

Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym

Modern material technologies in aerospace industry

Materiały lotnicze o zaawansowanej strukturze (monokryształ, krystalizacja kierunkowa)

Aeronautical materials of advanced structure (monocrystal, directional crystallization)

Politechnika Rzeszowska, Politechnika Śląska, Politechnika Warszawska, Uniwersytet Rzeszowski

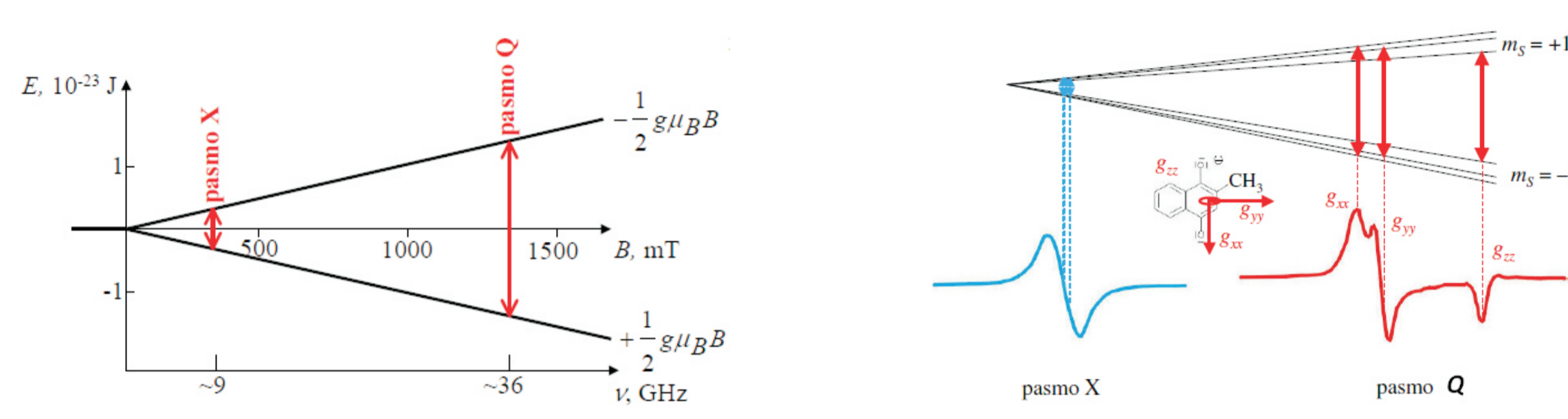
Wyniki badań Results

Materiał do badań

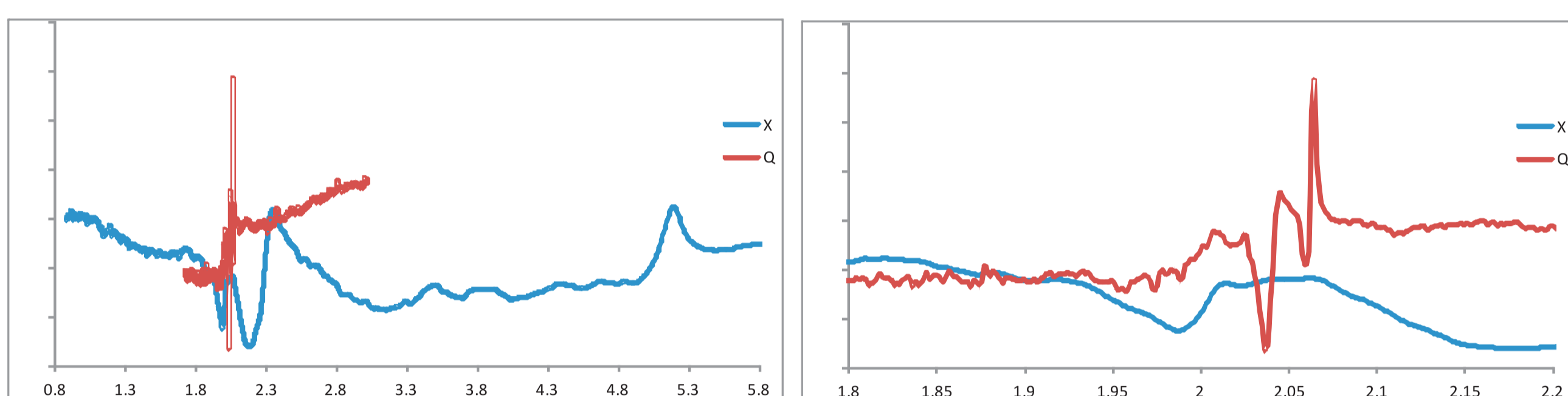
Metodą EPR badano proszki stosowane na rdzenie i formy ceramiczne takie jak: Al_2O_3 , Imerys i mullit o różnej wielkości ziaren oraz pochodzące z różnych partii i od różnych dostawców w paśmie X oraz Q. Z każdej partii wybrano po 4 próbki o masie 0,02g do pomiarów w paśmie X oraz około 0,001 g dla pasma Q. Badano także rdzenie ceramiczne otrzymane metodą wtrysku wysokociśnieniowego. Do pomiarów zastosowano pasmo Q które ze względu na większe rozczepienie poziomów i związany z tym większy kwant energii ($\nu \sim 34$ GHz) w efekcie umożliwia zwiększenie rozdzielczości widma EPR.

