Taki proces jest uargumentowany wcześniej wymienionymi ograniczeniami metody SEM EDS, oraz możliwością dokładniejszych obserwacji i badań charakterystycznych obszarów składu fazowego. Badania te mogły podtrzymać bądź obalić wcześniejsze założenia odnośnie do charakteru wpływu pierwiastków stopowych na proces tworzenia się defektów struktury. Dodatkowo proces ten daje możliwość obserwacji ewentualnego wpływu pierwiastków stopowych na samą morfologię fazy  $\gamma'$  w mikroskali. Takie badania w porównaniu do wykonanych techniką skaningowej mikroskopii elektronowej są bardziej dokładne.

Badania rozpoczęto od sporządzenia map rozkładu pierwiastków stopowych w zamku łopatkki nadstopu CMSX-6 (*Rysunek 135*). Obserwowany obszar był pobrany z 3 obszaru między-dendrytycznego. Analiza map rozkładu wykazała, iż faza  $\gamma'$  zawiera głównie aluminium (Al), nikiel (Ni), tantal (Ta) oraz hafn (Hf) natomiast udział pierwiastka stopowego tytanu (Ti) jest znikomy. Odmienną tendencję można zaobserwować analizując mapę rozkładu tytanu (Ti). Zaobserwowano stosunkowo duży udział tego pierwiastka w kanalikach fazy  $\gamma$ . Ponadto stwierdzono zwiększenie udziału molibdenu w kanalikach  $\gamma$  oraz zmniejszenie zawartości Mo w obrębie  $\gamma'$ . Analogicznie jak w przypadku molibdenu (Mo), chrom (Cr) i kobalt (Co) również charakteryzują się zwiększoną koncentracją w obszarze fazy  $\gamma$ . Jednak w przeciwieństwie do niego obserwuje się znaczne wysycenie tych pierwiastków w krystalitach fazy  $\gamma'$  (*Rysunek 135*).



Rozkład składników stopowych CMSX-6 TEM EDS



Rysunek 135. Rozkład pierwiastków składu chemicznego TEM EDS cienkich folii pobranych metodą FIB z przestrzeni między-dendrytycznej w pobliżu występowania granicy niskiego kąta (LAB) nadstopu niklu CMSX-6

Należy nadmienić, iż zastosowanie system ChemiSTEM do analizy składu chemicznego metodą EDS poskutkowało rzeczywistym obrazem rozkładu hafnu dla nadstopu CMSX-6. W przypadku technik mikroskopii skaningowej zawartość hafnu (Hf) była niewystarczająca dla zakresu wykrywalności pomiarowej urządzenia. Ponadto nie zarejestrowano całkowicie wysyconych obszarów tj. (pozbawionych jakiegoś pierwiastka). Nie zarejestrowano również zmian w składzie chemicznym faz przestrzeni między dendrytycznej, gdzie występują granice niskiego kąta.

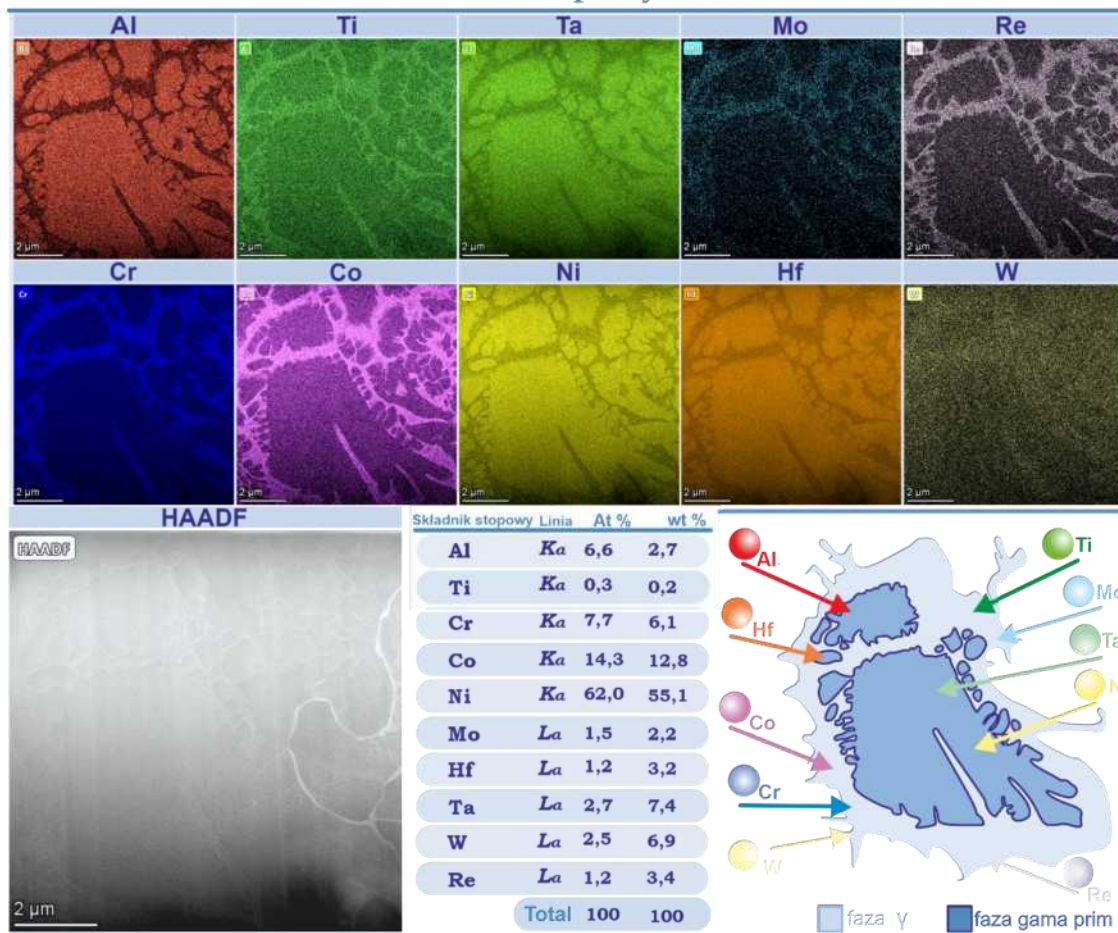
W kolejnym etapie wykonano mapy rozkładu pierwiastków obszaru przestrzeni między dendrytycznej dla cienkiej folii uzyskanej z nadstopu niklu typu CMSX-4 (Rysunek 136). Obszar ten został wyselekcjonowany przez wzgląd na występowanie w nim nisko kątowych granic bloków (LAB).



Analiza sporządzonych map wykazała, iż pierwiastki stopowe aluminium (Al), tantalu (Ta) oraz chromu (Co) wykazują większą intensywność sygnału zwrotnego niż miało to miejsce w przypadku map rozkładu sporządzonych dla nadstopu CMSX-6 (*Rysunek 136*). Efekt ten dla Al i Ta może być skutkiem zwiększeniem udziału masowego tych pierwiastków w składzie namiarowym stopu CMSX-4. Potwierdzeniem tego może być zmniejszenie intensywności w przypadku molibdenu (Mo) dla nadstopu CMSX-4 w porównaniu do CMSX-6 co jest zgodne z niemal 5 krotnym zmniejszeniem zawartości tego pierwiastka. Istotnym jest, iż w tym przypadku pierwiastek ten niemal całkowicie koncentruje się w przestrzeniach kanalików fazy  $\gamma$ . Tak jak miało to miejsce w przypadku nadstopu CMSX-6 tak i dla CMSX-4 zarejestrowano wysoką koncentrację hafnu (Hf) oraz niklu (Ni) w obszarach  $\gamma'$ . Analogicznie do poprzednich obserwacji, mapy rozkładu dla nadstopu CMSX-4 wykazały koncentrację aluminium (Al) oraz tantalum (Ta) w przestrzeniach krystalitów  $\gamma'$ . Mapa tytanu (Ti) zarejestrowana dla nadstopu typu CMSX-4 wyraźnie wykazała koncentracje tego elementu w przestrzeni kanalików fazy  $\gamma$ . Jednakże obserwuje się znacznie mniejszy stopień wysycenia tytanu (Ti) w obszarach  $\gamma'$  (*Rysunek 136*), aniżeli miało to miejsce dla nadstopu CMSX-6 (*Rysunek 135*). Dodatek renu (Re) koncentruje się przede wszystkim w fazie  $\gamma$ , a w obszarach fazy  $\gamma'$  przejawiają duży stopień wysycenia. Nieco odmiennie przedstawia się sytuacja wolframu (W). Pierwiastek ma tendencje do koncentracji w przestrzeni kanalików  $\gamma$ , jednak charakteryzuje się mniejszą separacją rozkładu między fazami budulcowymi (ma bardziej homogeniczny rozkład) nadstop (*Rysunek 136*). Analogicznie do nadstopu CMSX-6 nie zarejestrowano zmian w przestrzeni między dendrytycznej, gdzie są ulokowane granice niskiego kąta (LAB).



Rozkład składników stopowych CMSX-4 TEM EDS



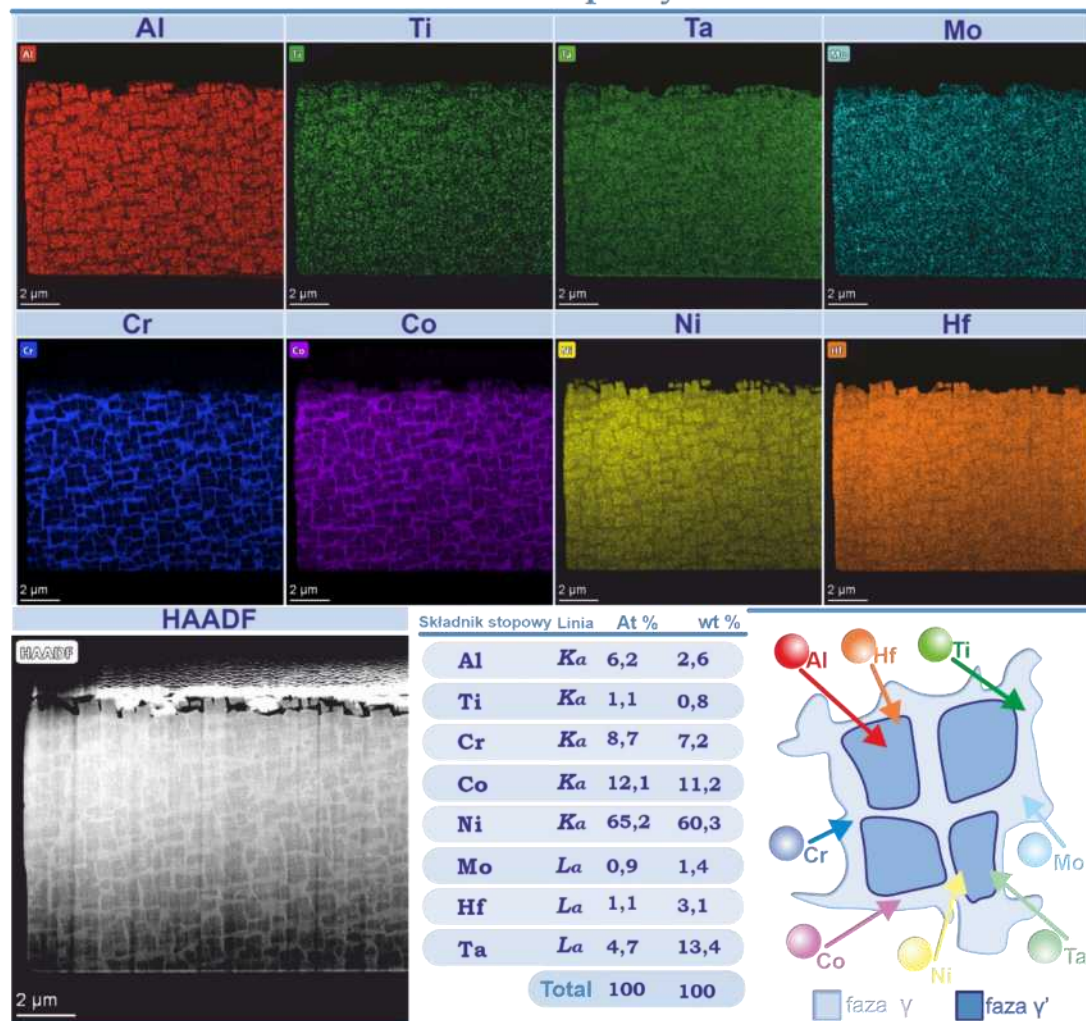
Rysunek 136. Rozkład pierwiastków składu chemicznego TEM EDS cienkich folii pobranych metodą FIB z przestrzeni między-dendrytycznej w pobliżu występowania granicy niskiego kąta (LAB) nadstopu niklu CMSX-4

Następnym etapem procesu badawczego było wykonanie mapy rozkładu pierwiastków nadstopu niklu typu CMSX-6 obszaru rdzenia dendrytycznego (Rysunek 137). Mapy rozkładu pierwiastków obszaru dendrytu wykazały, iż chrom (Cr) oraz kobalt (Co) silnie koncentrują się w przestrzeniach kanalików fazy  $\gamma$ . Dodatkowo obserwowany jest efekt wysycenia ww. pierwiastków w obszarach występowania fazy  $\gamma'$ . Jednak efekt ten wydaje się dużo mocniejszy w przypadku chromu (Cr) odnosząc się do mapy rozkładu zarejestrowanej dla kobaltu (Co). Następnie w odniesieniu do pierwiastków dyfundujących do fazy  $\gamma$  należy wymienić również molibden (Mo). Jednakże w tym przypadku dla nadstopu CMSX-6, pierwiastek ten nie wykazuje dużego stopnia separacji między fazami składowymi. Interesującym przypadkiem okazuje się tytan (Ti). Wydaje się, że w przeciwieństwie do poprzednich obserwacji dla obszarów nadstopu CMSX-6 tym razem tytan (Ti) koncentruje się w miejscach występowania krystalitów fazy  $\gamma'$ . Odnosząc się do pierwiastków wchodzących w skład fazy  $\gamma'$  należy wspomnieć o silnej segregacji aluminium (Al), niklu (Ni) oraz hafnu (Hf) w omawianym



obszarze. Również tantal (Ta) przejawia tendencje do koncentracji w przestrzeniach zajmowanych przez fazę  $\gamma'$  (Rysunek 137).

## Rozkład składników stopowych CMSX-6 TEM



Rysunek 137. Rozkład pierwiastków składu chemicznego TEM EDS cienkich folii pobranych metodą FIB z rdzenia I rzędowego ramienia dendrytu struktury nadstopu niklu CMSX-6

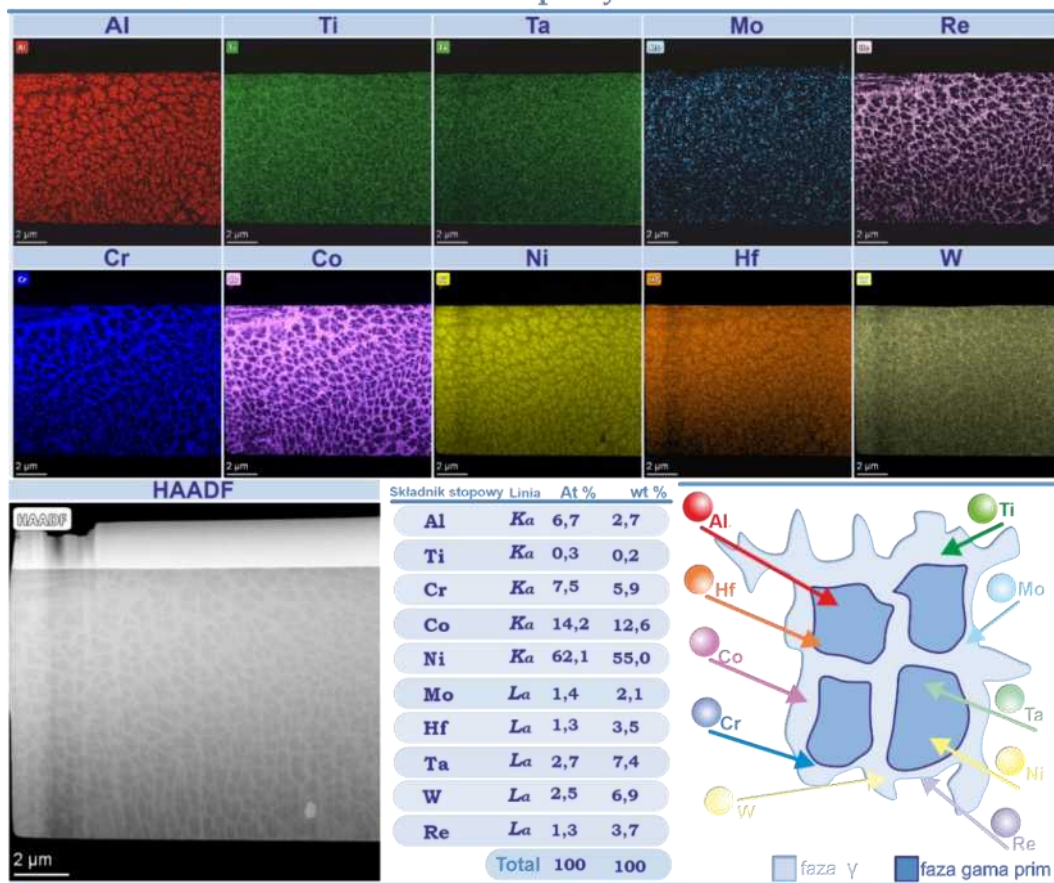
Kolejnym krokiem była analiza map rozkładu pierwiastków rdzenia dendrytycznego dla nadstopu niklu typu CMSX-4 (Rysunek 138). Zaobserwowano efekty zmniejszenia intensywności sygnału od molibdenu (Mo), podobnie jak miało to miejsce w przypadku analizy strefy między-dendrytycznej. Analogicznie do poprzednich badań, molibden (Mo) koncentruje się w przestrzeniach między krystalitami  $\gamma'$ . W identyczny sposób można opisać efekty zarejestrowane dla chromu (Cr) oraz kobaltu (Co). Zarówno kobalt (Co) jak i chrom (Cr) wykazują wysycenie w obszarach występowania fazy  $\gamma'$ . Dodatkowo kobalt (Co) po raz kolejny charakteryzują się wysoką intensywnością skoncentrowanego pierwiastka w kanalikach fazy  $\gamma$ . Po raz kolejny zarejestrowano koncentracje aluminium (Al) w przestrzeniach fazy umacniającej  $\gamma'$ . Analogicznie





do aluminium (Al) kierunek koncentracji przejawia nikiel (Ni). Według map rozkładów dla obszaru rdzenia I rzędowych ramion nadstopu s CMSX-4 przestrzenie krystalitów fazy  $\gamma'$  bogate są również w pierwiastki hafnu (Hf) oraz tantal (Ta). Jednakże mapa rozkładu tantal (Ta) charakteryzuje się większym stopniem homogenicznej przez co rozkład jest mniej widoczny (Rysunek 138). Podobny efekt jest obserwowany dla mapy rozkładu wolframu (W). Koncentracje pierwiastka stopowego zarejestrowano w obszarach fazy  $\gamma$ , jednak obszary umiejscowienia fazy  $\gamma'$  charakteryzują się słabszym wysyceniem niż miało to miejsce w przypadku chromu (Cr) lub kobaltu (Co). Stosunkowo większym stopniem segregacji do fazy osnowy cechuje się ren (Re) wraz z dużym wysyceniem w okolicy  $\gamma'$ , co jest widoczne na zarejestrowanej mapie rozkładu dla nadstopu CMSX-4 (Rysunek 138).

