

Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym

Modern material technologies in aerospace industry

Opracowanie technologii przetapiania stopów niklu z zastosowaniem modyfikowania nanocząstkami proszków Development of the technology of remelting nickel alloys with the use of nanopowder modifications

Politechnika Śląska, Politechnika Rzeszowska, Politechnika Warszawska

WPROWADZENIE

W pracy przeprowadzono ocenę wpływu modyfikacji powierzchniowej i objętościowej oraz podwójnej filtracji podczas zalewania form na podstawowe właściwości mechaniczne i trwałość w warunkach przyspieszonego pelzania odlewów wykonanych z odpadów poprodukcyjnych nadstopów niklu IN-713C i MAR-247. Analizowano warunki powstawania i wzrostu pęknięć w próbkach z uwzględnieniem stereologicznych cech makro- i mikrostruktury materiałów. Wykazano, że w warunkach wysokotemperaturowego pelzania w temperaturze 980°C przy naprężeniu $\sigma = 150\text{MPa}$ trwałość pelzaniowa nadstopu MAR-247 jest ponad dziesięciokrotnie większa od stopu IN-713C. W przypadku stopu IN-713C trwałość nieistotnie zależy od wielkości makroziarna. Natomiast wielkość makroziarna w sposób zasadniczy wpływa na czas do zerwania próbek ze stopu MAR-247. Trwałość próbek o strukturze gruboziarnistej była o ponad 20% większa od próbek z ziarnem rozdrobnionym.

INTRODUCTION

Impact of surface and volume modification and double filtration during pouring the moulds on basic mechanical properties and creep resistance of nickel superalloys IN-713C and MAR-247 in conditions of accelerated creep of castings made of post-production scrap of these alloys is evaluated in this paper. The conditions of initiation and propagation of cracks in the specimens were analysed with consideration of stereological properties of material macro- and microstructure. It has been proven that in the conditions of high-temperature creep at 980°C and at stress $\sigma = 150\text{MPa}$, creep resistance of superalloy MAR-247 is more than 10 times higher than the creep resistance of IN-713C alloy. In case of IN-713C alloy, the creep resistance negligibly depends on macrograin sizes. But, the macrograin size considerably affects the time to failure of specimens made of alloy MAR-247. Creep resistance of specimens made of coarse grain material was 20% higher than the resistance of fine grain materials.

Wyniki badań Results

EKSPERYMENTY

Celem badań było sprawdzenie wpływu sposobu modyfikowania (tylko objętościowego oraz łącznego powierzchniowego i objętościowego) na kształtowanie mikrostruktury i właściwości mechaniczne odlewów próbnych. Łączny zabieg modyfikowania powierzchniowego i objętościowego wymaga umieszczenia w zbiorniku wlewowym dodatkowego filtra, zawierającego glinian kobaltu i dodatki aktywnych składników. Dodatkowym efektem rozwiązania jest podwójna filtracja stopu. Badania prowadzono dla stopów niklu IN-713C i MAR-247 (odpady poprodukcyjne). Wytopy prowadzono w indukcyjnym piecu próżniowym Leybold-Heraeus, w atmosferze ochronnej argonu. Formy, ocieplone watą izolacyjną, przed umieszczeniem w komorze pieca podgrzewano w elektrycznym piecu oporowym do temperatury 1000°C. Temperatura odlewania wynosiła 1500°C.

Wykonano 6 eksperymentów:

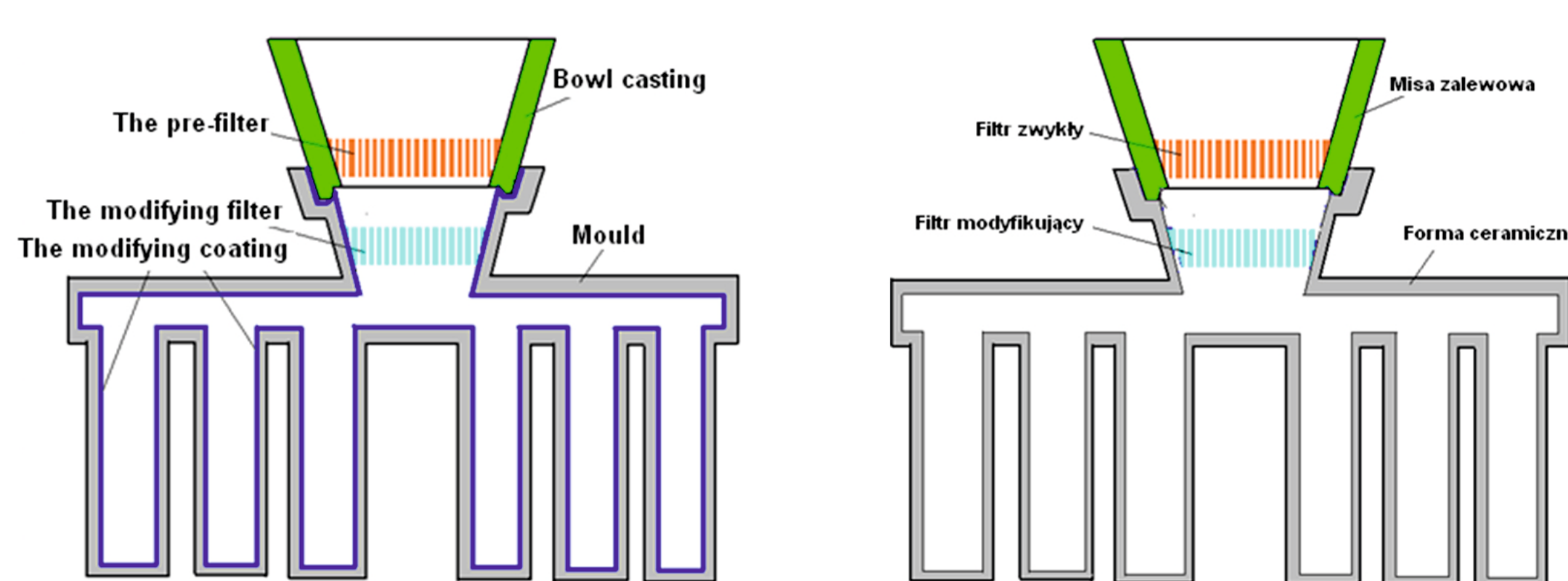
1. Wytop IN-713C (1) (N, N), (forma niebieska, filtr niebieski - modyfikujący)
2. Wytop IN-713C (1) (B, N), (forma biała, filtr niebieski - modyfikujący)
3. Wytop MAR-247 (N, N), (forma niebieska, filtr niebieski - modyfikujący)
4. Wytop MAR-247 (B, N), (forma biała, filtr niebieski - modyfikujący)
5. Wytop IN-713C (2) (N, B), (forma niebieska, filtr biały - zwykły)
6. Wytop IN-713C (2) (B, B), (forma niebieska, filtr biały - zwykły)