Material for investigations

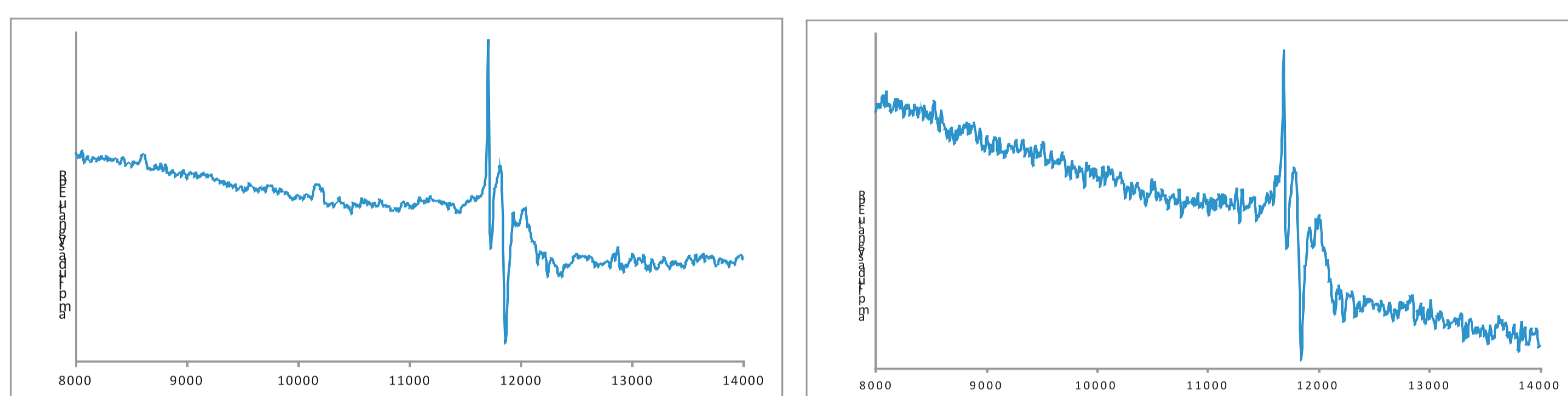
Powders used to the cores and ceramics form such as Al_2O_3 , Imerys and mullite grains of different sizes and from various parties and from various suppliers was studied by EPR method in the X and Q band. With each batch of samples after 4 were selected weighing 0.02 g for measuring in the X-band and about 0,001 g for a Q-band. Ceramic cores obtained by the high-pressure injection was also studied. For the measurement Q band is used due to higher levels of splitting, and the consequent higher energy quantum ($\nu \sim 34$ GHz) as a result allows to increase the resolution of EPR spectra.