## Rozkład składników stopowych CMSX-4 TEM EDS

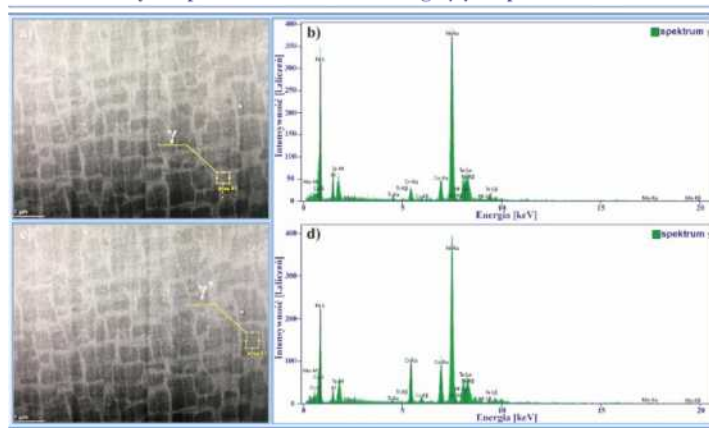


Rysunek 138. Rozkład pierwiastków składu chemicznego TEM EDS cienkich folii pobranych metodą FIB z rdzenia I rzędowego ramienia dendrytu struktury nadstopu niklu CMSX-4

W celu dokładniejszej analizy wykonano dodatkowo pomiar mikroanalizy ilościowej analizy składu chemicznego obszarów występowania faz  $\gamma$  oraz  $\gamma'$ . W tym celu przeprowadzono wielokrotny pomiar składu chemicznego zarówno dla nadstopu CMSX-6 (Rysunek 139), jak i nadstopu CMSX-4 (Rysunek 140).

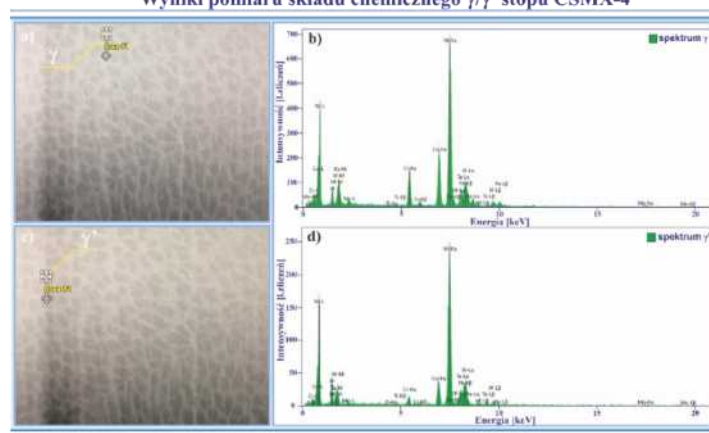


Wyniki pomiaru składu chemicznego  $\gamma/\gamma'$  stopu CSMX-6



Rysunek 139. Wyniki pomiaru składu chemicznego mikrostruktury faz składowych nadstopu CMSX-6, a) mikrostruktura z obszaru badań dla fazy  $\gamma$ , b) widmo otrzymane dla fazy  $\gamma$ , c) mikrostruktura z obszaru badań fazy  $\gamma'$ , d) widmo otrzymane dla fazy  $\gamma'$

Wyniki pomiaru składu chemicznego  $\gamma/\gamma'$  stopu CSMX-4



Rysunek 140. Wyniki pomiaru składu chemicznego mikrostruktury faz składowych nadstopu CMSX-4, a) mikrostruktura z obszaru badań dla fazy  $\gamma$ , b) widmo otrzymane dla fazy  $\gamma$ , c) mikrostruktura z obszaru badań fazy  $\gamma'$ , d) widmo otrzymane dla fazy  $\gamma'$

Analiza ilościowa polegała na określeniu wzajemnego stosunku pierwiastków oszacowanego na podstawie uzyskano widma promieniowania charakterystycznego i dopasowania uzyskanych wyników do krzywej wzorcowej lub dodatku standardu wewnętrznego. Określono średnią wartość stężenia poszczególnych pierwiastków w fazie  $\gamma$  i  $\gamma'$  w mikroobszarach na podstawie serii pomiarów widma charakterystycznego (Tabela 13-Tabela 17). Należy nadmienić, iż niepewności pomiarowe zestawione w tabelach obok wyników właściwych zawartości pierwiastków są niepewnościami metody wynikającymi z jej ograniczeń pomiarowych. Zostały oszacowane i wygenerowane przez oprogramowanie wspomagające system i aparaturę pomiarową. Natomiast niepewności pomiarowe zestawione obok wartości średnich zostały oszacowane na podstawie odchylenia standardowego z serii mikroobszarów i tak należy czytać tabele (Tabela 13-Tabela 17)



W pierwszym etapie poddano analizie mikroobszary faz budujących mikrostrukturę dla nadstopu typu CMSX-6. W przypadku stwierdzono zwiększoną zawartość aluminium (Al), tytanu (Ti), niklu (Ni) oraz tantalum (Ta), choć w mniejszym stopniu niż w poprzednich trzech składnikach stopowych w obszarach fazy  $\gamma'$  względem fazy  $\gamma$ . Ciekawym przypadkiem okazuje się hafn (Hf), którego zawartość pierwiastka jest niemal identyczna w obydwu fazach. Jest to interesujące, ponieważ za pośrednictwem map rozkładu pierwiastków dla stopu CMSX-6, można by wnioskować, że to faza  $\gamma'$  powinna charakteryzować się większym udziałem hafnu (Hf). Natomiast zwiększona zawartość chromu (Cr), kobaltu (Co) oraz molibdenu (Mo) stwierdzono dla obszarów fazy  $\gamma$  (Tabela 13 i Tabela 14).

Tabela 13. Zestawienie zawartości pierwiastków w fazie  $\gamma'$  wykonanych dla nadstopu niklu CMSX-6

### faza $\gamma'$ CMSX-6 [at.%]

MIEJSCE	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	SUMA
1	7,9(1,3)	1,30(30)	4,60(90)	8,5(1,8)	70,6(14,6)	0,50(20)	1,00(20)	5,6(1,1)	100
2	8,7(1,4)	1,10(20)	4,40(90)	8,5(1,8)	69,7(14,3)	0,60(30)	1,20(20)	5,8(1,1)	100
3	8,8(1,4)	1,70(40)	4,40(90)	9,2(1,9)	69,2(14,2)	0,70(30)	0,90(20)	5,1(1,0)	100
<b>ŚREDNIA</b>	<b>8,50(50)</b>	<b>1,40(30)</b>	<b>4,50(10)</b>	<b>8,70(40)</b>	<b>69,80(70)</b>	<b>0,60(0,10)</b>	<b>1,00(20)</b>	<b>5,50(40)</b>	<b>100</b>

Tabela 14. Zestawienie zawartości pierwiastków w fazie  $\gamma$  dla nadstopów niklu CMSX-6

### faza $\gamma$ CMSX-6 [at.%]

MIEJSCE	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	SUMA
1	3,70(60)	0,50(10)	14,0(2,7)	16,5(3,2)	58,8(11,4)	1,20(50)	0,90(20)	4,40(80)	100
2	4,60(70)	0,80(20)	10,6(2,1)	13,8(2,8)	64,5(12,9)	1,10(40)	1,00(20)	3,60(70)	100
3	3,70(60)	0,60(10)	14,6(2,8)	16,0(3,1)	58,4(11,3)	1,10(40)	1,10(20)	4,50(80)	100
<b>ŚREDNIA</b>	<b>4,00(50)</b>	<b>0,60(20)</b>	<b>15,4(1,4)</b>	<b>15,4(1,4)</b>	<b>60,6(3,4)</b>	<b>1,10(10)</b>	<b>1,00(10)</b>	<b>4,20(50)</b>	<b>100</b>

Na podstawie analizy dla mikroobszarów nadstopu CMSX-4 wykazano zwiększoną zawartość aluminium (Al), tytanu (Ti) oraz niklu (Ni) w fazie  $\gamma'$  w porównaniu do zawartości owych pierwiastków w fazie  $\gamma$ . Ponadto zaobserwowano również zwiększenie zawartości tantalum (Ta) w fazie  $\gamma'$  względem fazy  $\gamma$  jednak nie w tak znaczącym stopniu jak miało to miejsce dla (Al) czy tytanu (Ti). Jest to efekt tworzenia się częściowo uporządkowanej fazy  $\gamma'$  na osnowie związku międzymetalicznego  $Ni_3(Al, Ti, Ta)$  spowodowany dyfuzją pierwiastków składników stopowych prawdopodobnie w czasie procesu krystalizacji fazy  $\gamma'$ . Podobne obserwacje dotyczyły także hafnu (Hf) co bez wątpienia jest widoczne na mapach rozkładu pierwiastków dla nadstopu CMSX-4 (Rysunek 136-Rysunek 138). Dodatkowo wykazano zwiększenie zawartości chromu (Cr), kobaltu (Co) jak i molibdenu (Mo) w fazie  $\gamma$ .



Zaobserwowano kilkakrotnie zwiększoną zawartość renu (Re) w fazie  $\gamma$  w porównaniu do fazy  $\gamma'$ . Podobnie jak miało to miejsce w przypadku map rozkładu pierwiastków dla nadstopu CMSX-4 (*Rysunek 136-Rysunek 138*), wykazano stosunkowo niewielką różnicę zawartości wolframu (W) w fazie  $\gamma$ . W efekcie krystalizacji fazy  $\gamma'$  charakteryzują się większą zawartością pierwiastków stopowych: aluminium (Al), tytanu (Ti), tantalu (Ta), hafnu (Hf) oraz niklu (Ni). Podobną tendencję zaobserwowano dla mikroobszarów, co potwierdzono analizą map rozkładu pierwiastków stopowych. Natomiast zwiększona zawartość pierwiastków: chromu (Cr), kobaltu (Co), molibden (Mo), wolframu (W) oraz renu (Re) jest charakterystyczna dla mikroobszarów fazy  $\gamma$  (Tabela 15 i Tabela 16).

Tabela 15. Zestawienie zawartości pierwiastków w fazie  $\gamma'$  wykonanych dla nadstopu niklu CMSX-4

### faza $\gamma'$ CMSX-4 [at.%]

MIEJSCE	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	W	Re	SUMA
1	7,9(1,2)	0,20(10)	3,40(70)	10,6(2,1)	69,2(14)	1,30(50)	1,40(30)	3,30(60)	2,30(40)	0,40(10)	100
2	10,7(1,7)	0,30(10)	2,80(60)	8,0(1,6)	70,1(14,5)	1,30(50)	1,40(30)	2,60(50)	2,40(40)	0,40(10)	100
3	9,0(1,5)	0,60(20)	3,40(70)	11,4(2,3)	67,4(13,6)	0,60(20)	2,00(40)	2,80(50)	2,10(40)	0,70(20)	100
ŚREDNIA	9,2(1,4)	0,40(20)	3,20(30)	10,0(1,8)	68,9(1,4)	1,10(40)	1,60(30)	2,90(40)	2,30(20)	0,50(20)	100

Tabela 16. Zestawienie zawartości pierwiastków w fazie  $\gamma$  wykonanych dla nadstopu niklu CMSX-4

### faza $\gamma$ CMSX-4 [at.%]

MIEJSCE	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	W	Re	SUMA
1	3,60(50)	0,30(10)	13,2(2,4)	18,9(3,4)	53,2(9,7)	2,10(50)	1,20(20)	2,70(40)	2,60(40)	2,20(40)	100
2	3,20(40)	0,30(10)	11,9(2,2)	20,2(3,7)	53,5(9,8)	1,90(50)	1,10(20)	2,60(40)	2,90(50)	2,40(40)	100
3	5,90(80)	0,100(40)	10,0(1,9)	16,2(3,1)	58,7(11,1)	1,30(30)	0,90(20)	2,30(40)	2,90(50)	1,70(30)	100
ŚREDNIA	4,20(50)	0,20(10)	11,7(1,6)	18,4(2,1)	55,1(3,1)	1,80(40)	1,10(20)	2,50(20)	2,80(20)	2,10(40)	100

Dodatkowo zestawiono wartości średnie zawartości pierwiastków stopowych faz  $\gamma/\gamma'$ . Porównując mikroobszary fazy umacniającej  $\gamma'$  nadstopów typu CMSX-6 i CMSX-4 zaobserwowano istotne różnice w zawartości hafnu (Hf) oraz tantalu (Ta). Obszary fazy  $\gamma'$  w przypadku stopu CMSX-6 wykazują niemal dwukrotnie większą zawartość tantalu (Ta) względem nadstopu CMSX-4. Jednak faza  $\gamma'$  stopu CMSX-4 cechuje się większą zawartością występujących pierwiastków: hafnu (Hf), molibdenu (Mo) oraz mniejszą zawartością chromu (Cr) i tytanu (Ti). Zawartość niklu (Ni) w obydwu przypadkach badanych stopów jest niemal identyczna i mieści się w oszacowanych niepewnościach pomiarowych. Zaobserwowano nieznaczne zwiększenie zawartości aluminium (Al) oraz kobaltu (Co) w nadstopie typu CMSX-4. Jednakże ww. różnice są na granicy niepewności pomiarowej. Różnice w zawartości pierwiastków renu i wolframu nie są przytaczane przez brak ich występowania w składzie nadstopu typu CMSX-6.



W przypadku analizy porównawczej fazy  $\gamma$  stwierdzono większą zawartością tytanu (Ti) oraz tantalu (Ta) dla stopu typu CMSX-6. Jednak stop CMSX-6 wykazuje mniejszą zawartość kobaltu (Co) oraz molibdenu (Mo). Wartości pierwiastków aluminium (Al), chromu (Cr) oraz hafnu (Hf) są bardzo zbliżone a ich stosunkowo niewielkie różnice mieszczą się w granicy niepewności pomiarowej. Wykazano również większą zawartość niklu (Ni) na korzyść stopu CMSX-4 jednak trzeba wspomnieć, iż różnica wartości jest stosunkowo niewielka i znajdują się na granicy niepewności pomiarowej. Również w tym przypadku nie ujęto różnic zawartości dla pierwiastków renu (Re) i wolframu (W) (Tabela 17).