EXPERIMENTS

The aim of the conducted studies was to examine what impact the modification technique (bulk modification alone or combined surface and bulk modification) will have on the formation of microstructure and mechanical properties in pilot castings. The combined surface and bulk treatment requires the presence of an additional filter placed in the pouring basin. The filter contains cobalt aluminate and additives of active elements. An additional effect of this solution is the double filtration of alloy. Studies were conducted on an IN-713C nickel alloy and MAR-247 superalloy (post-production waste). Melting was carried out in a vacuum induction furnace, model IS 5/III, made by Leybold-Heraeus, using argon as a protective gas atmosphere. Moulds with wool insulation were preheated in an electric resistance furnace to 1000°C before placing them in the furnace chamber. The pouring temperature was 1500°C. Six experiments were carried out:

1. Melt IN-713C (1) (N, N), (a form of blue, blue filter - modifying)
2. Melt IN-713C (1) (B, N), (a form of white, blue filter - modifying)
3. Melt MAR-247 (N, N), (a form of blue, blue filter - modifying)
4. Melt MAR-247 (B, N), (a form of white, blue filter - modifying)
5. Melt IN-713C (2) (N, B), (a form of blue, white filter - regular)
6. Melt IN-713C (2) (B, B), (a form of white, white filter - regular)

FORMY CERAMICZNE I ODLEWY CERAMIC MOULD and CASTINGS

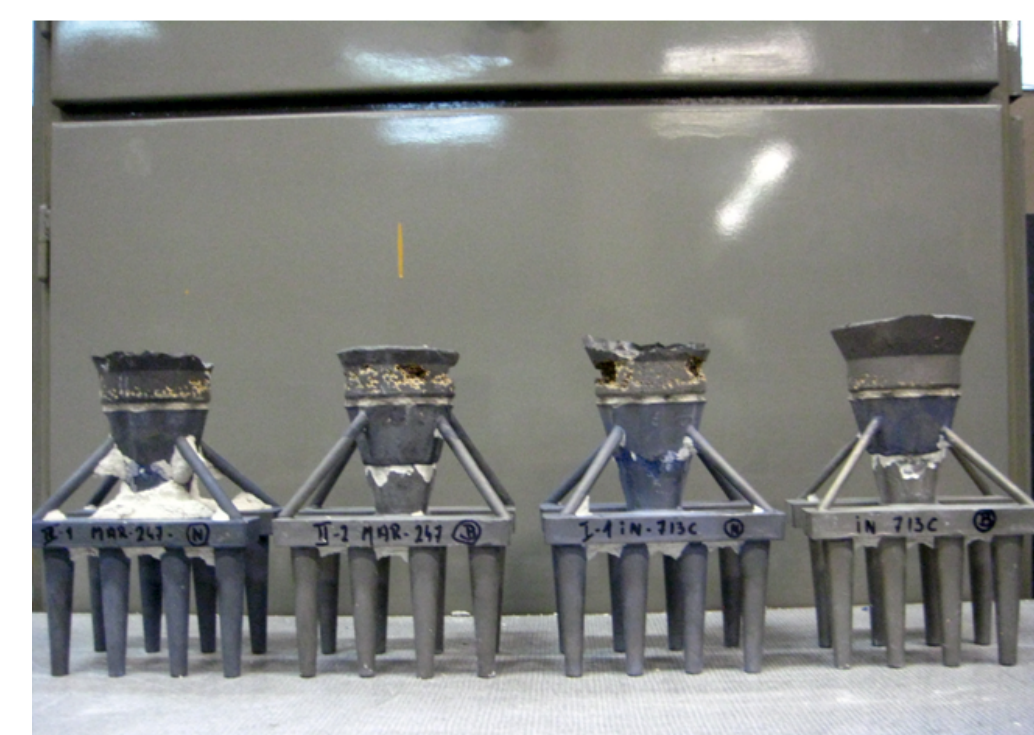


Rysunek. Schemat formy ceramicznej (N, N)
Figure. Schematic of the ceramic mould (B, B)

Rysunek. Schemat formy ceramicznej (B, N)
Figure. Schematic of the ceramic mould (W, B)



Rysunek. Forma niebieska i biała po ociepleniu
Figure. Moulds blue and white after insulation