Rys. 1. Schemat rozszczepienia poziomów energetycznych dla pasm X i Q
Fig 1. Schematic splitting of energy levels for X and Q-band

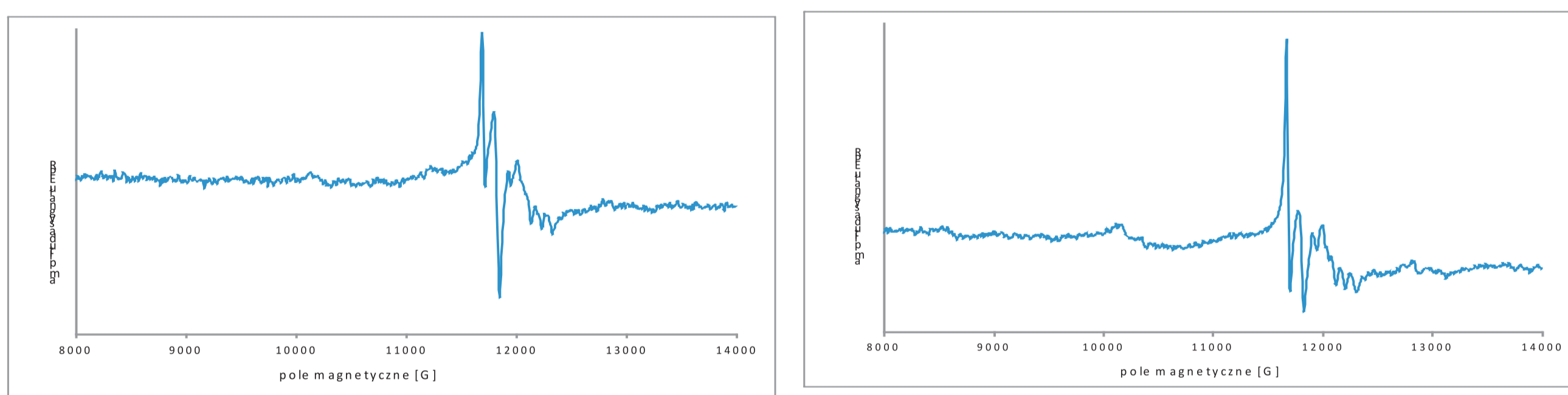


Rys. 2. Widma EPR proszku Al_2O_3 (200) w temperaturze pokojowej w paśmie X i Q w funkcji czynnika g.
Fig 2. EPR spectra of Al_2O_3 (200) powder at room temperature for X and Q-band of g-factor function.