Tabela 17. Zestawienie zbiorcze zawartości pierwiastków faz  $\gamma$  i  $\gamma'$  nadstopów CMSX-4 oraz CMSX-6

### Średnia faz ( $\gamma/\gamma'$ , CMSX-4/CMSX-6) [at.%]

TYP STOPU	Al	Ti	Cr	Co	Ni	Mo	Hf	Ta	W	Re	SUMA
CMSX-4 $\gamma$	4,2(1,5)	0,20(10)	11,7(1,6)	18,4(2,1)	55,1(3,1)	1,80(40)	1,10(20)	2,50(20)	2,80(20)	2,10(40)	100
CMSX-6 $\gamma$	4,00(50)	0,60(20)	13,1(2,2)	15,4(1,4)	60,6(3,4)	1,10(10)	1,00(10)	4,20(50)	-	-	100
CMSX-4 $\gamma'$	9,2(1,4)	0,40(20)	3,20(30)	10,0(1,8)	68,9(1,4)	1,10(40)	1,60(30)	2,90(40)	2,30(20)	0,50(20)	100
CMSX-6 $\gamma'$	8,50(50)	1,40(30)	4,50(10)	8,70(0,40)	69,80(70)	0,60(30)	1,00(20)	5,50(40)	-	-	100

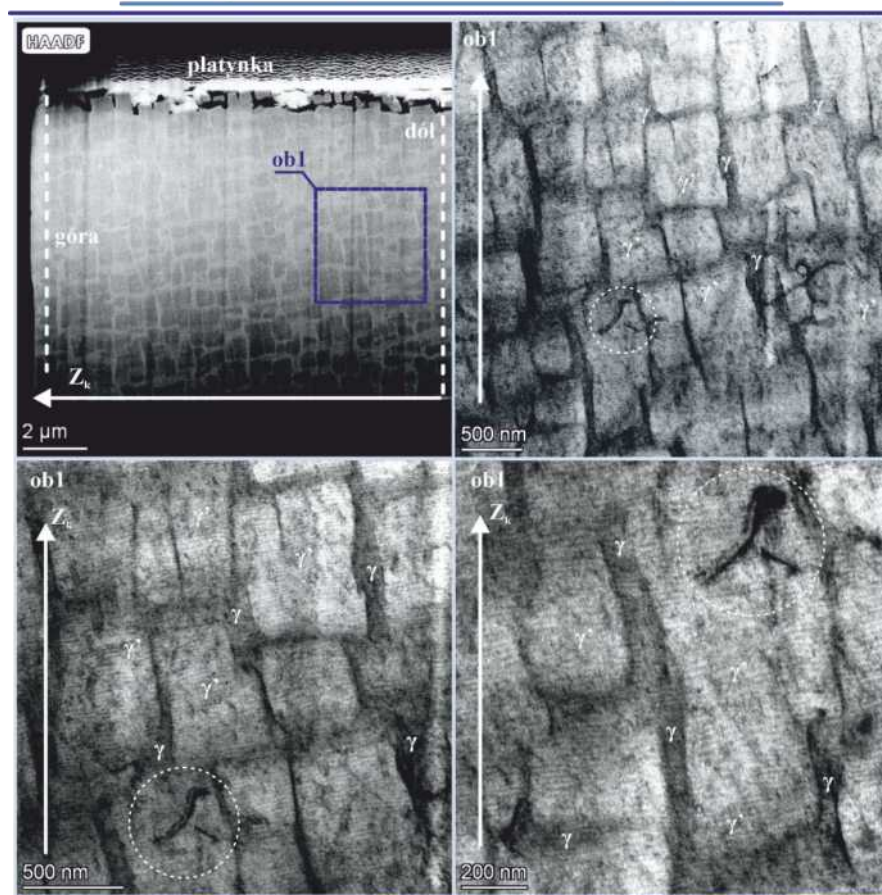
Uzyskane wyniki analizy zawartości pierwiastków składników stopowych pozwalają stwierdzić, że między fazą  $\gamma$  i  $\gamma'$  w obrębie pojedynczego typu nadstopu występują istotne różnice w zawartości pierwiastków chemicznych. Dodatkowo porównując tą same fazy między różnymi typami nadstopów niklowych również stwierdzono istotne różnice w zawartości pierwiastków składników składu chemicznego. Należy jednak pamiętać przy analizie wyników o różnicach już w namiarowym składzie chemicznym między badanymi typami nadstopów (Tabela 17). Uwzględniając powyższe czynniki można wskazać tendencję dyfuzji pierwiastków do danej fazy lub wnioskować mechanizmy segregacji pierwiastków w czasie procesów krystalizacji.

Dodatkowo dokonano obserwacji morfologii mikrostruktury monokrystalicznych odlewów nadstopów niklu. Obserwacje były przeprowadzone w charakterystycznych obszarach dendrytów na mikroskopowych fotografiach wykonanych w laboratorium metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) w Laboratorium Analitycznej Mikroskopii Elektronowej w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie. Przedmiotem badań był układ oraz morfologia fazy umacniającej wraz z jej zdefektowaniem w odniesieniu do kierunku osi krystalizacji monokrystalicznej struktury dendrytycznej zamka łopatki.



## 18. Badania strukturalne metodami transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM)

Do badań przeprowadzonych na transmisyjnym mikroskopie elektronowym zastosowano wieloetapowy proces przygotowania próbek. W pierwszym etapie, do wykonania cienkich folii, zastosowano metodę FIB (Focus Ion Beam), omówioną szczegółowo w rozdziale „Metodyka badawcza i materiał badań”. Lamelki zostały wycięte równoległe do kierunku krystalizacji, który został oznaczony na obrazach mikrostruktury (Rysunek 141). Obszar pobierania lamel obejmował rdzeń I rzędowych ramion dendrytu. Uzyskane lamelki fragmentów zamków łopatkii lotniczej z nadstopów CMSX-6 oraz CMSX-4 zostały pobrane z obszarów zamków wykrystalizowanych w ich środkowej części. Obrazy struktury otrzymano w trybie HAADF (Rysunek 141).



Rysunek 141. Obszar struktury  $\gamma$ ,  $\gamma'$  rdzenia I rzędowych ramion dendrytu nadstopu CMSX-6 otrzymanego z prędkością  $V_t = 1 \text{ mm/min}$  Technika TEM HAADF

Na obrazach mikroskopowych nadstopu CMSX-6, widać prostokątny charakter krystalitów fazy  $\gamma'$  z oddzielającymi je kanalikami fazy  $\gamma$ . Prostokątny charakter obrazów



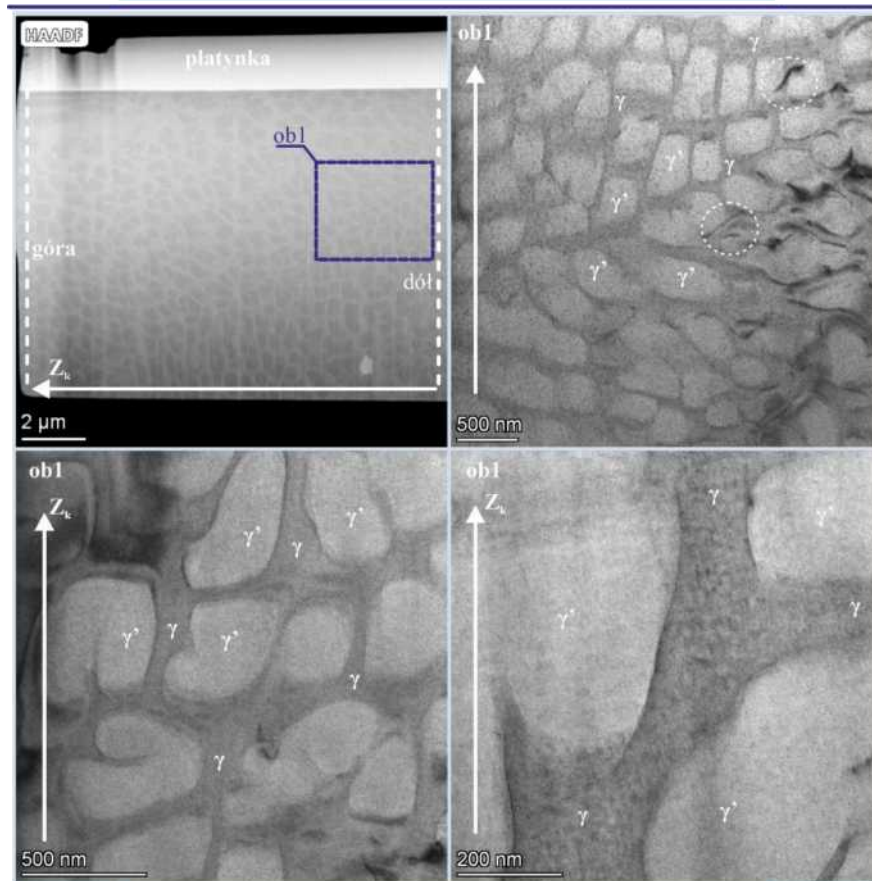
krystalitów wiąże się z tym, że płaszczyzna folii nie była równoległa do ich płaszczyzny typu (100). W rezultacie przekrój sześcienny krystalitów przybiera formę prostokątną na obrazach mikrostruktury.

Morfologia krystalitów fazy  $\gamma'$  jest dość regularna, a ich rozmiary są zbliżone i powtarzalne na planie zdjęcia mikroskopowego (ob1). Zaobserwowano pojedyncze dyslokacje, linie niektórych z nich przecinają zarówno  $\gamma$  jak i  $\gamma'$  oznacza to, że zaobserwowano dyslokację wzrostową, powstałą w podczas krystalizacji pierwotnej fazy  $\gamma$  z fazy stopionej. Można wnioskować, że linie tych dyslokacji zachowują się podczas procesu uporządkowania fragmentów fazy  $\gamma$  w których tworzą się krystality fazy  $\gamma'$ . Jednak efekt ten obserwuje się tylko dla największych kanalików fazy. Na powiększonych obrazach struktury zaobserwowano pochylenia ścianek krystalitów fazy względem kierunku krystalizacji. Szerokość kanalików oszacowano na około 100 nm a rozmiar krystalitów fazy  $\gamma'$  na kilka set nm.

Mikrofotografie stopu CMSX-4 wykazują mniej typową morfologię fazy  $\gamma'$  o bardziej zaoblonych kształtach (*Rysunek 142*) W przypadku CMSX-4 na obrazach mikroskopowych, faza  $\gamma'$  przyjmuje kształty bardziej zbliżone do trapezu prawdopodobnie jest to efekt związany z usytuowaniem płaszczyzny folii i nachylenia sześcienu  $\gamma'$  względem niej. W stopie CMSX-4 obserwuje się także większe zróżnicowanie geometryczne krystalitów fazy  $\gamma'$ . Ponadto, na badanym obszarze stopu CMSX-4 występują większe przestrzenie wypełnione osnową stopu innymi słowy szerokość kanalików fazy  $\gamma$  jest większa niż w przypadku nadstopu CMSX-6. Możliwe jest, że obszar pobrania lamelki znajdował się w bliskim sąsiedztwie styku ramion dendrytycznych, co mogłoby tłumaczyć nietypową postać fazy  $\gamma'$ . dokładne trafienie w środek obszaru rdzenia jest utrudnione przez jego niewielkie rozmiary i bliskie sąsiedztwo z obszarami między dendrytycznymi. Natomiast szacowane rozmiary krystalitów  $\gamma'$  nie odbiega rzędem wielkości (nm) od krystalitów zarejestrowanych dla CMSX-6. Porównanie struktury CMSX-6 i CMSX-4 jest jednak utrudnione w przypadku folii otrzymanych ze zglądów wzdłużnych równoległych do kierunku krystalizacji (*Rysunek 142*). Na zarejestrowanych obrazach struktury  $\gamma$ ,  $\gamma'$  stopu CMSX-4 zaobserwowano mniej dyslokacji w obszarze rdzenia i rzędowych ramion. Tak jak w przypadku stopu CMSX-6 obserwuje się dyslokacyjne linie, które „przechodzą” z fazy  $\gamma$  do krystalitów fazy  $\gamma'$  (*Rysunek 142*). Częściej tego rodzaju dyslokacje obserwują się obszarach bardzo wąskich kanalików fazy  $\gamma$ . Potwierdza to założenie, że dyslokacje



wzrostowe pierwotnej fazy  $\gamma$  mogą być odziedziczone w fazie  $\gamma'$ . Niestety otrzymany obszar struktury  $\gamma$ ,  $\gamma'$  nie pozwolił na ujawnienie jakiegokolwiek potencjalnego związku ukierunkowania linii dyslokacji w stosunku do kierunku krystalizacji.



Rysunek 142. Zestawienie obrazowania technikami transmisyjnej mikroskopii elektronowej HAADF lamelki (FIB) z obszaru trzonu II rzędowych ramion nadstopu CMSX-4  $V_t=1\text{mm/min}$

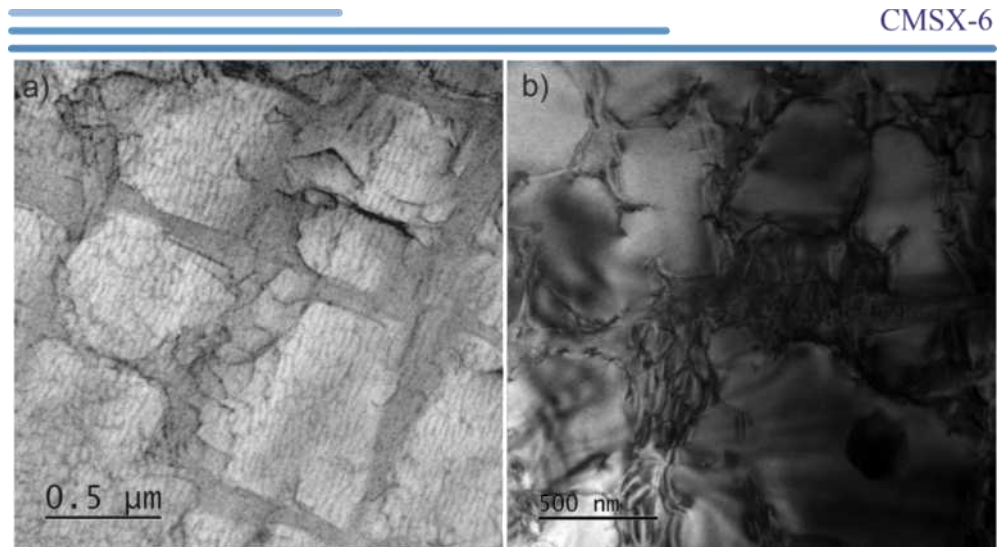
W kolejnym etapie badań podjęto próbę porównania struktury  $\gamma$ ,  $\gamma'$  obszaru trzonu II rzędowych ramion dendrytu w stosunku do jego obszaru peryferyjnego. Wykonano preparaty do transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), łącząc techniki polerowania elektrolitycznego oraz ścieniania jonowego. Ta technika przygotowywania cienkich folii umożliwia badanie znacznie większego potencjalnego obszaru, jednak ogranicza precyzyjną selekcję obszaru badawczego.

Na zarejestrowanych obrazach struktury nadstopu CMSX-6 obserwuje się wyraźną różnicę w poziomie zdefektowania obszarów trzonu w porównaniu do ramienia dendrytycznego (Rysunek 143). Dyslokacje są obecne głównie w fazie  $\gamma$ , a ponadto wyraźna siatka dyslokacyjna otacza krystality fazy  $\gamma'$ . Różnice te mogą sugerować istnienie



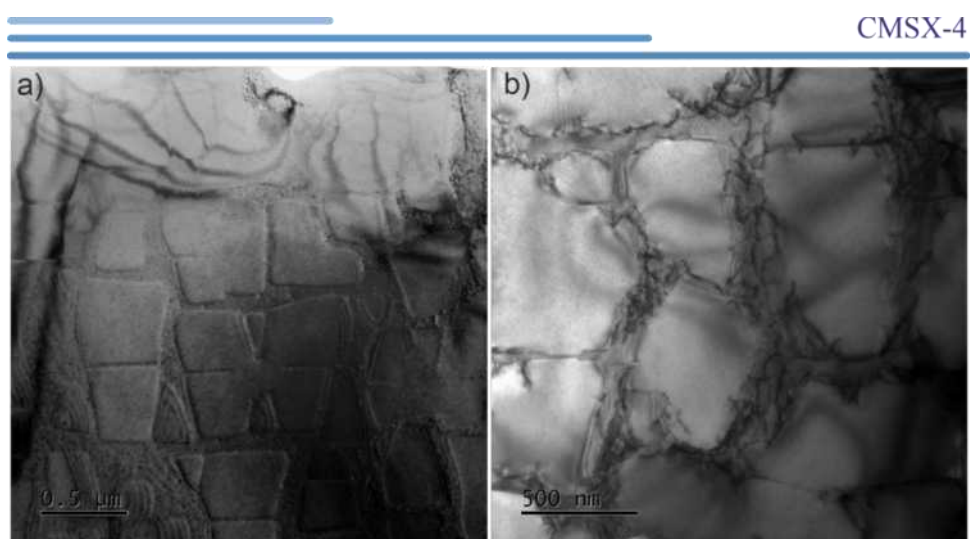


zróźnicowania procesów krystalizacji oraz formowania się defektów w różnych częściach materiału.



Rysunek 143. Obrazy mikroskopowe TEM dla CMSX-6 z prędkością wyciągania  $V_t=3\text{mm/min}$ , a) obszar trzonu II rzędowych ramion dendrytu, b) obszar peryferyjny II rzędowych ramion dendrytu

Obrazy mikroskopowe uzyskane dla nadstopu CMSX-4 potwierdzają wcześniejsze obserwacje dotyczące zróźnicowania stopnia zdefektowania między obszarami trzonu a peryferyjnym ramienia dendrytu. Struktura trzonu w obserwowanym fragmencie stopu CMSX-4 jest pozbawiona dyslokacji, w przeciwieństwie do stopu CMSX-6. W przypadku CMSX-4 dyslokacje tworzące siatkę zlokalizowane są ewidentne w kanalikach fazy  $\gamma$ , nie wchodząc na krystality fazy  $\gamma'$ . Jest to charakterystyczne zarówno dla obszaru rdzenia jak i obszarów peryferyjnych (Rysunek 144).



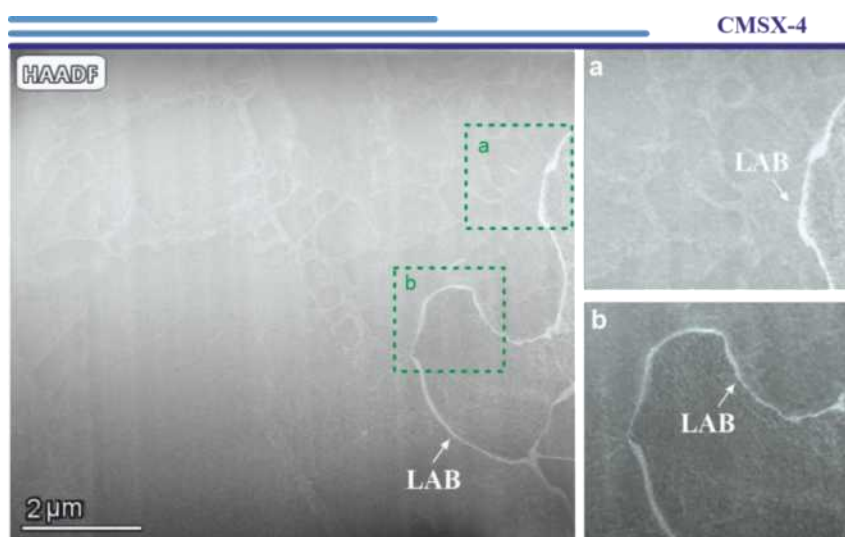
Rysunek 144. Obrazy mikroskopowe TEM dla CMSX-4 z prędkością wyciągania  $V_t=3\text{mm/min}$ , a) obszar trzonu II rzędowych ramion dendrytu, b) obszar peryferyjny II rzędowych ramion dendrytu



Na uzyskanych obszarach struktury widoczne są zarówno fragmenty prawie pozbawione dyslokacji, jak i te o zwiększonej ich gęstości (porównanie obrazów (Rysunek 143 a, b) z obrazami (Rysunek 144 a, b). Występowanie dyslokacji w fazie  $\gamma$  oraz fakt, że ich koncentracje lokują się w przestrzennie zwiększonych obszarach, wraz z wcześniejszymi obserwacjami dotyczącymi zwiększonych objętości kanalików, w szczególności w obszarach styku dendrytów, sugeruje, iż uprzywilejowanymi obszarami koncentracji dyslokacji, a za tym idzie granic niskiego kąta, są miejsca styku ramion II rzędowych sąsiadujących dendrytów.