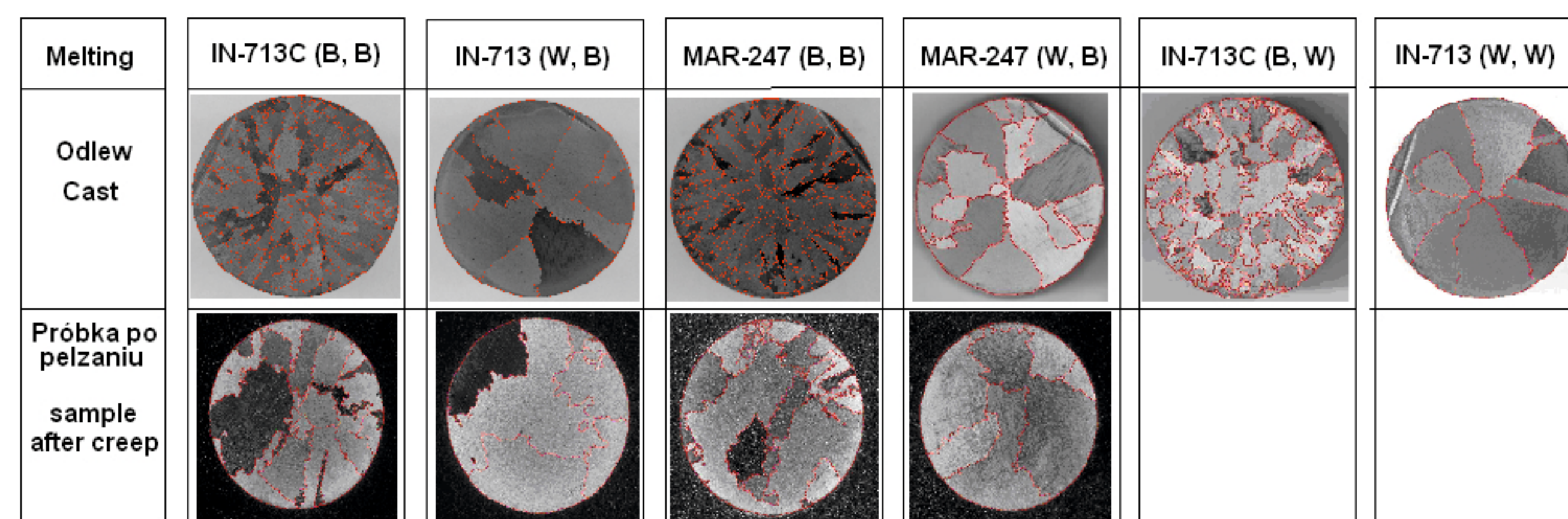


Rysunek. Odlewy
Figure. Castings

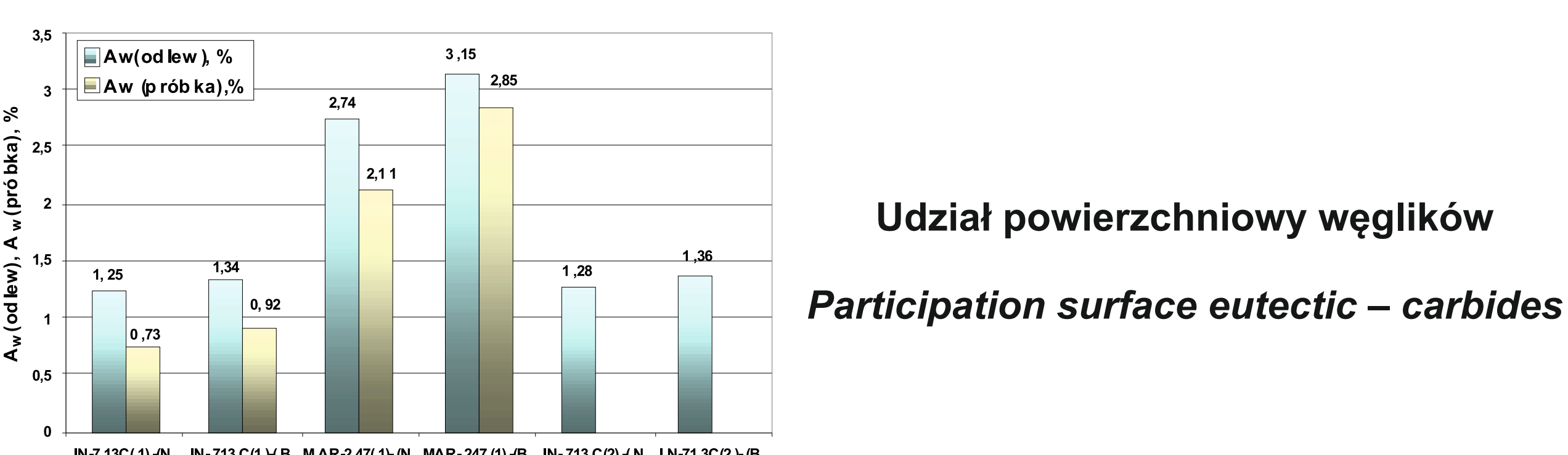
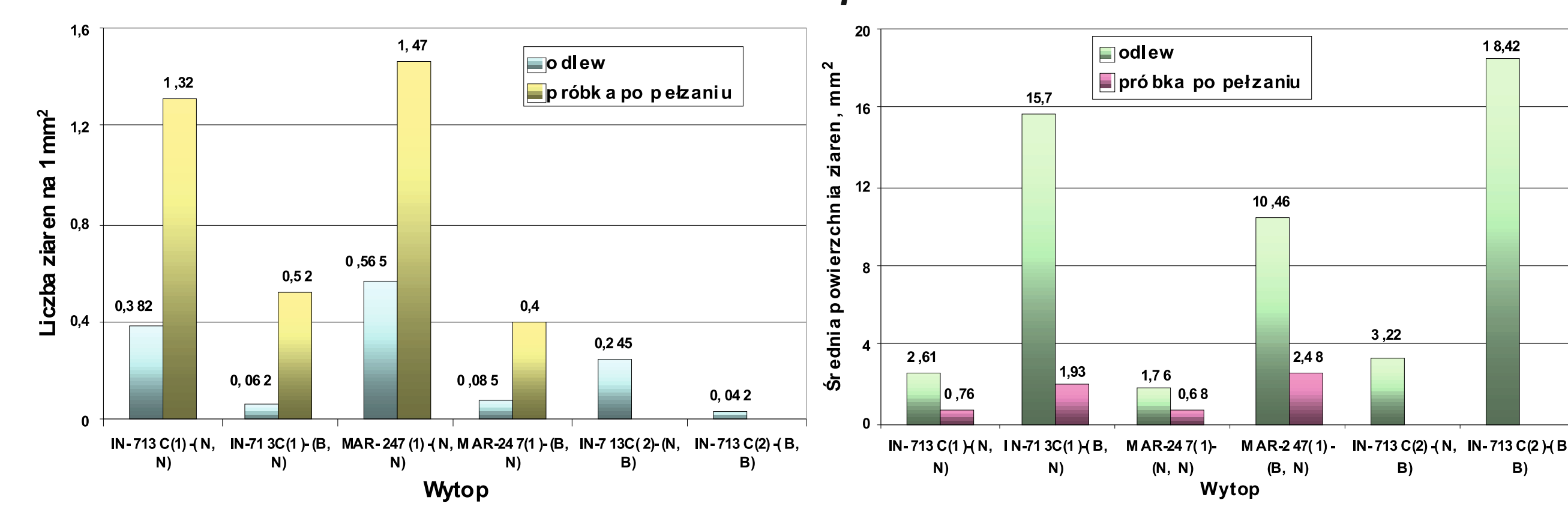
SKŁAD CHEMICZNY POSZCZEGÓLNYCH WYTOPÓW CHEMICAL COMPOSITION OF THE MELTS