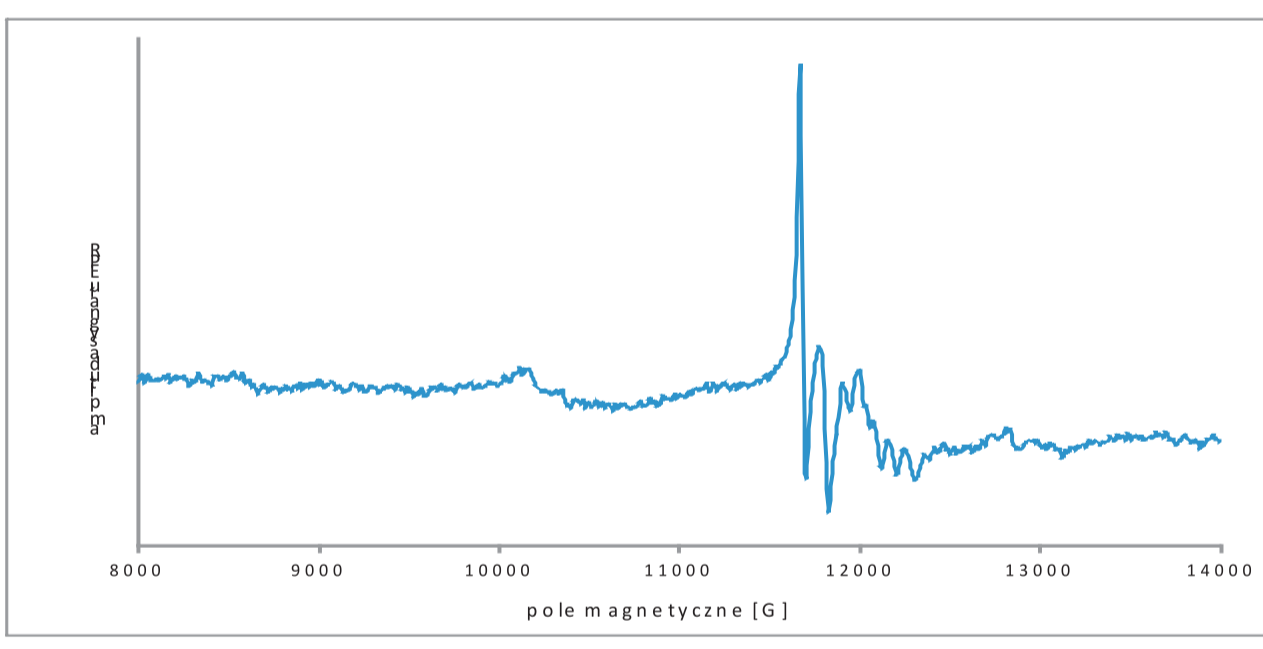


Rys. 3. Widma EPR proszku Al_2O_3 (200) w temperaturze pokojowej w paśmie Q.
Fig 3. EPR spectra of Al_2O_3 (200) powder at room temperature in the Q-band.

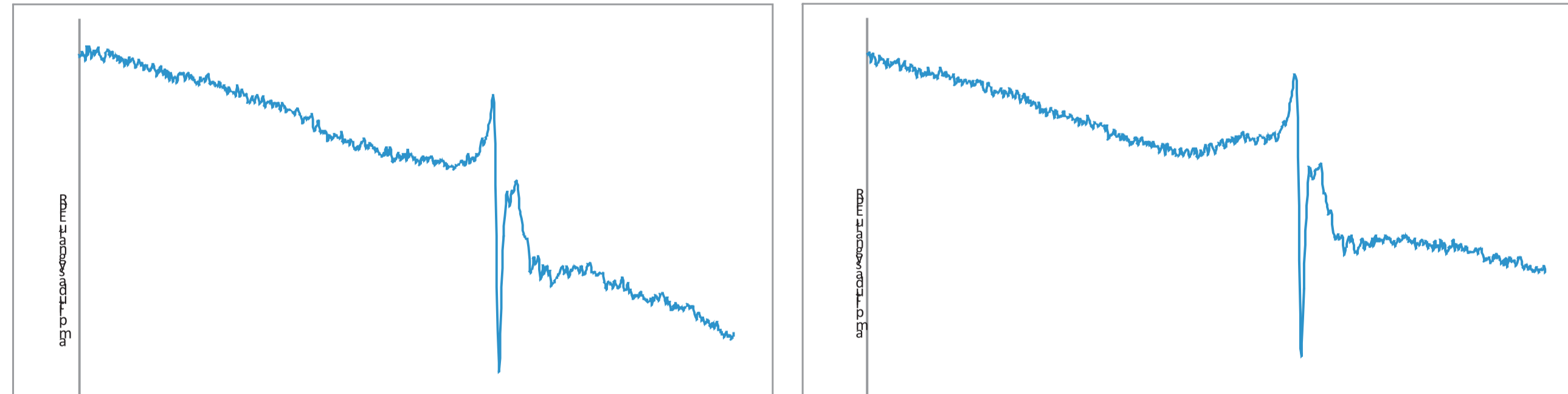
Rys. 4. Widma EPR proszku Al_2O_3 (325) w temperaturze pokojowej w paśmie Q.
Fig 4. EPR spectra of Al_2O_3 (325) powder at room temperature in the Q-band.