W ostatnim etapie analizy mikrostruktury nadstopów niklu CMSX-6 oraz CMSX-4 za pomocą technik elektronicznej mikroskopii transmisyjnej (TEM), skupiono się na fragmentach cienkich folii, które zostały zidentyfikowane jako potencjalne obszary granic niskiego kąta.

Na rysunku 145 zaprezentowano obszar granicy (LAB) w szeroko kątowym ciemnym polu (HAADF). Metoda ta umożliwia ujawnienie różnic w składzie chemicznym elementów struktury poprzez zmianę poziomu kontrastu w zależności od absorpcji, przy założeniu, że badana lamelka ma stałą grubość. Granica niskiego kąta „wije się” pomiędzy krystalitami fazy  $\gamma'$ . Po obu stronach granicy tj. w sąsiadujących blokach różnice poziomu kontrastu krystalitów fazy  $\gamma'$  są niezauważalne co sugerowałoby niezmienny skład chemiczny.



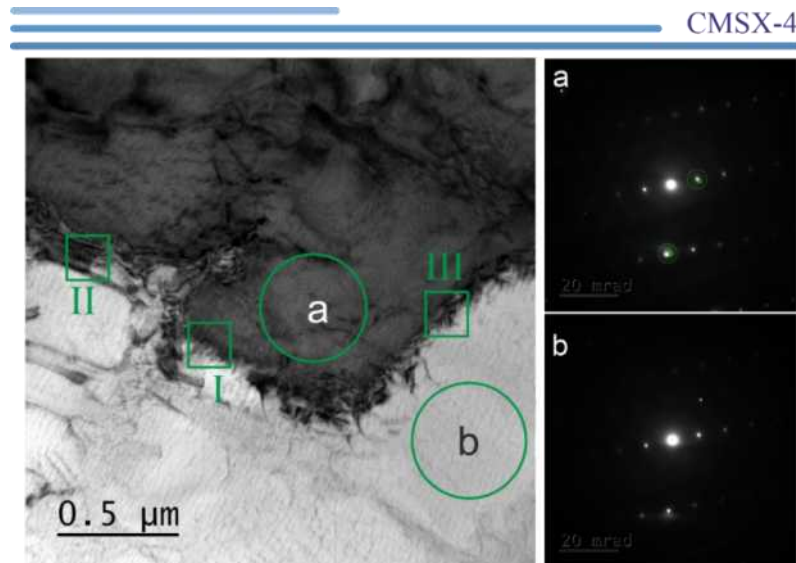
Rysunek 145. Obraz STEM w trybie HAADF w polu jasnym obszaru występowania granicy niskiego kąta dla nadstopu CMSX-4  $V_t=1\text{mm/min}$

Poniższe obrazy uzyskane z obszaru występowania granicy niskiego kąta w transmisyjnym trybie skaningowym z wykorzystaniem detektora pola jasnego



(BF-STEM) (Rysunek 146-Rysunek 147). Obszary te charakteryzują się koncentracją dyslokacji na granicach na poziomie mniejszym niż  $0,1 \mu\text{m}$ .

Na rysunku 146 struktury stopu CMSX-6 widoczna jest siatka dyslokacji, ułożona w fazie  $\gamma$  między krystalitami fazy  $\gamma'$ . Zarejestrowano, że dyslokacje granicy niskiego kąta tworzą siatkę, gdzie linie dyslokacji są prostopadłe do granicy (obszar I), równoległe do niej (obszar II) lub ułożone dowolnie (obszar III). (Rysunek 146). Szerokość oraz struktura siatki dyslokacji różni się w poszczególnych fragmentach granicy.

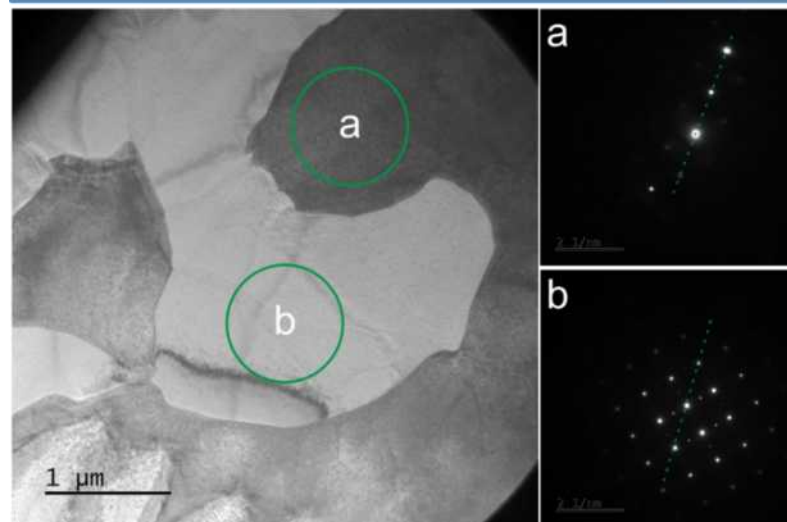


Rysunek 146. Mikrofotografia TEM obszaru występowania granicy niskiego kąta wraz z wizualizacją zmiany orientacji na obrazach dyfrakcyjnych obszarów przygranicznych, a, b -obszary przygraniczne

Na Rysunku 147, przedstawiającym obszar granicy niskiego kąta dla nadstopu typu CMSX-4. W porównaniu z wcześniejszymi obszarami granicy na tym rysunku efekt siatki dyslokacyjnej jest osłabiony. W porównaniu do nadstopu CMSX-6 na obrazach dyfrakcyjnych obszarów a i b obserwujemy znaczną różnicę, wynikającą z większego stopnia dezorientacji oznaczonych fragmentów.



CMSX-4



Rysunek 147. Mikrofotografia TEM obszaru występowania granicy niskiego kąta wraz z wizualizacją zmiany orientacji na obrazach dyfrakcyjnych obszarów przygranicznych, a, b -obszary przygraniczne

# Dyskusja Wyników

W niniejszej dyskusji omówimy wyniki porównania struktury i orientacyjnej dwóch monokrystalicznych nadstopów niklu, typu CMSX-6 i CMSX-4, które są szeroko stosowane w zaawansowanych aplikacjach przemysłowych, takich jak turbinowe elementy lotnicze i energetyczne. Głównym celem badań było określenie ewentualnych różnic w strukturze oraz orientacji sieci krystalicznej między tymi dwoma rodzajami nadstopów, co mogłoby posłużyć do określenia ich właściwości mechanicznych, trwałości oraz wydajności w różnych warunkach pracy. Porównanie tych dwóch nadstopów ma kluczowe znaczenie dla przemysłu lotniczego i energetycznego, gdzie nawet najmniejsze różnice w strukturze mogą mieć istotny wpływ na wydajność i trwałość używanych materiałów. Poprzez analizę wyników badań oraz ich dyskusję w kontekście istniejącej wiedzy na temat tych materiałów, niniejsza dyskusja ma na celu poszerzenie zrozumienia źródeł ich właściwości. Dodatkowe składniki stopowe Re, W obecne w nadstopach CMSX-4 drugiej generacji istotnie zmieniają niejednorodność orientacji krystalicznej i struktury zamków łopatek monokrystalicznych w porównaniu do zamków łopatek nadstopów CMSX-6 pierwszej generacji

Porównanie stopu CMSX-4 z jego poprzednikiem CMSX-6 może być uzasadniona ze względu na kilka czynników. Po pierwsze, nadstopy CMSX-6 i CMSX-4 są stosowane w przemyśle, gdzie wymagana jest wysoka wytrzymałość mechaniczna w ekstremalnych warunkach, takich jak turbiny gazowe i lotnictwo. Porównanie ich właściwości umożliwia wybór odpowiedniego materiału dla konkretnej aplikacji. Po drugie Analiza struktury krystalicznej pozwala zrozumieć, jak różnice w ułożeniu atomów wpływają na właściwości mechaniczne i termiczne. CMSX-4 i CMSX-6 mogą wykazywać różnice w strukturze, co przekłada się na ich wydajność w różnych warunkach. Następnie orientacja krystaliczna wpływa na anizotropię właściwości mechanicznych. Porównanie orientacji krystalicznej nadstopów może wyjaśnić różnice w ich wytrzymałości i odporności na deformacje w różnych kierunkach. Ponadto morfologia, czyli kształt i rozmiar krystalitów faz oraz mikrostruktura materiału, wpływa na właściwości mechaniczne i odporność na pękanie. Porównanie morfologii nadstopów może wyjaśnić ich różnice w zachowaniu pod obciążeniem. Różne fazy w nadstopach, takie jak  $\gamma$  i  $\gamma'$ , mają różne właściwości mechaniczne i termiczne. Analiza

składu fazowego pozwala zrozumieć, jak różnice w proporcjach faz wpływają na wydajność nadstopów. Co więcej skład chemiczny wpływa na tworzenie faz, rozkład pierwiastków i właściwości mechaniczne. Porównanie składu chemicznego CMSX-6 i CMSX-4 umożliwia zrozumienie, jakie pierwiastki kluczowe przyczyniają się do ich właściwości. Dodatkowo defekty w strukturze krystalicznej, takie jak dyslokacje i wtrącenia, wpływają na wytrzymałość i trwałość materiału. Porównanie stopnia zdefektowania nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 pozwala na ocenę ich odporności na zmęczenie i korozję. Podsumowując, porównanie nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 pod względem wymienionych aspektów jest uzasadnione, ponieważ dostarcza kompleksowej wiedzy na temat ich właściwości, co pozwala na świadomy wybór odpowiedniego materiału dla specyficznych zastosowań oraz na doskonalenie technologii produkcji i poprawę wydajności nadstopów w warunkach eksploatacyjnych [15]

Zastosowanie metody Laue umożliwiło określenie orientacji krystalicznej struktury nadstopów niklu [91]. Na podstawie zależności kątowych rozmieszczenia refleksów dyfrakcyjnych oszacowano całkowitą dezorientację występujących bloków mozaiki struktury, która w zależności od próbki wynosiła od kilku minut kątowych do kilku stopni, a w niektórych przypadkach kilkunastu stopni [94]. Dodatkowo istotne są czynniki technologiczne wytwarzania monokrystalicznych łopatek, gdzie mniejsza prędkość wyciągania formy z pieca przyczynia się do mniejszego stopnia dystorsji. W związku z tym analiza wskazuje na związek tego efektu z charakterystyką pomiaru, ponieważ standardowy kolimator stosowany do badań monokrystalicznych nadstopów niklu posiada perforację o średnicy 0,8 mm, co sprawia, że na detektorze otrzymujemy uśredniony sygnał z kilku dendrytów. Ten aspekt może stanowić wyzwanie w prawidłowym dopasowaniu symulowanej orientacji do rzeczywistego układu płamek, co może wpływać na dokładność pomiarów, nawet w zakresie kilku minut kątowych lub nawet dziesiątych części stopnia [95, 96].

Metody dyfrakcyjnej topografii rentgenowskiej stanowią skuteczne narzędzie do badania doskonałości strukturalnej monokryształów [92]. Przeprowadzono obserwacje złożoności struktury blokowej monokrystalicznych odlewów zamków nadstopu niklu z wykorzystaniem zmodyfikowanej metody topograficznej w geometrii Auleytnera. Na topogramie struktury dendrytycznej w postaci układu pasm kontrastu odpowiadała układowi równoległych dendrytów [97]. Badania serii zglądów dostarczyły informacji o lokalnych zmianach orientacji dendrytów, strukturze blokowej oraz innych

defektach odlewów zamka. Metoda pozwala na rejestracje defektów w zakresie od kilkudziesięciu minut kątowych do kilku stopni. Problematyka pomiarowa, wynikająca pośrednio z wielofazowości struktury monokrystalicznych odlewów zamka łopaty oraz zastosowania rozbieżnej wiązki pierwotnej w zmodyfikowanej metodzie Auleytnera, została szczegółowo opisana w pracy „Defekty struktury oraz ich związek z krystalizacją monokrystalicznych łopatek silników lotniczych” autorstwa R. Albrechta. Pomimo niewielkich różnic w parametrach sieci faz składowych  $\gamma$  i  $\gamma'$  oraz dużym udziale objętościowym fazy  $\gamma'$  (60-80%) w nadstopach niklowych, natężenie sygnału wiązki dyfrakcyjnej pochodzącego od fazy  $\gamma$  nie przekracza zakresu tła. W związku z tym, mimo sygnał dyfrakcyjny pochodzący od fazy  $\gamma$  nie jest rejestrowany na topogramie. Można zakładać, że w procesie tworzenia topogramu bierze udział tylko faza  $\gamma'$

Problemem istotnym dla poprawnej interpretacji obrazów dyfrakcyjnych są efekty związane z rozkładem natężeń promieniowania charakterystycznego. Kryształ poprawnie ustalony (zorientowany) na dany refleks dyfrakcyjny teoretycznie powinien generować topogram pochodzący od  $K\alpha_1$ , jednakże w praktyce zaobserwować można dublet topogramu od  $K\alpha_1$  oraz  $K\alpha_2$ . Sygnał od  $K\alpha_2$ , o mniejszej intensywności, zazwyczaj jest przesunięty względem właściwego topogramu  $K\alpha_1$  o kilka do kilkunastu minut kątowych. Sygnały od tych refleksów nakładają się na siebie, co prowadzi do obniżenia rozdzielczości topogramu, manifestując się rozmyciem kontrastu lub ich znacznym nałożeniem na siebie, co znacząco utrudnia interpretację topogramów [99, 101]. Efekt cienia  $K\alpha_2$  nie jest widoczny dla kolejnych refleksów od 002 z tego powodu do analizy metodą topografii rentgenowskiej wybrano refleks  $113$ . Poprawną informację o występowaniu defektów względem powierzchni preparatu uzyskuje się w odniesieniu do refleksu  $113$ . Niemniej jednak interpretacja topogramów  $113$  może być utrudniona przez jego mniejszą intensywność względem bliższych refleksów, zwłaszcza w obszarach silnie zdefektowanych o małym natężeniu wiązki dyfrakcyjnej [102].

Topogramy rentgenowskie uzyskane przy zastosowaniu zmodyfikowanej metody Auleytnera pozwalają na wizualizację pasmowego charakteru kontrastu równoległego do osi wzrostu ramion I rzędowych dendrytów. Charakterystyczną cechą obecną na wszystkich topogramach są obszary dendrytów cechujące się obniżonym kontrastem, co może wynikać z przesunięć minimalnie zdezorientowanych wzajemnie dendrytów oraz obszarów między-dendrytycznych. Dokładność metody umożliwia łatwą wizualizację struktury blokowej o wzajemnej dezorientacji rzędu  $1-6^\circ$  poprzez

rozsunięcie kontrastu grup dendrytów, co ułatwia dokładną analizę i określenie rozmiarów oraz lokalizacji bloków na powierzchni próbki, wraz z wyznaczeniem ich dezorientacji. Większe dezorientacje mogą jednak wykraczać poza zakres detekcji [100,102].

Analiza porównawcza wyników uzyskanych metodą orientacji krystalograficznej Laue, z wynikami badań wizualizacji struktury za pomocą dyfrakcyjnych metod topografii rentgenowskiej uzupełniona o obserwacje struktury dendrytycznej na makro obrazach, wykazała większy liczbę granic niskiego kąta dla stopu CMSX-4 względem nadstopu CMSX-6 jednak większy stopień zdefektowania zarejestrowano dla stopu CMSX-6 (*Rysunek 66, Rysunek 76, Rysunek 86, Rysunek 96*) [103-105].