Wytop Melt	Zawartość % masowy												
	Cr	Mo	Co	Ti	Al	Nb	W	C	Hf	Ta	Si	Zr	Ni
IN-713C (1) (N,N)	13,0	5,76	0,045	0,99	5,91	3,01	0,04	0,085	0,02	0,05	0,006	0,06	71,5
IN-713C (1) (B,N)	12,8	4,45	0,076	1,01	5,87	2,78	0,02	0,052	0,02	0,05	0,009	0,05	72,7
MAR-247 (N,N)	9,05	0,78	9,48	1,12	5,52	0,12	11,2	0,112	1,18	3,78	0,08	0,04	57,3
MAR-247 (B,N)	9,02	0,62	10,3	1,16	5,43	0,03	11,7	0,114	1,27	3,9	0,095	0,04	56
IN-713C (2) (N,B)	12,1	4,07	0,233	1,1	5,5	2,60	0,02	0,098	0,02	0,05	0,011	0,06	74
IN-713C (2) (B,B)	12,2	4,09	0,086	1,1	5,53	2,55	0,03	0,075	0,02	0,05	0,025	0,06	74

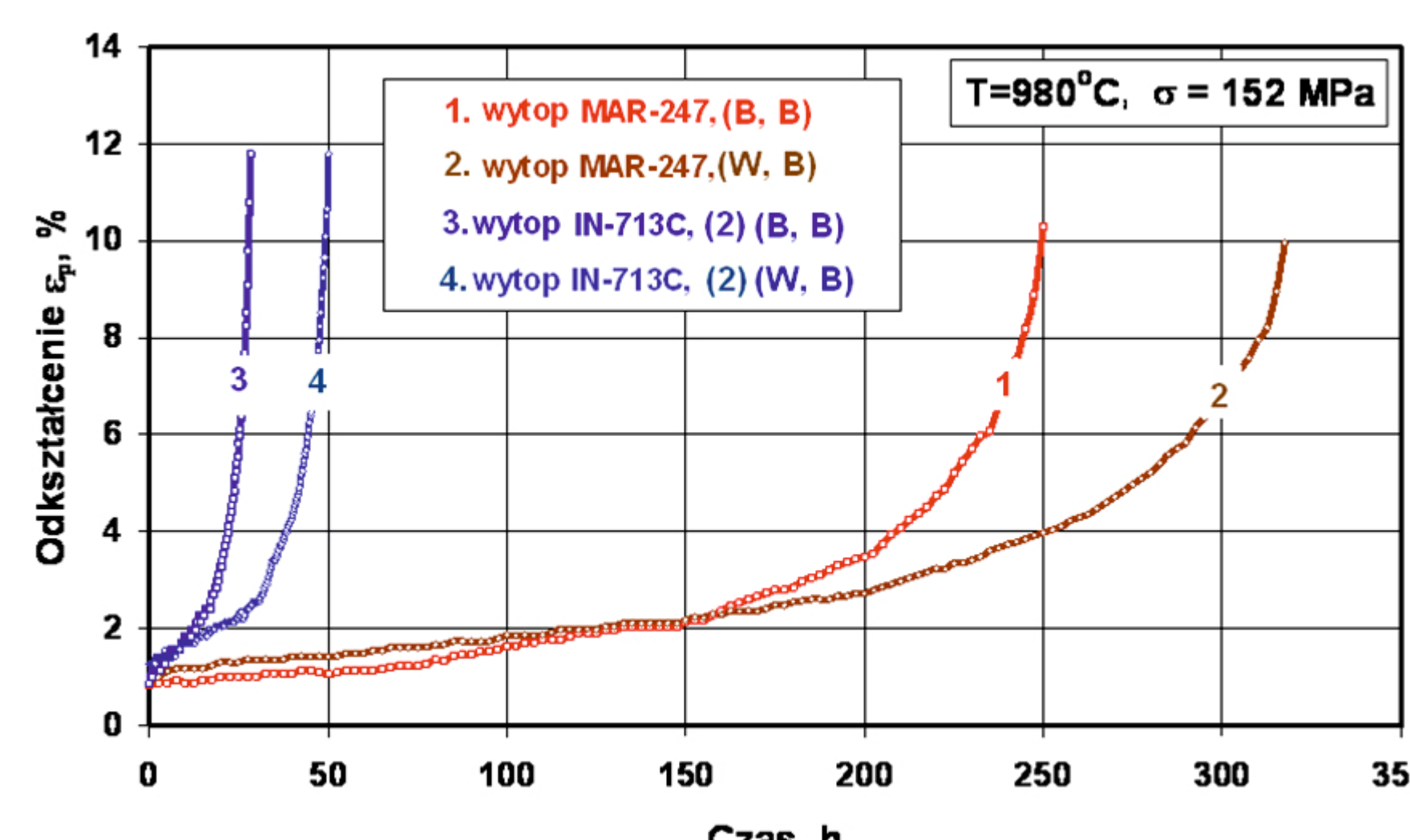
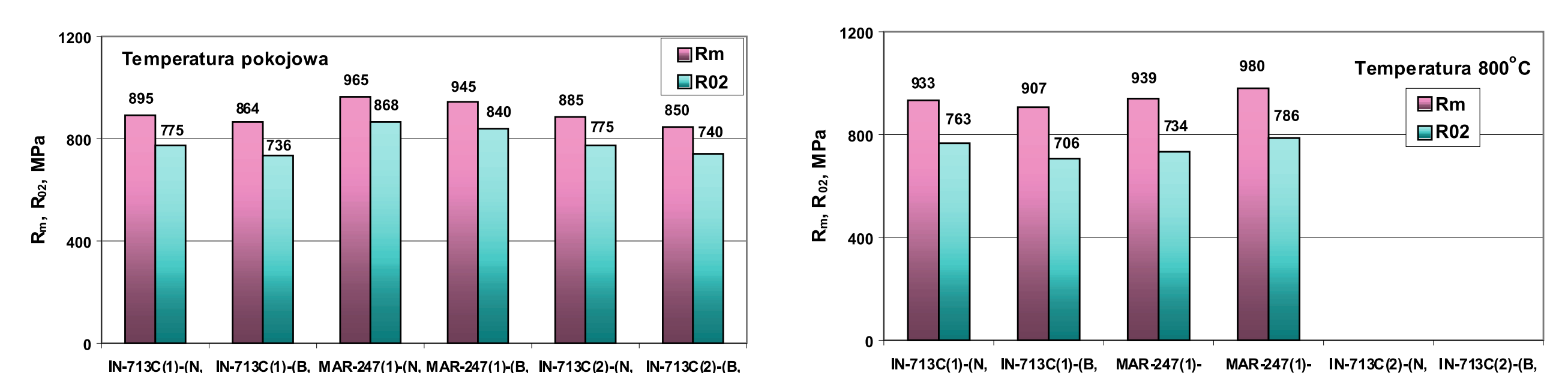
MAKROSTRUKTURA-PRZEKRÓJ POPRZECZNY MACROSTRUCTURE-CROSS SECTION



Wybrane cechy stereologiczne makrostruktury odlewów i próbek po pelzaniu Selected characteristics of stereological macrostructure of the cast and sample after creep



Właściwości mechaniczne Mechanical properties

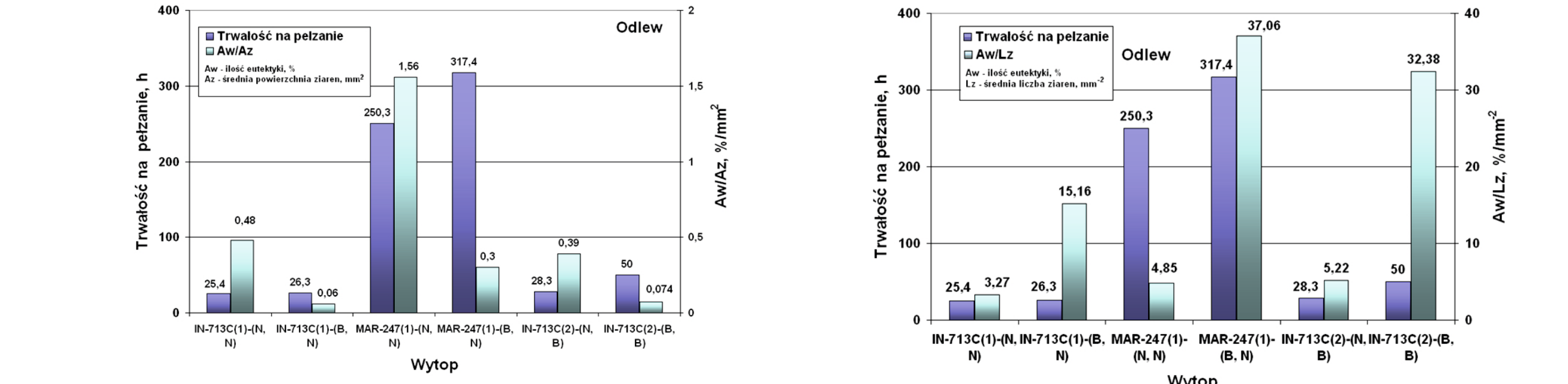


Wyniki odporności na wysokotemperaturowe pelzanie The results of high-temperature creep resistance