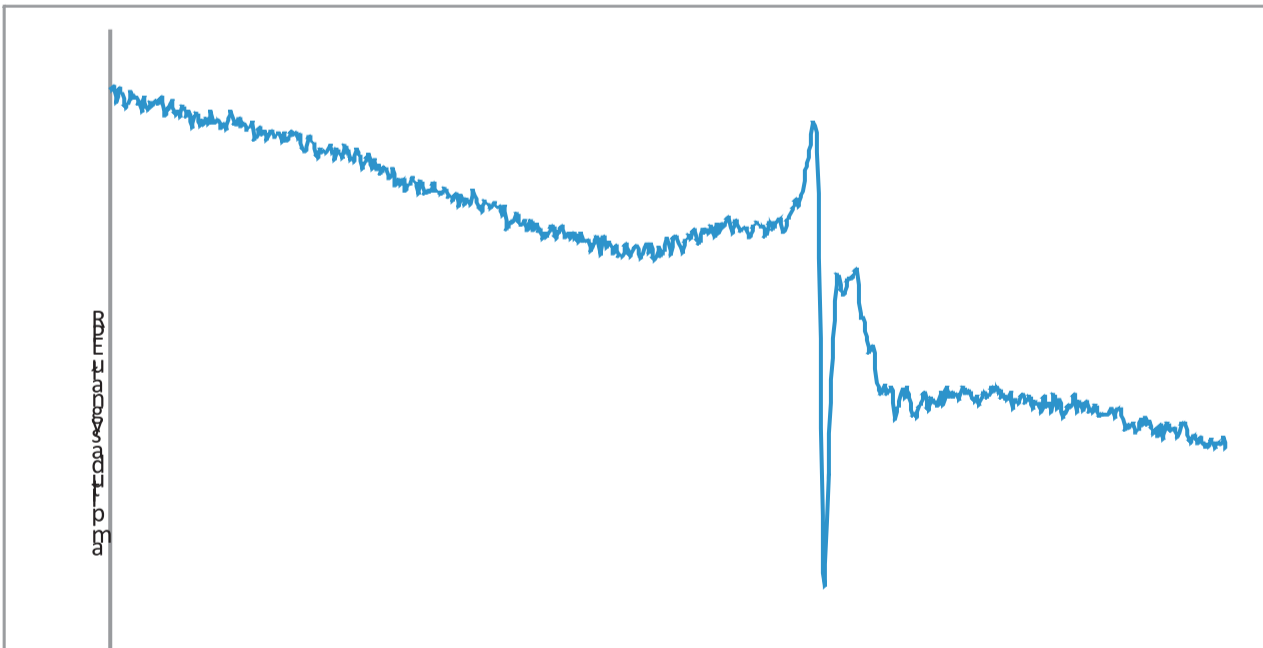
Rys. 5. Widma EPR proszku Al_2O_3 (0-30) w temperaturze pokojowej w paśmie Q.
Fig 5. EPR spectra of Al_2O_3 (0-30) powder at room temperature in the Q-band.



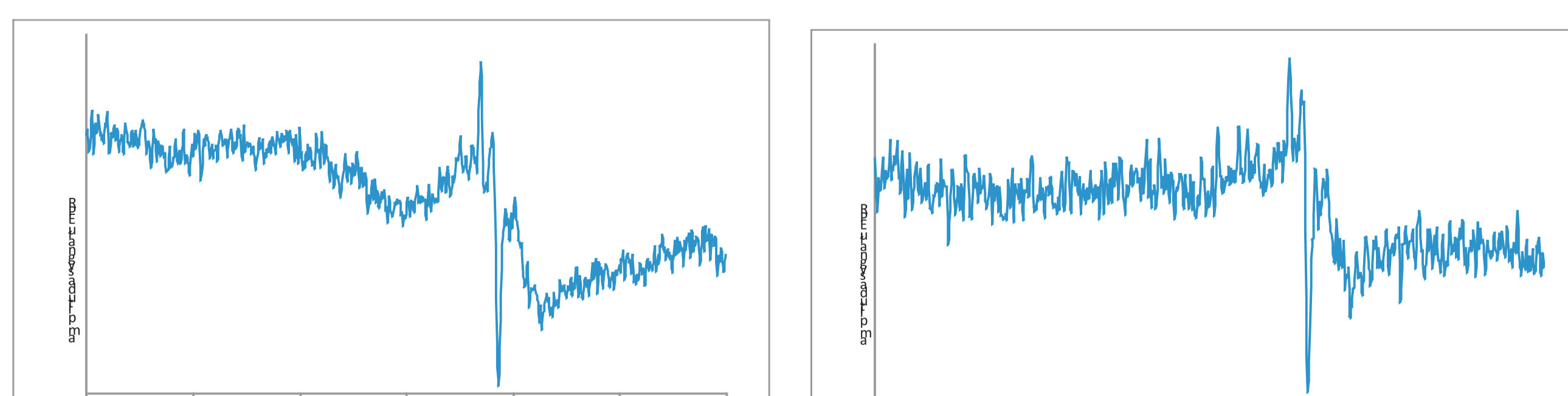
Rys. 6. Widma EPR imerysu (0-30) w temperaturze pokojowej w paśmie Q.
Fig 6. EPR spectra of imerys (0-30) powder at room temperature in the Q-band.