Wykorzystanie metody  $\Omega$ -scan do mapowania orientacyjnego powierzchni próbki oraz porównanie z dotychczas stosowanymi metodami dyfrakcyjnymi topografii rentgenowskiej może dostarczyć kompleksowej informacji na temat doskonałości strukturalnej monokrystalicznych odlewów zamków łopatek z nadstopów niklu. Jednakże metoda  $\Omega$ -scan ma swoje ograniczenia. Tworzenie map zmian parametrów sieci jest silnie uzależnione od intensywności refleksów [105]. Podobnie jak w przypadku metod topografii rentgenowskiej czy metody Laue, niska intensywność refleksów fazy  $\gamma$  wpływa na dokładność wyznaczenia parametru sieci, który jest obliczany jedynie dla fazy  $\gamma'$ . Jak w przypadku metody Laue, dokładność wyników (czułość metody) jest również uzależniona od rozmiaru punktu wiązki pierwotnej, którego średnica dla metody  $\Omega$ -scan wynosi 0,8 mm co wpływa na dokładność analizy lokalnych defektów [106]. Ważną rolę odgrywają również czynniki technologiczne wytwarzania monokrystalicznych odlewów zamków łopatek, gdzie mniejsza prędkość wyciągania formy ze strefy grzewczej pieca pozwala na uwidocznienie w skali makroskopowej skutków procesów dyfrakcyjnych, tworzących rozkłady dyfuzyjne składników stopowych o wymiarach rzędu milimetrów. Umożliwia to ujawnienie tendencji segregacji składników stopowych metodą  $\Omega$ -scan, w której obraz pojedynczego obszaru musi mieć średnicę 0,8 mm. Ponadto metoda ta pozwala na określenie zmian na obszarze całych przekrojów odlewów, nie tylko rozkładu składowych orientacji krystalicznej, ale także rozkładu parametru sieciowego fazy  $\gamma'$ , który jest czuły na zmiany składu chemicznego roztworów stałych faz  $\gamma$  i  $\gamma'$ . Skład ten można bardzo precyzyjnie określić współczesnymi metodami mikroskopii elektronowej, jednak tylko dla bardzo małych obszarów. Mimo tych ograniczeń, analiza uzyskanych map dowodzi, że metoda  $\Omega$ -scan jest skutecznym narzędziem do wyraźnej



wizualizacji umiejscowienia granic oraz zdefektowanych bloków [107-109]. Wyniki odchylenia kierunku krystalizacji dendrytów oraz wzajemnej dezorientacji bloków od osi wyciągania z obszaru grzewczego pieca metody Bridgmana są zbliżone do wyników uzyskanych za pomocą metod EBSD. Metoda ta stanowi zatem obiecującą alternatywę w analizie strukturalnej monokrystalicznych odlewów łopatek z nadstopów niklu.

Analiza uzyskanych rozkładów wzdłuż linii pomiarowych ( $A_1B_1$  i  $A_2B_2$ ) wykazały zmiany wartości parametru sieci, szczególnie zauważalne w obszarach blisko granic o niskim kącie dezorientacji oraz w obszarach silnie zdefektowanych, często obserwowanych w elementach zamka łopatki. Obszary zaburzeń często są zlokalizowane w zamkach w pobliżu jego łączenia z selektorem lub jego kontynuatozem. W szczególności dotyczyło to zglądów zamków łopatki z nadstopu CMSX-4. Badania z wykorzystaniem metody  $\Omega$ -scan wydają się potwierdzać większy stopień zdefektowania odlewów z nadstopu CMSX-6 w porównaniu do CMSX-4

Analiza wyników porównania parametrów sieciowych dla nadstopów CMSX-6 i CMSX-4, uwzględniając różne prędkości wyciągania ( $V_t=1$  mm/min oraz  $V_t=3$  mm/min), dostarcza interesujących spostrzeżeń dotyczących strukturalnych zachowań tych materiałów. Zgodnie z danymi przedstawionymi w Tabeli 6, w przypadku stopu CMSX-4 przy prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min, zaobserwowano obniżenie parametru sieciowego  $a_0$  fazy  $\gamma'$  na granicach nisko kątowych w zamkach łopatek.

Tabela 18. Składniki stopowe CMSX-6 i CMSX-4 [15]

Pierwiastek		Al	Ti	Ta	Re	W	Mo	Cr	Co	Hf	Ni
Wsp. Vegarda [Åat%]	$\gamma$	+0,179	+0,422	+0,700	+0,441	+0,444	+0,472	+0,11	-	-	-
	$\gamma'$	+0,500	+0,258	+0,500	+0,262	+0,199	+0,208	-0,004	-	-	-
Średnica at. wzgl. [%] $\frac{D_\chi - D_{vi}}{D_{vi}}$		+6	+9	+18	+10	+13	+12	+3	+1	-	0
$\Delta$ [at%] (SX-4 wzgl. SX-6)		+1,57	-4,2	+1,57	+0,98	+1,99	-1,7	-3,09	+4,57	+0,29	-4,86

Niniejsze badania dotyczą wpływu dodatków stopowych nadstopów CMSX-4 i CMSX-6 na redukcję parametru sieciowego ( $a_0$ ) na granicach nisko kątowych (LAB).

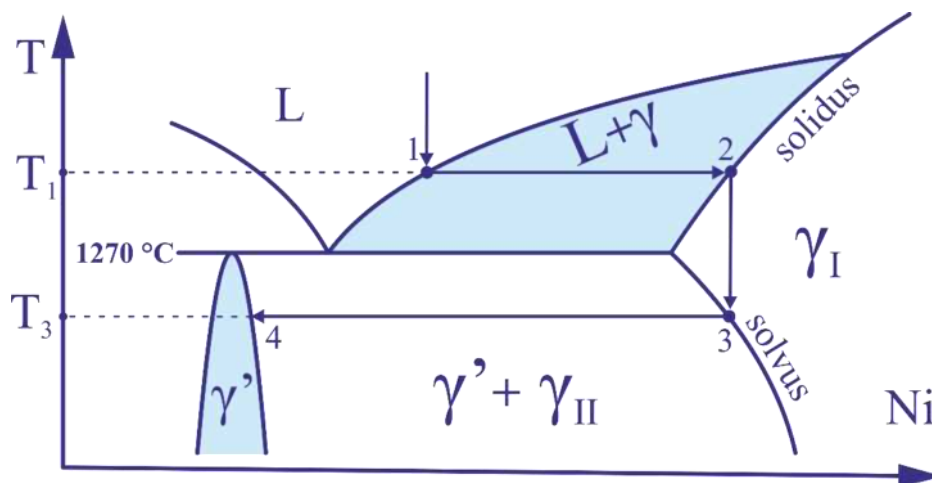
Granice te stanowią defekty wzrostowe, powstające w procesie krystalizacji fazy gamma ( $\gamma$ ) z cieczy, którą oznaczono symbolem ( $\gamma_I$ ). W temperaturze nieco poniżej temperatury solwusu zachodzi przemiana uporządkowania fazowa ( $\gamma_I \rightarrow \gamma_{II} + \gamma'$ ) (Rysunek 148) [15]. Podczas chłodzenia z prędkościami 1 mm/min i 3 mm/min, przemiana ta odbywa się w poprzez mechanizm dyfuzyjny na odległość kilku mikrometrów, odpowiadających kilku rozmiarom krystalitów fazy  $\gamma'$ .

Obniżenie parametru sieciowego ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$  w pobliżu granic nisko kątowych zostało potwierdzone metodami makroskopowymi, co wskazuje, że profile rozkładu pierwiastków w pobliżu LAB rozciągają się na odległość rzędu kilku milimetrów. Profil ten formuje się w wysokiej temperaturze ( $T_1$ ) w wyniku tzw. Segregacji dendrytycznej (Rysunek 148) poprzez dyfuzję pierwiastków z cieczy do fazy  $\gamma$  lub odwrotnie, w zależności od współczynników podziału ciecz/faza  $\gamma_I$ . Przemiana  $\gamma_I \rightarrow \gamma_{II} + \gamma'$  zachodzi w temperaturze ( $T_3$ ), mniejszej o około 100 K. Przy prędkościach  $V_t = 1$  mm/min i  $V_t = 3$  mm/min, proces dyfuzyjny rozkładu pierwiastków na granicach nisko kątowych, utworzony w temperaturze ( $T_1$ ) w wyniku przemiany ( $L_{CMSX} \rightarrow L_{rest} + \gamma_I$ ), powinien pozostać mało zmieniony w zakrzepłym stopie. W związku z tym segregacja składników stopowych przy granicach nisko kątowych, utworzona w fazie  $\gamma_I$ , będzie w dużym stopniu dziedziczona przez fazę  $\gamma'$ . Kluczowe jest zidentyfikowanie składników stopowych, które w największym stopniu wpływają na obniżenie parametru sieciowego ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$  (Tabela 18). Tabela 19 w pierwszym wierszu przedstawia składniki stopowe nadstopów CMSX-6 i CMSX-4, w drugim i trzecim oszacowane współczynniki Vegarda dla kolejno fazy  $\gamma$  i fazy  $\gamma'$ , trzeci wiersz wypełniono względną średnicą atomową składników stopowych według policzonych zgodnie z równaniem zaproponowanym przez Roger'a C .Reed'a [15], ostatni wiersz to różnica zawartości at. % nadstopu CMSX-4 względem nadstopu CMSX-6. NA podstawie tabeli 19 sporządzono dwa równania Vegarda (1) i (2) dla parametru sieciowego fazy  $\gamma$  i  $\gamma'$  nadstopu CMSX-4.

$$(1) a_{\gamma} = 3,524 + 0,179X_{Al}^{\gamma} + 0,422X_{Ti}^{\gamma} + 0,700X_{Ta}^{\gamma} + \\ + 0,441X_{Re}^{\gamma} + 0,444X_{W}^{\gamma} + 0,478X_{Mo}^{\gamma} \text{ [Å]}$$

$$(2) a_{\gamma'} = 3,570 + 0,208X_{Mo}^{\gamma'} + 0,199X_{W}^{\gamma'} + 0,262X_{Re}^{\gamma'} + \\ + 0,258X_{Re}^{\gamma} + 0,500X_{W}^{\gamma} + 0,500X_{Mo}^{\gamma} \text{ [Å]}$$

Składniki takie jak Cr, Co i Hf zostały pominięte ze względu na znikomą względem innych dodatków stopowych zawartość i średnice atomowe, co przekłada się na zanedbywalnie mały współczynnik Vegarda względem pozostałych składników stopowych o zanedbywalnie małym wpływie zmiany parametru sieciowego.



Rysunek 148. Fragment układu równowagi fazowej Ni-Al [15]

Granice nisko kątowe (LAB) znajdują się w obszarze między dendrytycznym, do którego segregują pierwiastki Al, Ti, Ta, podczas gdy pierwiastki Re, W, Mo segregują do rdzenia dendrytów, czyli z dala od granic nisko kątowych (LAB) [15]. Dlatego też w równaniu (1), pierwsze trzy składniki stopowe są umieszczone powyżej, a kolejne trzy poniżej wiersza. W niniejszym badaniu porównujemy wpływ poszczególnych pierwiastków na parametr sieciowy ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$ . Tantal (Ta) posiada niemal dwukrotnie większy współczynnik Vegarda w porównaniu do wolframu (W), przy porównywalnych zawartościach tych pierwiastków w ciekłym stopie CMSX-4 (odpowiednio 2,19% at.% i 1,99% at.%). Współczynniki Vegarda dla tytanu (Ti) i molibdenu (Mo) są podobne (odpowiednio 0,258 i 0,208 Å/at.%), przy czym zawartość Ti w CMSX-4 jest niemal czterokrotnie większa niż Mo (odpowiednio 1,28 at.% i 0,38 at.%). Ponadto, współczynnik Vegarda dla aluminium (Al) jest około dwukrotnie mniejszy niż dla renu (Re), ale zawartość Al w CMSX-4 jest dwanaście razy większa (odpowiednio 12,58% at. i 0,94% at.). Relatywnie lekkie aluminium (Al) stosunku do pozostałych składników stopowych charakteryzuje się szybszą dyfuzją, co sugeruje, że zmiana parametru sieciowego ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$  w pobliżu granic nisko kątowych (LAB) jest głównie związane z obniżeniem zawartości Al. Podobny mechanizm dotyczy składników stopowych Ti, Ta, a w mniejszym stopniu ze zwiększeniem zawartości Re, W, Mo w tych obszarach.

Zmiany parametru sieciowego ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$  przy granicach nisko kątowych są podobne do tych obserwowanych w fazie  $\gamma$ . Ponadto, pierwiastki Re, W i Mo dyfundują z fazy  $\gamma'$  do fazy  $\gamma_{II}$  podczas przemiany uporządkowania  $\gamma_I \rightarrow \gamma_{II} + \gamma'$ , zgodnie ze współczynnikami podziału przedstawionymi w [15]. Ten proces dyfuzyjny dodatkowo obniża parametr sieciowy ( $a_0$ ) przy granicach nisko kątowych (LAB), zgodnie z prawem Vegarda opisanym w równaniu (2). W efekcie, Ti i Ta, dyfundujące do fazy  $\gamma'$  w trakcie przemiany dyfuzyjnej, mają stosunkowo niewielki wpływ na podwyższenie parametru sieciowego ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$ , ze względu na ich mniejszą zawartość atomową w porównaniu do Al. Powyższe rozważania uzasadniają możliwość pomiaru obniżenia parametru sieciowego ( $a_0$ ) w pobliżu granic nisko kątowych (LAB) za pomocą makroskopowej metody  $\Omega$ -Scan, co zostało potwierdzone poprzez profile rozkładu ( $a_0$ ) wzdłuż linii pomiarowych A1B1 i A2B2 w stopach CMSX-4. Stop CMSX-6 różni się od CMSX-4 mniejszą zawartością tantalu (Ta) i aluminium (Al) oraz brakiem renu (Re) i wolframu (W). Niemniej jednak, zawartość aluminium (Al), pomijając chrom (Cr), jest nadal największa w ujęciu atomowym, podobnie jak w CMSX-4. Skutkuje to zauważalnym obniżeniem parametru sieciowego ( $a_0$ ) fazy  $\gamma'$  w pobliżu granic nisko kątowych (LAB). Podwyższenie parametru ( $a_0$ ) na granicach selektora, dobrze wyrażone w CMSX-4, nie jest wykrywalne metodą  $\Omega$ -Scan w przypadku CMSX-6.

Zjawisko to nie wystąpiło jednak dla stopu CMSX-6 przy tej samej prędkości wyciągania. Dodatkowo, w obszarze rzutu obwodu selektora nie odnotowano istotnych zmian parametru  $a_0$  na poziomie makroskopowym dla obu prędkości wyciągania, niezależnie od analizowanego stopu. W przypadku stopu CMSX-4 zaobserwowano także zwiększenie zakresu zmian parametru sieciowego  $\Delta a_0$  przy prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min oraz jego zmniejszenie przy prędkości  $V_t=3$  mm/min. Analiza składowej  $\alpha$  wykazała różnice w liczbie i charakterystyce granic niskiego kąta między stopami CMSX-6 i CMSX-4. Dla CMSX-4 zaobserwowano zwiększenie liczby granic niskiego kąta w odlewach przy obu prędkościach wyciągania w porównaniu do CMSX-6. Dalsze badania ujawniły obniżenie zakresu zmian kąta odchylenia dendrytów ( $\Delta\alpha$ ) od osi łopatkki oraz wartości maksymalnych i minimalnych tego kąta ( $\max \alpha$  i  $\min \alpha$ ) w całej objętości zamka CMSX-4. Wewnątrz zamka, w obszarze rzutu obwodu selektora, odnotowano wzrost dezorientacji pierwotnej składowej  $\alpha$ , co było szczególnie widoczne przy prędkości wyciągania  $V_t=3$  mm/min. W CMSX-4 zaobserwowano również zwiększenie

dezorientacji pierwotnej sąsiednich dendrytów wewnątrz bloków oraz wzrost odchylenia dendrytów od osi łopatki (składowa  $\alpha$ ).

Ponadto, zauważono obniżenie wartości kąta odchylenia dendrytów od osi łopatki na granicach niskiego kąta, co było widoczne dla obu prędkości wyciągania, zwłaszcza w obszarach zamka położonych powyżej jego połączenia z selektorem. Analiza składowej orientacji  $\beta$  opisująca precesję dendrytu wykazała, że w przypadku CMSX-4 występuje obniżenie kąta precesji na granicach niskiego kąta (LAB) oraz zwiększenie dezorientacji pierwotnej sąsiednich dendrytów wewnątrz bloków, co skutkuje wzrostem precesji ( $\beta$ ). Stop CMSX-6 cechuje się natomiast mniejszym zakresem zmian precesji  $\beta$  zarówno w obrębie rzutu selektora, jak i ogólnie mniejszym zakresem zmian precesji  $\Delta\beta$ . Wreszcie, analiza składowej orientacji  $\gamma$  wykazała, że dla CMSX-4 dochodzi do zwiększenia dezorientacji wtórnej sąsiednich dendrytów wewnątrz bloków, co prowadzi do wzrostu kąta obrotu dendrytów (składowa  $\gamma$ ). Tendencja ta była widoczna dla obu prędkości wyciągania. W przypadku CMSX-6, zakres zmian składowej  $\gamma$  był mniejszy zarówno w obrębie bloku, jak i na obwodzie selektora. Wyniki te podkreślają różnice strukturalne między nadstopami CMSX-6 i CMSX-4 oraz wskazują na znaczący wpływ prędkości wyciągania na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne tych materiałów

Analiza mikroskopowa krystalitów fazy  $\gamma'$  w nadstopach CMSX-4 i CMSX-6, przeprowadzona dla różnych prędkości wyciągania ( $V_t=1$  mm/min oraz  $V_t=3$  mm/min), dostarcza istotnych informacji na temat morfologii i dystrybucji krystalitów  $\gamma'$  w różnych obszarach dendrytów (*Rysunek 106-Rysunek 112*).

W strefie rdzenia, najmniejsze krystality fazy  $\gamma'$  mają najbardziej regularny, sześcienny kształt. Ich rozmiary dla stopu CMSX-4 przy prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min mieszczą się w przedziale od 0,12 do 0,38  $\mu\text{m}$ , natomiast przy  $V_t=3$  mm/min od 0,11 do 0,42  $\mu\text{m}$ . Podobne wyniki zaobserwowano dla nadstopu CMSX-6, gdzie rozmiary krystalitów wynoszą 0,15-0,38  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=1$  mm/min oraz 0,12-0,42  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=3$  mm/min. Krystality te są równomiernie rozmieszczone na powierzchni rdzenia, tworząc pakiety składające się zazwyczaj z czterech kostek  $\gamma'$  (*Rysunek 117*).