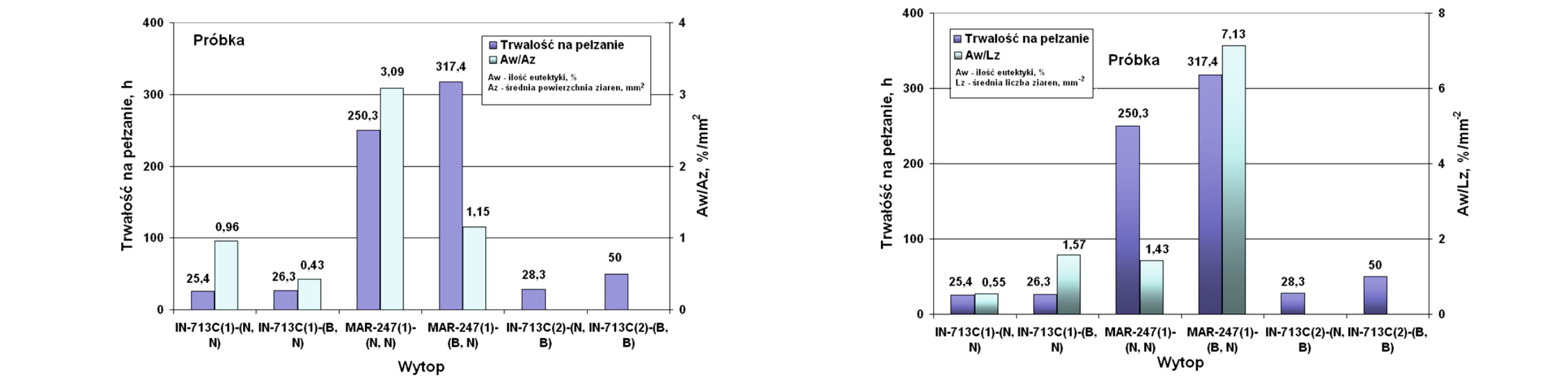
Większa trwałość pelzaniowa stopu MAR-247 w porównaniu z IN-713 wynikała także z bardzo wysokiej stabilności fazy γ' (odporności na szybki rozrost i koagulację ziaren) zaobserwowanej w warunkach zrealizowanych próbek pelzania. Dodatki stopowe rozpuszczone w osnowie nadstopu MAR-247 (Co, W, Mo, Cr, Ta, Hf) poprzez umocnienie fazy γ' osłabiający wpływ na dyfuzyjne procesy objętościowe w wysokiej temperaturze.

Higher creep resistance of MAR-247 alloy than the resistance of IN-713 alloy was also a result of very high stability of the phase γ' (resistance to high growth and coagulation, Figures 3 and 4) observed in conditions of conducted creep tests. Alloy additives dissolved in the matrix of superalloy MAR-247 (Co, W, Mo, Cr, Ta, Hf), by strengthening of the phase γ' and mitigation of impact on diffusion-type volume processes at high temperature.

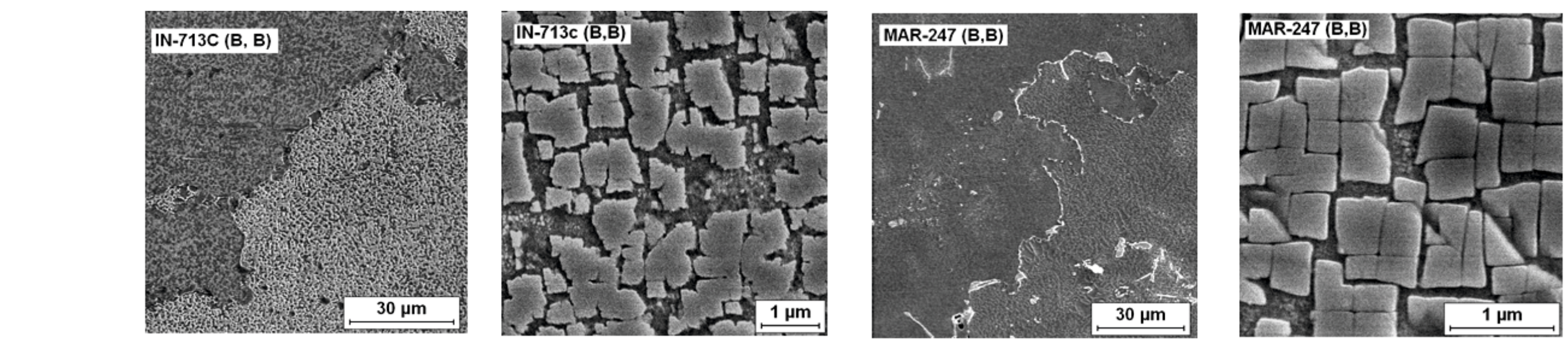
Porównanie wyników odporności (trwałości) na pelzanie z e wskaźnikiem Aw/Az - Wyniki dla odlewów Comparison of the results of resistance (durability) with the rate Aw/Az - Results for the cast



Porównanie wyników odporności (trwałości) na pelzanie z e wskaźnikiem Aw/Lz - Wyniki dla próbki po próbie pelzania Comparison of the results of resistance (durability) with the rate Aw/Lz - Results for the sample after creep test