Rys. 7. Widma EPR dla mullitu 0.07
Fig 7. EPR spectra for mullites 0.07



Rys. 8. Widma EPR dla mullitu 0.12
Fig 8. EPR spectra for mullites 0.12



Rys. 9. Widma EPR dla rdzenia ceramicznego (II)
Fig 9. EPR spectra for ceramic cores (II)

Rys. 9. Widma EPR dla rdzenia ceramicznego (III)
Fig 9. EPR spectra for ceramic cores (III)

Wnioski Conclusions

Przeprowadzono identyfikację centrów paramagnetycznych występujących w badanych materiałach uwzględniając położenie i kształt linii EPR dla obu pasm X i Q. Dokonano korelacji wyników EPR dla pasm X i Q w wyniku której uzyskano bardzo dużą zgodność w określaniu zawartości różnych faz i pierwiastków dla różnych proszków. Z powodu wzrostu rozdzielczości w paśmie Q możliwa jest znacznie dokładniejsza analiza ilościowa i jakościowa zawartości badanych domieszek.

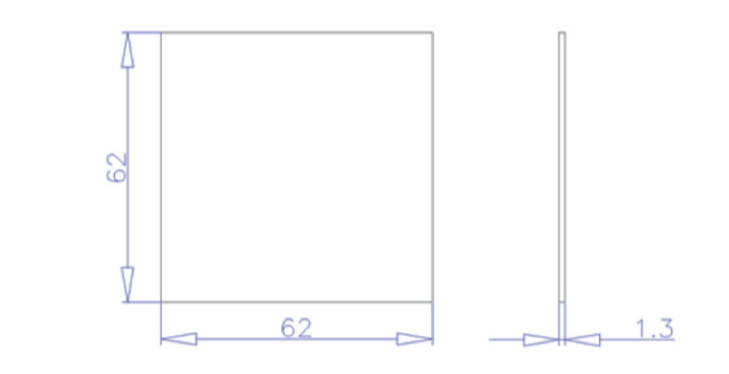
The identification of paramagnetic centers present in the examined materials taking into account the position and shape of the EPR for both X and Q bands were performed. The correlation of results for the X-band EPR and Q were made, which resulted in a very good agreement in defining the content of the different phases and elements for different powders. Due to of the increased resolution Q-band much more accurate quantitative and qualitative analysis of the examined contents of additives can be made.