W trzonie ramion II rzędowych widoczny jest płynny wzrost rozmiarów krystalitów  $\gamma'$ , które przyjmują bardziej rozbudowane formy, często odbiegające od idealnego sześciangu. Krystality te formują struktury przypominające rozety dendrytu,

z mostkami łączącymi sąsiednie krystaliny, co prowadzi do tworzenia większych aglomeratów. Rozmiary krystalitów fazy  $\gamma'$  w tym obszarze dla CMSX-4 wynoszą 0,21-0,78  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=1$  mm/min oraz 0,23-0,84  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=3$  mm/min. Dla CMSX-6 rozmiary te wynoszą 0,51-1,47  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=1$  mm/min oraz 1,01-1,83  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=3$  mm/min (Rysunek 118).

Największe krystaliny  $\gamma'$  występują w peryferiach II rzędowych ramion, gdzie ich kształty są najbardziej zróżnicowane i często przyjmują formy aglomeratów. W przypadku CMSX-4 rozmiary krystalitów wynoszą 1,75-3,8  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=1$  mm/min oraz 1,12-4,07  $\mu\text{m}$  dla  $V_t=3$  mm/min. Dla CMSX-6 wartości te wynoszą 1,54-4,12  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=1$  mm/min oraz 2,54-7,32  $\mu\text{m}$  przy  $V_t=3$  mm/min. W tym obszarze często obserwuje się także duże nagromadzenia eutektyki  $\gamma/\gamma'$ , których rozmiary znacznie przewyższają rozmiary krystalitów fazy  $\gamma'$  (Rysunek 119).

Przeprowadzone badania wykazują, że stop CMSX-4 charakteryzuje się większą liczebnością krystalitów fazy  $\gamma'$  w przedziale 0,2-0,8  $\mu\text{m}$  w obszarze rdzenia i trzonu ramion II rzędu, co zgodnie z danymi literaturowymi zapewnia najlepsze właściwości wytrzymałości temperaturowej. Tabele 9-11 zawierają zestawienia porównawcze rozmiarów krystalitów  $\gamma'$  oraz ich liczebności w różnych obszarach dendrytu, tj. rdzenia I rzędowego ramienia, trzonu II rzędowych ramion i peryferii II rzędowych ramion. Powyższe wyniki podkreślają znaczenie kontroli parametrów wyciągania dla optymalizacji mikrostruktury i właściwości mechanicznych nadstopów CMSX-4 i CMSX-6, co ma kluczowe znaczenie dla ich zastosowań w wysokotemperaturowych środowiskach pracy (Tabela 9-Tabela 11).

Badanie mikrostruktury  $\gamma$ ,  $\gamma'$  przeprowadzono poprzez obserwację chemicznie wytrawionych złączy za pomocą technik mikroskopii skaningowej (SEM) z wykorzystaniem elektronów wtórnych (SE). Metody wizualizacji mikroskopii skaningowej posłużyły do dokładnego scharakteryzowania mikrostruktury faz  $\gamma$ ,  $\gamma'$  tworzących dendryty oraz przestrzeni między-dendrytycznych. Zidentyfikowano następujące składniki struktury: fazę  $\gamma$ , fazę  $\gamma'$  (I i III rzędową) oraz eutektykę  $\gamma/\gamma'$ .

Faza  $\gamma'$  jest obserwowana w postaci prostopadłościanów krystalitów, jednak ich kształt odbiega od idealnej formy prostopadłościanu foremego prawdopodobnie z powodu braku ustalenia warunków krystalizacji. W wyniku tego morfologia fazy  $\gamma'$  ulega deformacji. Przykłady takiej deformacji obejmują wyciągnięcie skrajnych

narożników lub powstanie ubytków w formie niewielkich wcięć na jednej ze ścianek krystalitu (*Rysunek 106*). W obrębie głównych fragmentów dendrytu (rdzenia) ta faza zachowuje jednorodność rozmiarów i kształtów krystalitów  $\gamma'$ . Częstym zjawiskiem jest tworzenie pakietów składających się zazwyczaj z 4 krystalitów  $\gamma'$ . Dodatkowo, obserwuje się krystalizację niekorzystnej III-rzędową  $\gamma'$  o stosunkowo najmniejszych rozmiarach, które są usytuowane w poszerzonych pozostałościach kanalików fazy osnowy (*Rysunek 118*).

Morfologia fazy  $\gamma$  stanowi trudne zagadnienie (*Rysunek 109-Rysunek 112*). Trudność wynika z samej natury fazy  $\gamma$ . Z układu równowagi fazowej wynika, że obserwowana faza  $\gamma$  to w rzeczywistości faza  $\gamma_{II}$ , która powstaje poprzez przemianę uporządkowania w fazie stałej  $\gamma_I \rightarrow \gamma' + \gamma_{II}$  zgodnie z układem równowagi fazowej (*Rysunek 148*). Przemiana ta zachodzi w procesie dyfuzyjnym na odległości rzędu kilku krystalitów fazy  $\gamma$ , czyli kilku  $\mu\text{m}$ . Z tego powodu na mikrofotografiach faza  $\gamma$  jest obserwowana głównie w postaci cienkich kanalików otaczających fazę  $\gamma'$  oraz eutektykę  $\gamma/\gamma'$  w rzeczywistości to te fazy wykryły się z fazy  $\gamma$ .

Obserwacje mikroskopowe wykazały, że eutektyka  $\gamma/\gamma'$  występuje w nieregularnej postaci aglomeratów cząstek o zróżnicowanych kształtach i rozmiarach. Te struktury mogą przybierać formę regularnych globularnych agregatów lub bardziej skomplikowanych, nieregularnych tworów o nieokreślonych kształtach. Zazwyczaj są one zlokalizowane w obszarach między-dendrytycznych, które często stanowią granice między sąsiednimi dendrytami.

Na podstawie obserwacji mikrofotografii powierzchni zglądów zarejestrowanych za pomocą technik skaningowej mikroskopii elektronowej, dokonano podziału obszarów dendrytu ze względu na morfologię krystalitów fazy  $\gamma'$  w nich występującej. Zauważono tendencję wzrostu wielkości fazy  $\gamma'$  od najmniejszych w rdzeniu I rzędowych ramion do największych w przestrzeniach między-dendrytycznych. Wyodrębniono następujące obszary budujące strukturę dendrytu charakterystyczne dla nadstopów CMSX-4 i CMSX-6 (*Rysunek 113*):

- Rdzeń I rzędowych ramion
- Trzon II rzędowych ramion
- Peryferia II rzędowych ramion
- Przestrzeń między dendrytyczna

Prezentowany model, wraz z analizą rozmiarów krystalitów fazy  $\gamma'$ , wskazuje na sekwencję wzrostu dendrytów (Rysunek 113). Proces ten rozpoczyna się od najszybszej krystalizacji rdzenia, po czym następuje krystalizacja trzonu drugorzędowych ramion z mniejszą prędkością. Krystalizacja obszaru peryferyjnego ramienia zachodzi jeszcze wolniej, a najwolniej w obszarze między dendrytycznym. Stwierdzono, że średnica rdzenia i trzonu jest stosunkowo mała, wynosząc 50-70  $\mu\text{m}$ . Wynika z tego, że cienkie obszary rdzenia i trzonu rosną w pierwszej kolejności, a następnie następuje narastanie kolejnych obszarów, tj. obszaru peryferyjnego drugorzędowych ramion oraz obszaru między dendrytycznego z eutektyką. Rdzeń i trzon są pierwotnie zbudowane z fazy  $\gamma_1$ , która w wysokich temperaturach powyżej Solwusu łatwo ulega odkształceniom i wygięciom. Każda wibracja lub odchylenie osi pieca od pionu może powodować lokalne lub globalne wygięcia. Dlatego należy zabezpieczyć proces przed ewentualnymi wibracjami i skorygować oś odlewu z osią pieca. Ponadto, łopatki otrzymane przy większej prędkości rzędu 6-10 mm/min, a więc z cieńszymi obszarami rdzenia i trzonu, są bardziej narażone na tego typu defekty. Oznacza to, że system odlewniczy Bridgmana stosowany w tym przypadku musi być odpowiednio zabezpieczony.

Początkowo przeprowadzono analizę średniej wielkości krystalitów frakcji fazy  $\gamma'$  w obszarach budujących dendryty, uwzględniając parametry technologiczne, takie jak prędkość wyciągania formy z pieca ( $V_t$ ) wynoszącą 3 mm/min oraz 1 mm/min dla badanych nadstopów. Wykazano, że zarówno dla nadstopu CMSX-4, jak i CMSX-6 (Rysunek 116), we wszystkich fragmentach dendrytu, krystality fazy  $\gamma'$  obserwowane na mikrofotografiach przy prędkości wyciągania  $V_t = 3$  mm/min cechują się mniejszymi rozmiarami. Dodatkowo wykazano, że niezależnie od prędkości wyciągania, krystality obserwowane dla CMSX-6 charakteryzują się większymi rozmiarami niż te dla CMSX-4. Prawdopodobnie jest to związane z różnicami występującymi w składzie chemicznym nadstopów. Składniki stopowe Al, Mo występujące w większym stężeniu dla nadstopu CMSX-4 w porównaniu do nadstopu CMSX-6 oraz udział dodatków stopowych Re i W mogą powodować wysycenie danego pierwiastka w fazie ciekłej wzmocnienie wydzieleniowe fazy  $\gamma$  a za czym idzie spowolnienie i zahamowanie i stabilizację wzrostu krystalitów fazy  $\gamma'$  na określonym poziomie wielkości.

Wykorzystano technikę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Technika ta została zastosowana głównie w celach porównawczych, aby ocenić wartości zaburzeń strukturalnych w postaci granicy niskiego kąta dwóch badanych nadstopów



[111, 112]. Badania orientacji (EBSD) są powszechnie wykorzystywane do analizy orientacji nadstopów niklu i charakteryzują się większą rozdzielczością liniową w porównaniu do wyżej opisanych metod rentgenowskich, co umożliwia określenie rzeczywistego przebiegu granicy o niskim kącie w wielofazowej strukturze kryształu [111, 112]. Jednak obszar badań jest znacząco mniejszy, co uniemożliwia wykrycie zmian zachodzących na odległości kilku lub kilkunastu mm. Jednakże w przypadku techniki EBSD granica detekcji dezorientacji wynosi  $0,2^\circ$  co jest wartością mniejszą w porównaniu do ograniczeń detekcji metodą  $\Omega$ -scan.

Analiza map orientacji uzyskanych za pomocą techniki elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) wykazała występowanie granic niskiego kąta LAB zlokalizowanych w tych samych obszarach, w których zostały zarejestrowane za pomocą dyfrakcyjnych metod topografii rentgenowskiej. Wartości orientacji bloków otrzymane z metody EBSD są zbliżone do tych uzyskanych za metodą  $\Omega$ -scan (Tabela 12).

Dodatkowo określono lokalizacje granic niskiego kąta w strukturze dendrytycznej. Granice te znajdują się w przestrzeniach między-dendrytycznych, umiejscowione na granicach styku II rzędowych ramion dendrytów, nie zaś przecinających je, lecz biegnących wzdłuż ich rdzeni. Analiza tego zagadnienia w skali struktury  $\gamma, \gamma'$  ujawniła przebieg granic niskiego kąta LAB występujących w fazie  $\gamma$ . Dokonano tego poprzez analizę fotografii mikroskopowych fragmentów granic wykonanych na chemicznie wytrawionych zgładach. Ten zabieg pozwolił na wizualizację przebiegu granic o niskim kącie w kanalikach fazy  $\gamma$  między kryształitami fazy  $\gamma'$ . Dodatkowo zwrócono uwagę na obecność aglomeratów Eutektyki  $\gamma/\gamma'$  w obszarach między-dendrytycznych. Początkowe obserwacje sugerowały, że granica biegnie wokół aglomeratu eutektyki. Jednak na kilku mapach orientacji (EBSD) zaobserwowano zmianę orientacji poprzez środek aglomeratu, co było sprzeczne z wcześniejszym założeniem (Rysunek 120-Rysunek 123). Badania mikroskopowe trawionych zgładów wykazały, że Eutektyka  $\gamma/\gamma'$  jest obiektem o wewnętrznej sieci korytarzy kanalików fazy  $\gamma$ , co potwierdza występowanie granic o niskim kącie w kanalikach fazy  $\gamma$  wzdłuż kryształitów fazy  $\gamma'$  tworzących ramiona dendrytu. Analiza porównawcza wartości granic o niskim kącie dla nadstopu CMSX-6 oraz CMSX-4 ujawnia większą ilość granic o niskim kącie dla stopu CMSX-4 w porównaniu do CMSX-6.

Analiza map uzyskanych technikami EBSD ujawniła, że przebieg granicy pomiędzy blokami jest zgodny z wynikami topografii rentgenowskiej oraz mapami orientacji uzyskanymi metodą  $\Omega$ -scan (*Rysunek 124-Rysunek 127*) [113, 114]. Obserwowane dezorientacje wykazują dwojaki charakter: pierwszy to skokowa zmiana orientacji między blokami mozaiki, natomiast drugi to liniowa, niewielka zmiana stopnia dezorientacji w obrębie pojedynczego bloku, osiągająca wartość krytyczną na styku z sąsiednim blokiem. Odchylenia kątowe w układach Eulera mogą występować niezależnie od siebie oraz bez powinowactwa z pozostałymi układami. Monokrystaliczne odlewy zamków nadstopów niklu typu CMSX-4 oraz CMSX-6 wykazują słaby kontrast [001] od krytycznych naprężeń ścinających w płaszczyźnie (111). Nadstop CMSX-4 charakteryzuje się łagodniejszą zmianą kontrastu w miejscach występowania granic niskiego kąta. Zastosowanie dużego powiększenia pozwoliło na szczegółowe zbadanie przebiegu granic wzdłuż styku ramion dendrytów oraz w niektórych przypadkach, na obwiedni obszaru eutektyki  $\gamma/\gamma'$  (*Rysunek 120-Rysunek 123*).

Badania mikroskopowe zostały uzupełnione pomiarami opartymi na spektroskopii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (ang. energy dispersive X-ray spectrometry - EDS lub energy dispersive X-ray analysis - EDX). Metodę EDS zastosowano do analizy składu chemicznego i rozkładu pierwiastków w oraz ewentualnych różnic w makroskopowych obszarach dendrytu. Sygnał charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego uzyskiwany jest z określonej głębokości materiału. W związku z tym informacja na mapach rozkładu pochodzi od kilku do kilkudziesięciu warstw krystalitów fazy  $\gamma'$  oraz fazy  $\gamma$  w głąb dendrytu. W sąsiednich warstwach naprzemiennie nakładają się krystality fazy  $\gamma'$  na kanaliki fazy  $\gamma$ . Więc niezależna analiza składników stopowych w fazie  $\gamma$  i  $\gamma'$  jest utrudniona. Z tego powodu metoda ta nie jest odpowiednia do analizy rozkładu pierwiastków stopowych w oddzielnych fazach  $\gamma$  i  $\gamma'$ . Jednakże metoda ta jest doskonałym narzędziem do wizualizacji rozkładu pierwiastków stopowych w obszarze dendrytu.

Analiza map rozkładu pierwiastków dla stopu CMSX-6 wykazała segregację chromu, kobaltu i molibdenu do wewnątrz dendrytu, a aluminium tantalu i tytanu w przestrzeniach między dendrytycznych co jest ogólnie znanym zjawiskiem [15] określonym terminem segregacji dendrytycznej [116-117]. Podobny wzorzec obserwowano dla tytanu, tantalu i molibdenu, które często zastępują glin wewnątrz konstrukcji komórki elementarnej fazy  $\gamma'$ . Mapy rozkładu hafnu należy potraktować jako

szum i nie uwzględniać danych przy całkowitej analizie wyników ze względu na ograniczenia metody opisane w rozdziale metody badawcze (*Rysunek 128 i Rysunek 129*).

Na zarejestrowanych mapach rozkładu pierwiastków uzyskanych dla nadstopu CMSX-6 nie zaobserwowano wyraźnych różnic w koncentracji pierwiastków stopowych pomiędzy przestrzenią między dendrytyczną a eutektyką  $\gamma/\gamma'$ . Różnice w składzie tych faz wydają się być niemożliwe do zidentyfikowania, wykraczając poza granice detekcji metody EDS (*Rysunek 130*).

Analiza rozkładu pierwiastków dla nadstopu CMSX- 4 w obszarze dendryty wykazała segregacje chromu, kobaltu wolframu i renu do wnętrza dendryty. Natomiast Ti, Al, Ta i Ni podobnie jak w przypadku stopu CMSX-6 segreguje do przestrzeni między dendrytycznych. Ponadto występuje obszar o wysokiej koncentracji aluminium, tantalu i hafnu aubożony o chrom kobalt molibden i wolfram obserwowany w przestrzeniach między dendrytycznych prawdopodobnie jest to faza TCP. Ponownie jak miało to miejsce dla nadstopu CMSX-6 tak i w tym przypadku nie zarejestrowano wyraźnych różnic w koncentracji pierwiastków stopowych pomiędzy przestrzenią między dendrytyczną a eutektyką  $\gamma/\gamma'$  (*Rysunek 131, Rysunek 132 i Rysunek 133*).

Metodami transmisyjnej, transmisyjno-skaningowej mikroskopii elektronowej wykonano rozkładu pierwiastków stopowych w konkretnych fazach budulcowych tj.  $\gamma$  i  $\gamma'$ ; dla obszarów rdzenia i występowania makroskopowych granic niskiego kąta. Badania cienkich folii wykonanych w technice FIB dla pomiarów z wykorzystaniem HAADF i systemu ChemiSTEM dla nadstopów CMSX-6 i CMSX-4 wykonano w obszarach rdzenia I rzędowych ramion i przestrzeni między dendrytycznych w sąsiedztwie występowania granic niskiego kąta [117-120] (*Rysunek 135-Rysunek 138*).