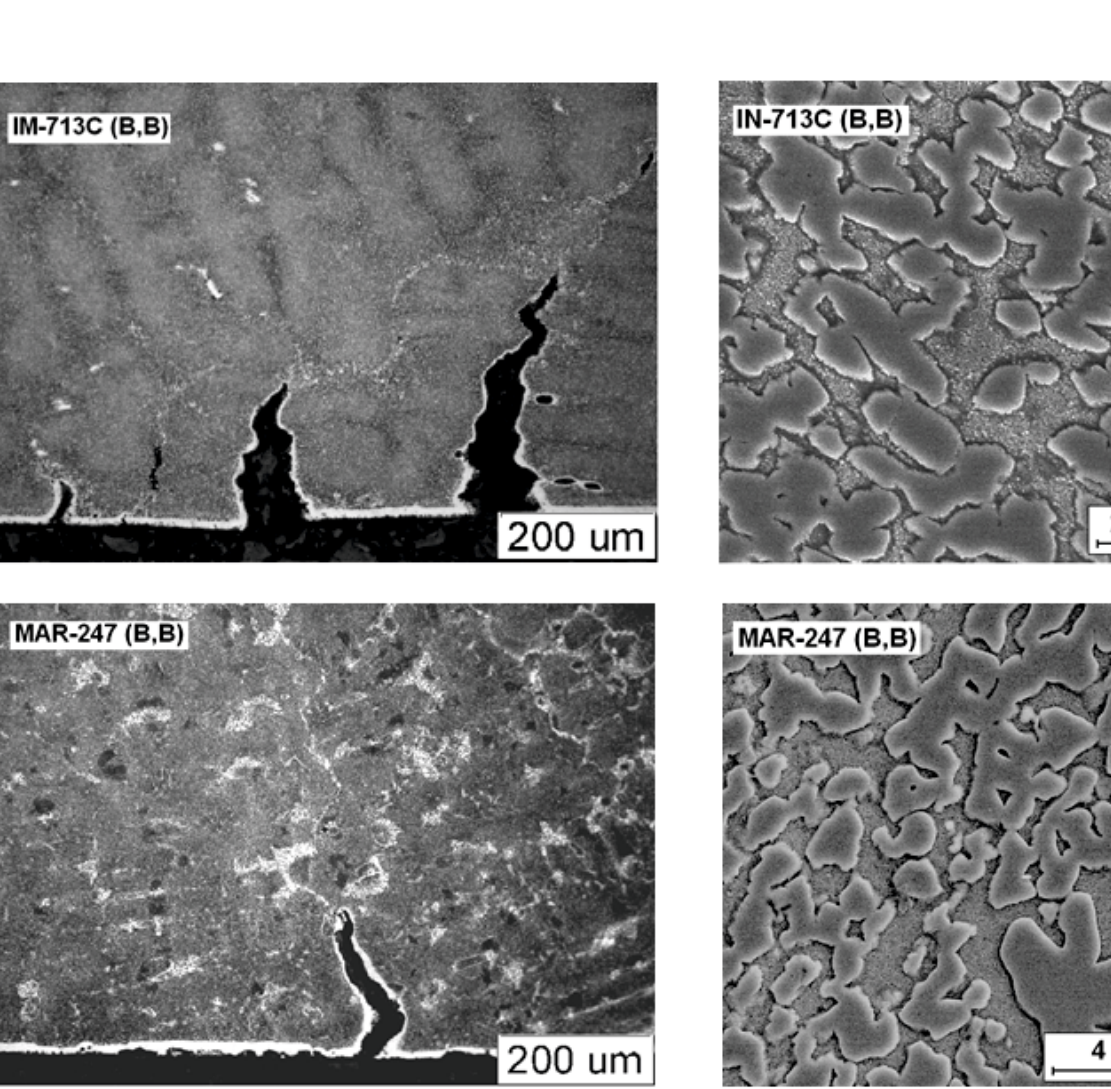


Mikrostruktura odlewów Microstructure of the cast



Mikrostruktura próbki po pelzaniu Microstructure of the sample after creep test

Microstructure of the sample after creep test



W warunkach pelzania na powierzchni próbek powstała warstwa złożonych tenków w skład których wchodziły Cr, Al, Ti. Natomiast w obszarach podpowierzchniowych zachodziło rozpuszczanie fazy γ' w osnowie stopu, wskutek obniżenia koncentracji pierwiastków tworzących fazę tlenkową. W kolejnych etapach procesu pelzania w tej strefie o niższych właściwościach mechanicznych przebiegał proces inicjowania pęknięcia, którego konsekwencją był wzrost pęknięć wzdłuż granic makroziarni w efekcie rozerwania próbki.

After creep process demonstrated that a thin layer of complex oxides comprising Cr, Al and Ti was formed on specimen surface in creep conditions. On the other hand, reduced content of elements forming oxide phase in sub-surface area caused dissolution of the phase γ' in alloy matrix. In subsequent stages of creep process, crack initiation process was running in the area of lower mechanical properties, consequence of which was propagation of cracks along macrograin boundaries and finally, the specimen failure.

Wnioski Conclusions

1. W przypadku stopu IN-713C konsekwencją modyfikacji objętościowej i powierzchniowej, wskutek rozdrobnienia ziarna było podwyższenie (o ok. 7,5%) granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie (o ok. 3-15%), zarówno w temperaturze pokojowej jak i 800°C. Natomiast stop MAR-247 przeciwnie, po modyfikacji objętościowej i powierzchniowej wskutek rozdrobnienia makroziarna charakteryzowały niższe właściwości wytrzymałościowe. Efekt ten był szczególnie widoczny w temperaturze 800°C. Ponadto w temperaturze 800°C obydwa nadstopy o strukturze gruboziarnistej wykazywały większą (od 4 do 13%) od określonej w temperaturze pokojowej wytrzymałość na rozciąganie (Rm).
2. Analizując procesy odkształcania zachodzące w warunkach badań nadstopu MAR-247 i IN-713C można założyć, że w zadanych warunkach badań (temperatura 980°C, naprężenie 150MPa) o trwałości stopów decydował mechanizm odkształcania dyslokacyjnego. Poślizg wzdłuż granic ziaren warunkował procesy powstawania i wzrostu pęknięć. W tym przypadku czynnikiem decydującym o trwałości danego nadstopu jest stosunek udziału powierzchniowego eutektyki (węglików) do średniej powierzchni ziarna (Aw/Az) i średniej ilości ziaren na mm² (Aw/Lz). Większej wartości wskaźnika Aw/Lz oraz mniejsza wskaźnika Aw/Az odpowiadała większa trwałość materiału w próbie pelzania. Zależność ta jest szczególnie widoczna dla wyników próbek po pelzaniu.