Wyniki badań Results

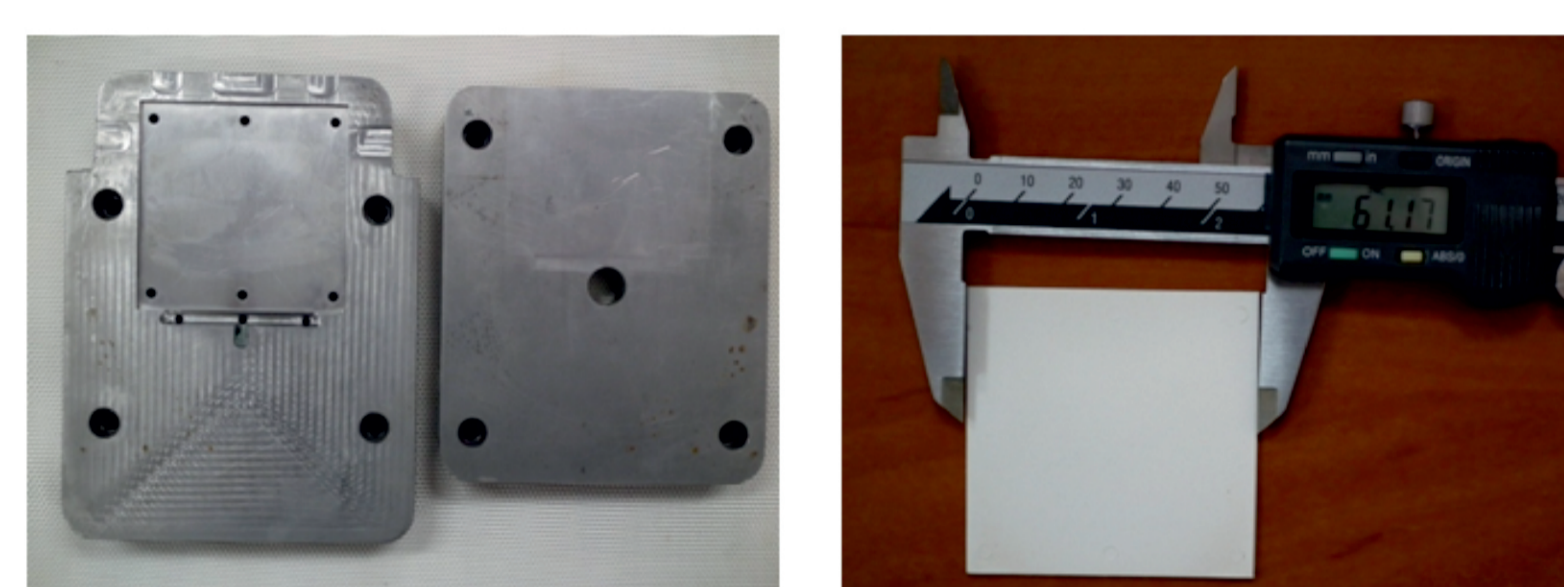
Wytwarzanie i badania warstw ceramicznych na powierzchni cienkościennych, odlewniczych rdzeni ceramicznych

Skład masy na rdzenie ceramiczne wytwarzane metodą wtrysku wysokociśnieniowego:

SiO_2 (120 mesh) – 37,5% mas.
 SiO_2 (mielony) – 37,5% mas.
 $ZrSiO_4$ (300 mesh) – 13% mas.
 Al_2O_3 (325 mesh) – 12% mas.
SILPLAST



Rys. 5. Płaski cienkościenny rdzeń ceramiczny
Fig 5. Flat thin-walled ceramic core



Rys. 6. Forma do wtrysku ciśnieniowego a), rdzeń wypalony w temperaturze 1250°C b).
Fig 6. The mold for injection technique (a), the core baked at 1250°C (b).

Na rdzeniach nanoszono cienkie warstwy ceramiczne z komercyjnego proszku dwutlenku cyrkonu z granulatu japońskiej firmy TOSOH. Warstwy nanoszono przy pomocy sitodruku oraz metodą impregnacji pastą (MIP) i spiekano je w temperaturze 1250 1400°C (tab. 1. rys. 3)

Tabela 1. Chropowatość powierzchni oraz strzałka ugięcia rdzeni z naniesioną i spieczoną warstwą stabilizowanego dwutlenku cyrkonu.
Table 1. Surface roughness and deflection of the cores with deposited and sintered layer of stabilized zirconia.

Próba / Temperatura	Metoda nanoszenia warstwy	Liczba / konfiguracja warstw	Chropowatość powierzchni [μm]	Strzałka ugięcia [mm]
1/1250°C	sitodruk	Obustronnie x1	1,4	0,1
2/1400°C	sitodruk	Jednostronnie x1	2,0	0,3
3/1400°C	MIP + sitodruk	Jednostronnie x2	2,9	0,5
4/1400°C	MIP + sitodruk	Jednostronnie x3	4,9	1,9

Rys. 7. Mikrostruktura rdzenia z warstwą 8YSZ wypalonego w temperaturze 1250°C (SEM)
Fig 7. Microstructure of the core with 8YSZ layer baked at 1250°C (SEM)

Wnioski Conclusions

Warstwa dwutlenku cyrkonu naniesiona obustronnie metodą sitodruku i spiekana w temperaturze 1250°C powoduje zmniejszenie chropowatości powierzchni rdzenia ceramicznego. Zirconium dioxide layer applied by screen printing on both sides, and sintered at 1250°C reduces the surface roughness of the ceramic core.