Analiza rozkładu składników stopowych dla CMSX-6 w obszarze przestrzeni między dendrytycznych wykazała segregacje aluminium, tantalu, hafnu i niklu do przestrzeni krystalitów fazy  $\gamma'$  a kobalt, chrom, tytan i molibden segregują do fazy  $\gamma$  stanowiącą osnowę stopu. W tym przypadku na mikrofotografii w trybie HAADF nie zarejestrowano wyraźnej różnicy kontrastu obrazującej przebieg granicy niskiego kąta co też ma odzworowanie na mapach rozkładu pierwiastków w postaci braku dodatkowych efektów segregacji w przestrzeniach kanałków fazy  $\gamma$  (*Rysunek 135*). Obszar rdzenia I rzędowych ramion wykazuje identyczną segregację składników stopowych a różnice w obszarowym składzie chemicznym niemal dla wszystkich składników

stopowych mieszczą się w niepewności pomiarowej metody. Jednak obszar przestrzeni między dendrytycznej charakteryzuje się widocznym zwiększeniem występowania tantalu (*Rysunek 137*).

Analiza rozkładu pierwiastków dla stopu CMSX-4 w obszarze przestrzeni między dendrytycznych wykazała segregacje kobaltu, chromu, tytanu, molibdenu, wolframu i renu do przestrzeni kanalików fazy  $\gamma$ . Natomiast składniki stopowe aluminium, tantalu niklu i hafnu charakteryzuje segregacja do przestrzeni fazy  $\gamma'$ . Dla obserwacji przestrzeni między dendrytycznej nadstopu CMSX-4 na mikrofotografii w trybie HAADF zaobserwowano niewielką różnicę w kontraście uwidaczniającą przebieg granicy niskiego kąta. Mimo to na mapach rozkładu pierwiastków nie zaobserwowano dodatkowych efektów z tym związanych (*Rysunek 136*). Analiza obszaru rdzenia I rzędowych ramion potwierdza segregacje składników stopowych zarejestrowane dla przestrzeni między dendrytycznej. Różnice w obszarowym składzie chemicznym dla wszystkich składników stopowych mieszczą się w niepewności pomiarowej metody.

Badania rozkładu pierwiastków zostały uzupełnione o pomiar ilościowej analizy składu chemicznego faz  $\gamma$  i  $\gamma'$  dla nadstopów CMSX-4 oraz CMS-6 w obszarze rdzenia I rzędowych ramion dendrytów. Analiza wyników nadstopu CMSX-6 (*Rysunek 139*) wykazała większą zawartość aluminium, tytanu niklu oraz tantalu w fazie  $\gamma'$  natomiast większa koncentracja chromu, kobaltu i molibdenu jest charakterystyczna dla fazy  $\gamma$  co jest potwierdzeniem obserwacji na mapach rozkładu pierwiastków dla stopu CMSX-6. W odniesieniu do analizy nadstopu CMSX-4 (*Rysunek 140*) zwiększona zawartość pierwiastków dla fazy  $\gamma'$  zaobserwowano w przypadku aluminium, niklu, tantalu i hafnu, natomiast zwiększona zawartość pierwiastki chromu, kobaltu molibdenu, wolframu i renu charakteryzuje fazę  $\gamma$ . tytanu mimo niemal dwukrotnie większej zawartości w fazie  $\gamma'$  powinien być rozpatrywany osobno przez nachodzące na siebie niepewności pomiarowe metody (*Rysunek 138*). Istotnym jest, iż dodatki stopowe wolframu i renu mimo koncentracji w fazie  $\gamma$  to mogą dyfundować w obszary krystalitów fazy  $\gamma'$  (Tabela 17).

Obserwacje z wykorzystaniem technik transmisyjnej mikroskopii elektronowej uwidocznily różnice zdefektowania obszarów trzonu dendrytu w porównaniu do obszarów peryferyjnych II rzędowych ramion dla nadstopu CMSX-6 i CMSX-4. W obydwóch przypadkach strefa peryferii ramion II rzędowych charakteryzując

się większym stopniem zdefektowania. Jest to zobrazowane przez znacząco większą liczbę dyslokacji, które są zlokalizowane w kanalikach fazy  $\gamma$ . Dyslokacje okalają krystality fazy  $\gamma'$  podkreślając granice między fazami budującymi nadstop. Porównując przestrzenie trzonu zaobserwowano mniejszy rozmiar krystalitów fazy  $\gamma'$  w przypadku nadstopu CMSX-4 co potwierdza wyniki odnośnie do rozmiaru krystalitów  $\gamma'$  ujętych w badaniach na stronie (Rysunek 116). Dodatkowo obszar trzonu obserwowany dla CMSX-6 (Rysunek 143) przejawia większy stopień zdefektowania niż obszar zarejestrowany dla CMSX-4 (Rysunek 144)

Analiza obszaru granic niskiego kąta wykazała, że granica ta ma charakter dyslokacyjny, co zostało uwidocznione poprzez siatkę dyslokacji przebiegającą najczęściej wzdłuż granic krystalitów fazy  $\gamma'$  i są w większości ułożone prostopadle do przebiegu granicy. Szerokość granicy została wyznaczona na podstawie obszaru rozpiętości siatki dyslokacyjnej i wynosi od kilku do kilkudziesięciu nanometrów. Efekt ten w przypadku obserwacji granicy dla CMSX-4 jest mniej widocznych. Prawdopodobnie związane jest to z większym stopniem dezorientacji granicy.

## Wnioski

Poprzez zastosowanie różnorodnych technik badawczych, w celu zrozumienia skomplikowanej morfologii struktury nadstopów CSMX-6 i CMSX-4, oraz doskonałości orientacyjnej jak i charakterystyki granic niskiego kąta, uzyskano komplet badań, których analiza stanowi podstawę do sformułowania następujących wniosków.

### **A1.Zmiany dotyczące granic niskiego kąta (LAB) zamków łopatek:**

[A1.1]: Zamki łopatek nadstopu CMSX-4 charakteryzują się zwiększoną liczbą granic niskiego kąta w porównaniu do zamków nadstopu CMSX-6. Tendencja ta ma miejsce dla zamków otrzymanych przy prędkości wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$ , jak i  $3\text{ mm/min}$ .

[A1.2]: Na granicach niskiego kąta (LAB) w zamkach łopatek nadstopu CMSX-4 występują mniejsze wartości składowej  $\alpha$  dezorientacji dendrytów w porównaniu do granic w zamkach nadstopu CMSX-6. Składowa dezorientacji  $\alpha$  opisuje zmianę odchylenia dendrytów od osi łopatki. Tendencja ta ma miejsce dla obu prędkości wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $3\text{ mm/min}$ .

[A1.3]: Na granicach niskiego kąta (LAB) w zamkach łopatek nadstopu CMSX-4 występuje większa wartość składowej  $\gamma$  dezorientacji w porównaniu do granic (LAB) w zamkach nadstopu CMSX-6. Składowa dezorientacji  $\gamma$  opisuje obrót dendrytów względem osi łopatki. Tendencja ta ma miejsce dla obu prędkości wyciągania  $V_t=1\text{mm/min}$  i  $3\text{ mm/min}$ .

[A1.4]: Na granicach niskiego kąta (LAB) w zamkach łopatek nadstopu CMSX-4 występuje mniejsza wartość składowej  $\beta$  dezorientacji dendrytów w porównaniu do granic niskiego kąta zamków nadstopu CMSX-6. Składowa dezorientacji  $\beta$  opisuje (precesje) dendrytów na granicach niskiego kąta.

[A1.5]: Uwzględniając powyższe trzy wnioski można stwierdzić, że na granicach niskiego kąta (LAB) w zamkach łopatek nadstopu CMSX-4 występuje mniejsza dezorientacja pierwotna i większa dezorientacja wtórna dendrytów w porównaniu do granic w zamkach nadstopu CMSX-6. Efekt ten występuje wraz z segregacją Re i W do granic, a Ta i Al od granic niskiego kąta. Innymi słowy dezorientacja pierwotną granic niskiego kąta jest zastępowana ich dezorientacją wtórną.

## A2. Zmiany orientacji krystalicznej dotyczące wnętrza bloków poza granicami niskiego kąta:

[A2.1]: W zamkach nadstopu CMSX-4 wewnątrz bloków obserwujemy się większą dezorientację zarówno pierwotną, jak i wtórną sąsiednich dendrytów w porównaniu do zamków z nadstopów CMSX-6. Wzrasta zarówno odchylenie dendrytów od osi łopatki (składowa  $\alpha$ ) jak i obrót ( $\gamma$ ) oraz precesja ( $\beta$ ) w przeciwieństwie do nadstopu CMSX-6.

[A2.2]: Dla nadstopu CMSX-4 wewnątrz zamków łopatek w obszarach rzutu obwodu selektora występuje większa dezorientacja pierwotna (składowe  $\alpha$  i  $\beta$ ) jak i orientacja wtórna (składowa  $\gamma$ ) w porównaniu do zamków z nadstopu CMSX-6. Efekt ten jest szczególnie wyraźny przy prędkości wyciągania  $V_t=3\text{mm/min}$ .

[A2.3]: Dla nadstopu CMSX-4 w całej objętości zamka występuje mniejszy zakres zmian kąta odchylenia dendrytów od osi łopatki, jak również mniejsze wartości maksymalne i minimalne tego kąta w porównaniu do nadstopu CMSX-6.

## B. Zmiany strukturalne:

[B1]: W pobliżu granicach niskiego kąta w zamkach łopatek nadstopu CMSX-4 otrzymanych przy prędkości wyciągania  $V_t=1\text{ mm/min}$  obserwujemy się obniżenie wartości parametru sieciowego fazy  $\gamma'$ , które związane jest z wprowadzeniem dodatków renu i wolframu. Sugeruje to, że dodatki te koncentrują się w pobliżu granic niskiego kąta co zostało potwierdzone ilościową analizą chemiczną TEM. Dodatkowo stwierdzono obniżenie zawartości Ta w pobliżu tych granic.

[B2]: W zamkach nadstopu CMSX-4 występuje mniejszy zakres zmian parametru sieciowego fazy  $\gamma'$ , w porównaniu do zamków nadstopu CMSX-6.

[B3]: W zamkach nadstopu CMSX-4 w porównaniu do zamków nadstopu CMSX-6 obserwujemy się zwiększoną liczbę krystalitów  $\gamma'$  w obszarach ramion II rzędu między którymi przebiegają granice niskiego kąta. Wolfram segreguje do krystalitów  $\gamma'$ , a segregacja renu, choć słabo wyrażona, również jest obecna w tych obszarach, co potwierdziły badania ilościowego składu chemicznego TEM.

**[B4]:** W zamkach w obszarze rzutu obwodu selektora jak dla stopu CMSX-6 tak i dla CMSX-4 nie występują zauważalne zmiany parametru sieciowego fazy  $\gamma'$  ( $a_0$ ) dla obu prędkości wyciągania  $V_t=1$  mm/min i  $V_t=3$  mm/min.

### Wnioski praktyczne [ogólne]:

1. W zamkach łopatek nadstopów CMSX-4 występuje większa liczba bloków i granic niskiego kąta (LAB) w porównaniu do zamków nadstopu CMSX-6. Dezorientacja tych granic jest utworzona poprzez obrót sieci krystalicznej bloków względem osi łopatki.
2. W zamku CMSX-4 w obszarach rzutu obwodu selektora, występują większe wartości wszystkich składowych dezorientacji w porównaniu do zamków nadstopu CMSX-6. MA to miejsce dla prędkości wyciągania  $V_t=3$  mm/min. Dlatego jakość i geometria połączenia selektora i zamka są bardzo ważne dla minimalizacji tych niekorzystnych efektów w stopach typu CMSX-4.
3. Zastosowanie różnych metod badawczych do analizy w różnych skalach zdefektowanych obszarów dendrytycznych w nadstopach monokrystalicznych jest niezbędne przez wzgląd na wieloskalowy charakter struktury. Makroskopowe metody badawcze umożliwiają identyfikację i lokalizację i makroskopowych defektów struktury krystalicznej, jednak ich dokładność jest ograniczona. Metody dotyczące obszarów o rozmiarach mikrometrycznych i nano metrycznych są w stanie dostarczyć szczegółowych informacji o defektach w skali mikrometrycznej i nanometrycznej niedostępnych dla metod makroskopowych. Jednakże zmniejszenie rozmiaru badań uniemożliwia zarejestrowanie zmian zachodzących na dużych obszarach.



## Literatura

- [1] Żmija J.: Podstawy teorii wzrostu monokryształów, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1987.
- [2] Żmija J.: Otrzymywanie monokryształów, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1988.
- [3] Gibbs W. J.: On the Equilibrium of Heterogeneous Substances, New York 1928.
- [4] Herring C.: Structure and Properties of Solid Surface, Chicago 1953.
- [5] Laudise R. A.: The Growth of Single Crystals, New Jersey 1970.
- [6] Praca zbiorowa: Wzrost i charakterystyka kryształów, Sympozjum Naukowe, Katowice 2000.
- [7] Kędziński Z.: Termodynamika stopów, Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne AGH, Kraków 1999.
- [8] Chester T. Sims.: A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists, Fifth International Symposium of Superalloys, 1984, s. 399-419
- [9] John K. Tien, Thomas Caulfield.: Superalloys, Supercomposites and Superceramics, Academic Press INC. (London) LTD., UK, 1989.
- [10] C.T. Sims, and W. Hagel: The Superalloys, Wiley Interscience, New York, 1972.
- [11] H. J. Murphy, C. T. Sims and A. M. Reltran: Phacomp Revisited, International Symposium on Structural Stability in Superalloys, 1968, s. 47-66
- [12] Boesch, W. J., Tien, J. K., and Howson, T. E.: Progress in Vacuum Melting from VIM to VADER, Metal Progress, 1982, s. 49-56
- [13] P.N. Quested, M. McLean, A. Donner: A Study of Directionally Solidified In-738-Lc. Microstructure, Segregation and Mechanical Properties, Proceedings of a Conference held at Liege, Belgium, 1986, s. 697-708
- [14] Krzysztof Kubiak, Dariusz Szeliga, Jan Sieniawski, Arkadiusz Onyszko: The faculty of mechanical engineering and aeronautics, Department of Material Science, Rzeszów University of Technology, 2013
- [15] Roger C. Reed: The Superalloys Fundamentals and Applications, Cambridge University Press, New York, 2006.
- [16] Lacaze J, Hazotte: A. Textures, Microstruct, 1990, vol. 13

- [17] Versnyder F.I., Shank M.E., The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification, *Mater Sci Eng* 1970, s. 213-247.
- [18] Ma, D. Novel casting processes for single-crystal turbine blades of superalloys. *Front. Mech. Eng.* 2018, vol. 13, s. 3–16
- [19] Elliott A.J., Pollock T.M., Thermal Analysis of the Bridgman and Liquid-Metal-Cooled Directional Solidification Investment Casting Processes, *Metall Mater Trans*, 2007, vol. 38, s. 871-882.
- [20] Szeliga D, Kubiak K, Jarczyk G., The Influence of the Radiation Baffle on Predicted Temperature Gradient in Single Crystal CMSX-4 Castings *Int J Metalcast*, 2013, vol. 7
- [21] Gim S. Chen a, Paul R. Aimone b, Ming Gao a, Carl D. Miller a, Robert P. Wei, Growth of nickel-base superalloy bicrystals by the seeding technique with a modified Bridgman method, *Journal of Crystal Growth*, vol. 179 (1997), s. 635-646, USA 1996.
- [22] Lohmueller P, Esser P, Großmann J, Hordler M, Preuhs J, Singer R.F.: Improved Quality and Economics of Investment Castings by Liquid Metal Cooling - The Selection of Cooling Media, *Superalloys 2000*, Miner Met Mater Soc, 2000, vol. 181
- [23] Elliott A.J., Tin S, King W.T., Huang S-C., Gigliotti M.F.X, Pollock T.M.: Directional solidification of large superalloy castings with radiation and liquid-metal cooling: A comparative assessment, *Metall Mater Trans*, 2004, vol.35, s. 3221-3231.
- [24] Kermanpur A., Varahram N., Davami P., Rappaz M.: Thermal and Grain Structure Simulation in a Land-based Turbine Blade Directionally Solidified with the Liquid Metal Cooling Process, *Metall Mater Trans*, 2000, vol. 31, s. 1293-1304.
- [25] Konter M, Kats E, Hofman N.: A novel casting process for single crystal gas turbine components, *Superalloys 2000*, Miner Met Mater Soc, 2000, s.189-200
- [26] Dai HJ, D'Souza N, Dong HB.: Grain Selection in Spiral Selectors During Investment Casting of Single-Crystal Turbine Blades: Part I. Experimental Investigation, *Metall Mater Trans*, 2011, vol. 42, s. 3430-3438