W zrealizowanych próbach pelzanie dyfuzyjne po granicach ziaren determinuje prędkość pelzania ustalonego V_u . Jednakże w badanych nadstopach większe o kilka procent wartości V_u odnotowano w stopach o mikrostrukturze drobnziarnistej.

1. In case of IN-713C alloy, volume and surface modification caused increase of yield point and tensile strength by approx. 7.5% and approx. 3-15%, respectively as a result of grain size reduction for both, room temperature and 800°C. Contrary to the foregoing, the strength values of MAR-247 alloy after volume and surface modification were lower as a result of macrograin size reduction. This effect was particularly noticeable at 800°C. Moreover, both superalloys of coarse grain structure had tensile strength (Rm) at 800°C higher by 4-13% than their respective tensile strength determined at the room temperature.
2. When analysing the deformation processes occurring in the test conditions of superalloys MAR-247 and IN-713C, the assumption may be made that in the given test conditions (temperature 980°C, tension 150 MPa) dislocation mechanism of deformation determined the creep resistance of the alloys. Slip along grain boundaries controlled crack initiation and propagation processes. In this case, the durability factor is the ratio of the share of superalloy surface eutectic (carbides) to the average of the grain (Aw / Az) and the average number of grains per mm² (Aw / Lz). Greater value ratio Aw / Lz and a smaller ratio Aw / Az corresponds to the greater durability of the material in a creep test. This relationship is particularly evident for the results of the creep samples.

Diffusion creep along the grain boundaries, which determines the steady-state creep rate V_u , was less noticeable in the conducted creep tests. Nevertheless, the tested superalloys of fine grain microstructure showed higher V_u values (by few percent).

Wskaźniki realizacji celów projektu Indicators of the project

Publikacje

1. Binczyk F., Gradoń P., Mańka M.: **Mechanical properties and creep resistance of nickel alloys after complex modification and double filtration**, Archives of Foundry Engineering, vol.12, Issue 2, 2012, pp.5-9.
2. Binczyk F.: **Evaluation of metallurgical quality of master heat IN-713C nickel alloy ingots** Archives of Foundry Engineering, vol.12, Issue 4, 2012, pp. 5-11.
3. Cieśla M., Mańka M., Binczyk F.: **Impact of surface and volume modification of nickel superalloys IN-713C and MAR-247 on high temperature creep resistance**, Archives of Foundry Engineering, vol.12, Issue 4, 2012, pp. 17-25.

Referaty

1. F. Binczyk, **Właściwości mechaniczne i odporność na pelzanie stopów niklu po kompleksowej modyfikacji i podwójnej filtracji**, XII Międzynarodowa Konferencja Naukowa „Optymalizacja Systemów Produkcyjnych w Odlewniach”, Łódź, 18-20. 06.
2. F. Binczyk, **Ocena jakości metalurgicznej wlewków wsadowych („master heat”) ze stopów niklu i kobaltu**, 53 Międzynarodowa Konferencja Naukowa Krzepnięcie i Krystalizacja Metali - 2012 Kielce 24.09-26.09 2012
3. M. Cieśla, **Analiza procesów pęknięcia w warunkach wysokotemperaturowego pelzania próbek ze stopu IN-713C i MAR-247**, 53 Międzynarodowa Konferencja Naukowa Krzepnięcie i Krystalizacja Metali - 2012
3. F. Binczyk, **Zastosowanie analizy termicznej ATD dla oceny jakości metalurgicznej wlewków „master heat” ze stopów niklu IN-713C i MAR-247**, Seminarium Wydziałowe (Katedra Technologii Materiałów), Politechnika Śląska, Katowice, 09. 2012r.

Prace mgr, dr, hab.

- Prace magisterskie ukończone:
- Wit Piotr: **Wpływ kompleksowej modyfikacji i podwójnej filtracji na mikrostrukturę, właściwości mechaniczne i odporność na pelzanie wybranych stopów niklu**: Promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk, obrona czerwiec/lipiec 2012.

Prace magisterskie planowane

- Analiza termiczna ATD jako narzędzie oceny jakości metalurgicznej odlewów i wlewków wsadowych ze stopów niklu : promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
- Opracowanie próby technologicznej oceny lejności i skurczu stopów niklu odlewanych w warunkach próżni w piecu indukcyjnym: promotor prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
- Analiza procesów pęknięcia w warunkach pelzania nadstopów niklu IN713C i MAR-247: promotor dr hab. inż. Marek Cieśla

Prace doktorskie:

- Paweł Gradoń: **Procesy fizykochemiczne w układzie forma- modyfikator-ciekły stop, kształtujące makro- i mikrostrukturę wybranych nadstopów niklu**. (Physic and-chemical processes in the system form-modifier-liquid alloy, shaping the macro-and microstructure of selected nickel superalloys). Przewód otwarty 15. 11. 2011, planowana obrona 04. 2012.
- W przygotowaniu (In preparation):
- Marcin Manka: **Procesy pęknięcia w warunkach wysokotemperaturowego pelzania nadstopów niklu IN-713C i MAR-247 otrzymywanych w wyniku filtracji i modyfikacji odpadów poprodukcyjnych**. Przewidywany termin otwarcia przewodu: 12. 2012r.
- Rafał Findziński (doktorant-1 rok): **wstępne prace do otwarcia przewodu doktorskiego, w zakresie określenia właściwości odlewniczych (lejności, skurcz itd.) oraz właściwości fizycznych nadstopów niklu**.