- [27] Chmiela B, Szeliga D, Soszańska M, Jarczyk G, Cwajna J.: Analysis of Stray Grain Formation in Single Crystal CMSX-4 Superalloy, *Pract Metallogr* 2013, vol 50, s. 548-560
- [28] ] Gao S.F., Liu L., Wang N., Zhao X.B., Zhang J, Fu H.Z.: Grain Selection During Casting Ni-Base, Single-Crystal Superalloys with Spiral Grain Selector, *Metall Mater Trans*, 2012, vol. 43, s. 3767-3775
- [29] Ma D., Lu H., Buhrig-Polaczek A.: Experimental Trials of the Thin Shell Casting (TSC) Technology for Directional Solidification, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, 2011, vol. 27
- [30] Dai H.J., Dong H.B., D'Souza N., Gebelin J-C, Reed R.C.: Grain Selection in Spiral Selectors During Investment Casting of Single-Crystal Components: Part II. Numerical Modeling, *Metall Mater Trans*, 2011, vol. 42, s. 3439-3446
- [31] Xinbao Z, Lin L, Zhuhuan Y, Weiguo Z, Hengzhi F.: Microstructure development of different orientated nickel-base single crystal superalloy in directional solidification, *Mater Charact*, 2010, vol. 61, s. 7-12
- [32] Toloraiya V.N., Orekhov N.G., Kablov E.N.: Advanced method for single crystal casting for turbine blades for gas turbine engines and plants, *Met Sci Heat Treat* 2002, vol. 44, s. 279-283.
- [33] Budzik G, Matysiak H.: Geometric accuracy of wax bade models manufactured in silicon moulds, *Arch Foundry Eng*, 2010, vol. 1, s. 399-404
- [34] Beeley P.R, Smart R.F.: *Investment casting*, The University Press Cambridge; UK 1995.
- [35] Wax Castylene B405 Red – characteristic card.
- [36] Wax A7-FR/60 – characteristic card.
- [37] Niles JC.: Understanding shell cracking during de-wax process in investment casting, *Incast*, 2003, vol. 3, s.:16
- [38] Jerzy Zych: *Analiza wad odlewów – laboratorium*. Kraków 1993;
- [39] „Atlas wad odlewów”, Wydawnictwo Instytut Odlewnictwa, Kraków 2004.
- [40] Yu Kuang-O (Oscar) et. al.: *Modelling for casting and solidification processing*, Marcel Dekker Inc., 2002
- [41] . *Materiały Seminarium Naukowego Projektu Badawczego Zamawianego PBZ-MNiSW Nr 03/I/2007, Zakopane, (2009 – 2010), niepublikowane*

- [42] Donachie M. J., Donachie S. J.: Superalloys. A technical guide, ASM International, 2002.
- [43] Mikułowski B.: Stopy żaroodporne i żarowytrzymałe, Nadstopy, Wydawnictwo AGH, Kraków, 1997
- [44] Matysiak H., Ferenc J., Lipinski Z., Grabarz K., Michalski J., Kurzydłowski K. J.: Charakterystyka i kontrola właściwości technologicznych mieszanek ceramicznych do wytworzenia form odlewniczych do odlewania precyzyjnego części turbin lotniczych metoda Bridgmana, *In\_ Mater.*, 2009, vol. 4, s. 239-244
- [45] Matysiak H., Michalski J., Balkowiec A., Sikorski K., Kurzydłowski K. J.: Surface defects of investment castings of turbofan engines components made of IN713C nickel superalloy, *Materials Science-Poland*, 2009, vol. 4/1, s. 1103–1110
- [46] Fernihough J., Hoebel M., Konter M., Method of removing casting defects, United States Patent No. 7169242 B2., 2007
- [47] Kaiser A., Loubert M., Telle R., Thermal stability of zircon (ZrSiO<sub>4</sub>), *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2008, vol. 28, s. 2199-2211
- [48] Katarzyna Gwadzińska, Jacek Jackowski, Michał Szweycer.: Porosity variations of castings made of saturated metals composites, *Composites 1*, 2001
- [49] Dai H. J., A study of solidification structure evolution during investment casting of Ni-based superalloy for aero-engine turbine blades, PhD Thesis, Department of Engineering, University of Leicester, 2008
- [50] Zhou Y. Z., Volek A., Green N. R.: Mechanism of competitive grain growth in directional solidification of a nickel-base superalloy, *Acta Mater.*, 2008, vol. 56, s. 2631-2638
- [51] Rappaz M., Gandin C. A.: Probabilistic modelling of microstructure formation in solidification processes. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1993, vol 2, s. 345-360
- [52] Ford D. A., Wallbank J.: The effect of nitrogen on secondary grain nucleation in nickel base single crystal superalloys, *Int. J. Cast Metals Res.*, 1998, vol. 11, s. 23-38
- [53] Zhou Y., Volek A., Singer R.: Influence of solidification conditions on the castability of nickel-base superalloy IN792, *Metall. Mater. Trans. A*, 2005, vol. 36, s. 651-656

- [54] D'Souza N., Newell M., Devendra K., Jennings P. A., Ardakani M. G., Shollock B. A.: Formation of low angle boundaries in Ni-based superalloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 2005, s. 413-414, s. 567-570
- [55] Newell M. Devendra K., Jennings P. A., D'Souza N.: Role of dendrite branching and growth kinetics in the formation of low angle boundaries in Ni-based superalloys, *Mater. Sci. Eng.* 2005, vol. 412, s. 307-315
- [56] Zhou Y. Z., Volek A., Effect of grain boundary fraction on castability of a directionally solidified nickel alloy, *Scr. Mater.*, 2006, vol 54, s.2169-2174
- [57] Zhou Y., Volek A., Singer R., Influence of solidification conditions on the castability of nickel-base superalloy IN792, *Metall. Mater. Trans. A*, 2005, vol. 36, s. 651-656
- [58] Hashmi S.: *Comprehensive materials processing*, Elsevier, Oxford 2014.
- [59] Li Y., Li W., Gong Z., Jian Z., Langhong L.: Creep anisotropy of a 3rd generation nickel-base single crystal superalloy at 850 °C., *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 760, s. 26-36
- [60] Durrand- CharreM.: *The microstructure of superalloys*, Gordon and Breanch Science Publisher, 1997.
- [61] E.N. Kablov, I.M. Demonis, N.V. Petrushin: *Materials and Technologies for new Generation Aeroengines*, Proceedings of The European Conference of Aerospace Sciences, Saint Petersburg, 2011.
- [62] C. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel: *Superalloys II: High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*, John Wiley and Sons, USA, 1987
- [63] M. Gell, D. N. Duhal and A. F. Giamei: *The Development of Single Crystal Superalloy Turbine Blades*, Fourth International Symposium of Superalloys, 1980, s. 205-214
- [64] B.C. Wilson, J.A. Hickman, and G.E. Fuchs: *The Effect of Solution Heat Treatment on a Single-Crystal Ni-Based Superalloy*, *JOM High temperature Alloy*, 2003, vol. 3, s. 35-40
- [65] Beata Dubiel: „Zmiany Mikrostruktury Podczas Pełzania Monokrystalicznych Nadstopów Niklu”, *Wydaw. Akademii Górniczo-Hutniczej im. S. Staszica*, Kraków 2011.

- [66] Scott A. Yandt: The Growth of Naturally Generated Small Fatigue Cracks in a Nickel-Base Single-Crystal Superalloy, Phd Thesis, Carleton University Ottawa, Ontario, 2010.
- [67] J. C. Han, S. Dutta, and S. Ekkad: Gas Turbine Heat Transfer and Cooling Technology, Taylor and Francis, USA, 2000.
- [68] J. C. Han, J. S. Park, and C. K. Lie: Heat Transfer and Pressure Drop in Blade Cooling Channels with Turbulence Promoters, NASA Report CR-3837, 1984
- [69] Szczotok, A., Richter, J., & Cwajna, J.: Stereological characterization of  $\gamma'$  phase precipitation in CMSX-6 monocrystalline nickel-base superalloy, Materials Characterization, 2009, vol. 60, s. 1114–1119
- [70] F. Wang, D.X. Ma, J. Zhang, S. Bogner, A. Bührig-Polaczek: A high thermal gradient directional solidification method for growing superalloy single crystals, Journal of Materials Processing Technology, 2014
- [71] Durst, K., & Göken, M.: Micromechanical characterisation of the influence of rhenium on the mechanical properties in nickel-base superalloys, Materials Science and Engineering A, 2004, s. 387–389, s. 312–316.
- [72] Kundin, J., et al.: Coarsening kinetics of precipitates in Ni-base superalloys: A comparative study of CMSX-4 and CMSX-6. Acta Materialia, 2012, vol. 60, s. 3758–3772
- [73] Zheng, S., et al.: Directional solidification behaviour of CMSX-6 superalloy. Journal of Physics: Conference Series, 2686, 012015, 2024
- [74] M. Trzaska, Z. Trzaska: Elektrochemiczna spektroskopia impedancyjna w inżynierii materiałowej, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej 2010.
- [75] J. Jakubowicz: Elektrochemicznie modyfikowana powierzchnia bionanomateriałów tytanowych, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej 2012.
- [76] J. Marciniak (red.): Ćwiczenia laboratoryjne z biomateriałów, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, 1999
- [77] D.K. Bowen, Brian K. Tanner: High Resolution X-Ray Diffractometry and Topography, Taylor & Francis, 2005.
- [78] B. K. Tanner: X-Ray Diffraction Topography, Pergamont Press, 1979.
- [79] Balaji Raghobhamachar, Govindhan Dhanaraj, Jie Bai, Michael Dudley: “Defect Analysis in Crystals Using X-Ray Topography”, Microscopy Research and Technique, 2006 Vol. 69, s. 343-358

- [80] Toru Mitsunaga: X-Ray Thin-Film Measurement Techniques, Rigaku Journal, 2009, vol. 25, s. 10-15
- [81] T. Tanakaa, Z.U. Rekb, Joe Wongc, M. Rowenb F.Z.: Crystal Growth of Monochromator-Grade YB66 Single Crystals as Guided by Topographic and Double-Crystal Diffraction Characterization”, Journal of Crystal Growth, 1998, vol. 192, s. 141-51
- [82] Julian Auleytner: „Rentgenowskie Metody Badania Mozaiki I Dyslokacji W Kryształach”, Państwowe Wydaw. Naukowe, 1964.
- [83] J. Auleytner, Acta Physica Polonica, vol. 17, 1958, s. 111
- [84] J. Auleytner, Acta Physica Polonica, vol. 18, 1959, s. 81
- [85] J. Auleytner, Festkörperphysik, Akademie-Verlag, Berlin, 1961, s. 134
- [86] B. D. Cullity, S. R. Stock: Elements of X-Ray Diffraction, Prentice Hall, 2001.
- [87] W. Bogdanowicz: Martensitic Transformation in  $\beta$ 1-CuZnAl Single Crystals Studied by X-ray Topography Method, Scripta Materialia, 1997 vol. 37, s. 829-835
- [88] Kirsten G. Lipetzky, Robert E. Green Jr., Paul J. Zombo: Development of X-Ray Diffraction Methods to Examine Single Crystal Turbine Blades, Nondestructive Characterization of Materials VIII, 1998, s. 423-430
- [89] W. Wierzchowski: Badania realnej struktury monokryształów i warstw epitaksjalnych z zastosowaniem promieniowania synchrotronowego i symulacji obrazów dyfrakcyjnych, Prace Instytutu Technologii Materiałów Elektronicznych, 1994.
- [90] T. Tanakaa, Z.U. Rekb, Joe Wongc, M. Rowenb: FZ Crystal Growth of Monochromator-Grade YB66 Single Crystals as Guided by Topographic and Double-Crystal Diffraction Characterization”, Journal of Crystal Growth, 1998, vol. 192, s. 141-51
- [91] W. Bogdanowicz: “Zastosowanie Metody Auleytnera do Badań Struktury Blokowej Dużych Monokryształów Metali”, Archiwum Nauki o Materiałach, 1989, vol. 10
- [92] W. Bogdanowicz: Martensitic Transformation in  $\beta$ 1-CuZnAl Single Crystals Studied by X-ray Topography Method, Scripta Materialia, 1997, vol. 37, s. 829-835

- [93] Arkadiusz Onyszko: Gamma Prime Crystal Lattice Orientation of Turbine Blades of the Single Crystal Nickel Based CMSX-4 Superalloy, *Solid State Phenomena*, 2013 vol. 203 – 204, s. 169-172
- [94] W. Bogdanowicz, R. Albrecht, K. Kubiak, G. Dercz, A. Hanc, J. Rak, B. Bierska-Piech, D. Stróż, J. Sieniawski, J. Lelątko: Struktura Monokrystalicznych Odlewów Nadstopów Niklu, *Polska metalurgia w latach 2011 - 2014*, Wyd. Naukowe "AKAPIT", Kraków 2014, s.947-960
- [95] W. Bogdanowicz, A. Onyszko, J. Rak, R. Albrecht, G. Dercz, A. Hanc, A. Nowotnik, D. Stróż, J. Lelątko: Characterization of As-Cast Single-Crystal CMSX-4 Superalloy Turbine Blades, *Solid State Phenomena*, 2013, vol. 203-204, s. 173-176
- [96] W. Bogdanowicz, R. Albrecht, A. Onyszko†, J. Sieniawski: Characterization of Single-Crystal Turbine Blades by X-Ray Diffraction Methods, *Solid State Phenomena*, Vol. 203-204, 2013, s. 63-66
- [97] A. Onyszko†, W. Bogdanowicz, K. Kubiak, J. Sieniawski: “X-ray Topography and Crystal Orientation Study of a Nickel-based CMSX-4 Superalloy Single Crystal, *Crystal Research and Technology*, 2010v vol. 45, s. 1326-1332
- [98] A. Onyszko†: X-Ray Topography Study of the Nickel Superalloy CMSX-4 Single Crystals, *Solid State Phenomena*, 2010. vol. 163, s. 260-263
- [99] Kubiak K., Onyszko A.†, Bogdanowicz W., Sieniawski J., Nowotnik A.: Influence of Manufacture Conditions on the Properties of CMSX-4 Single Crystal Castings, *Inżynieria Materiałowa XXXI*, 2010, s. 622-624
- [100] B. Nestler, H.-J. Kuhr, G. Hildebrandt, H. Bradaczek: Novel Use of a Commercial Goniometer for Sorting Round Quartz Blanks, *Meas. Sci. Technol.* 2, 1991, s. 528-531
- [101] H. Berger: X-ray Orientation Determination of Single Crystals by Means of the  $\Omega$ -Scan Method, *J. Phys. IV France* 118, 2004, s. 37-42
- [102] W. Bogdanowicz, R. Albrecht, J. Sieniawski, K. Kubiak, A. Onyszko: Correlation Between SEM And X-Ray Diffraction Imaging of Structure in Single-Crystal Ni-Based Superalloy, *Solid State Phenomena*, 2012, vol. 186, s. 135-138



- [103] Bogdanowicz, R. Albrecht, J. Sieniawski, K. Kubiak: „The Subgrain Structure in Turbine Blade Roots Of CMSX-4 Superalloy, *Journal of Crystal Growth*, 2014, vol. 401, s. 418-422
- [104] R. Albrecht, W. Bogdanowicz, J. Sieniawski, K. Kubiak:” Characterization of Casting Defects in The Single Crystal Turbine Blade Airfoil”, *Acta Physica Polonica A*, 2016, vol. 130, s. 1091-1093
- [105] B Morys B., Bradaczek H. and Hildebrandt G.: Improved  $\Omega$ -Scan for separate measurement of true ATcutting angles and X-miscutting angles for round quartz blanks, *Proc. 1994 IEEE International Frequency Control Symposium*, Boston, 1994, s. 237-240
- [106] Berger H., Bradaczek H., Bradaczek H.-A. and Hildebrandt G.: Application of the  $\Omega$ -Scan to the sorting of doubly rotated quartz blanks, *Proc. 1996 IEEE International Frequency Control Symposium*, Honolulu, Hawaii, 1996, s. 412-415,
- [107] H. Berger: *X-ray orientation determination of single crystals by means of the  $\Omega$ -Scan Method*, EFG International Berlin, Research Center, Dueppelstr. 13, Berlin, Germany, 2004
- [108] Berger H., Bradaczek H. and Hildebrandt G.: Improvements of the  $\Omega$ -Scan Method by eliminating systematic error, *Proc. 19 th Piezoelectric Devices Conference*, Kansas City, Electronic Industries Association, Arlington, VA, 1997
- [109] H. Berger, H.-A. Bradaczek, H. Bradaczek: “Omega-Scan – an X-ray Tool for the Characterization of Crystal Properties”, *J. Mat. Sci.: Mat. Electr.* 19, 2008, s. 351-355
- [110] R. Vincent, P. A. Midgley: *Double Conical Beam-Rocking System for Measurement of Integrated Electron Diffraction Intensities*, *Ultramicroscopy*, 1994, vol. 53, s. 271-282
- [111] Ryde, L.: *Application of EBSD To Analysis of Microstructure in Commercial Steels.*, *Materials Science and Technology*, 2006, vol. 22, s. 1297-1306
- [112] Marek Faryna: *Dyfrakcja Elektronów Wstecznie Rozproszonych w Skaningowym Mikroskopie Elektronowym*, Wydawnictwo AGH, Kraków, 2012

- [113] Tim Maitland and Scott Sitzman: Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples, Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications, Springer, 2007, s. 41-75
- [114] K. Harris et al.: Development of the Rhenium Containing Superalloys CMSX-4 & CM 186 LC for Single Crystal Blade and Directionally Solidified Vane Applications in Advances Turbine Engines, Seventh International Symposium of Superalloys, USA, 1992, s. 297-306
- [115] Völkl R., Glatzel U., Feller-Kniepmeier M.: “Measurement of The Lattice Misfit in The Single Crystal Nickel Based Superalloys CMSX-4, SRR99 And SC16 By Convergent Beam Electron Diffraction, Acta Materialia, 1998 vol. 46, s. 4395-4404
- [116] Joseph Goldstein,: Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: Third Edition”, Springer US, 2003
- [117] Louis-Victor de Broglie: On the Theory of Quanta, Paris, AFK, 2004
- [118] A. P. Pogany, P. S. Turner: Reciprocity in electron diffraction and microscopy, Acta Cryst, 1968, vol. A24, s. 103-109
- [119] Chao Zhang, Konstantin L. Firestein, Joseph F.S. Fernando, Dumindu Siriwardena, Joel E. von Treifeldt, Dmitri Golberg: Recent Progress of in situ Transmission Electron Microscopy for Energy Materials, Advanced Materials, 2020, vol. 32
- [120] Mats Eriksson: Quantification of EDS spectra, Bruker EDS User School [https://adk.elsevierpure.com/ws/portalfiles/portal/59225446/5\\_Quantification.pdf](https://adk.elsevierpure.com/ws/portalfiles/portal/59225446/5_Quantification.pdf) (data dostępu 12.06.2024)