Wyniki badań Results

Mieszanki formierskie z Y2O3 ze spoiwem zawierającym koloidalny tlenek glinu

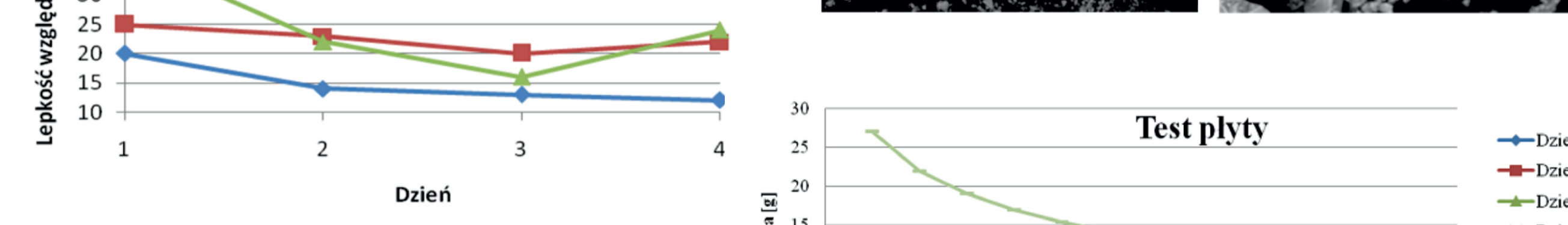
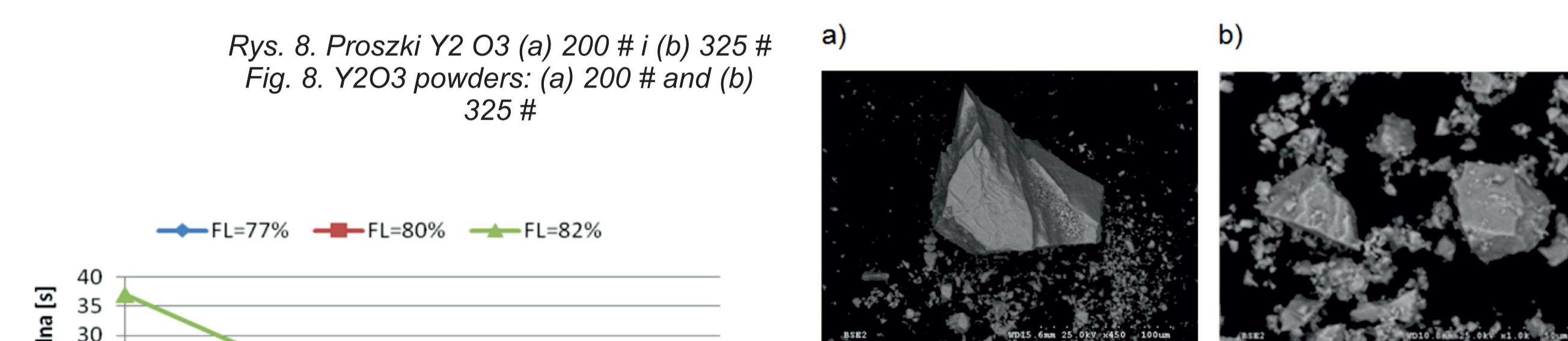
Wymagania stawiane materiałom ceramicznym na pierwszej warstwie form odlewniczych:

1. Niereaktywność w kontakcie z ciekłym stopem
2. Stabilność chemiczna w temperaturze 1500°C i próżni 10⁻⁴Tr
3. Łatwość formowania gładkich powierzchni
4. Odporność na erozję
5. Brak przemian alotropowych
6. Relatywnie niska cena

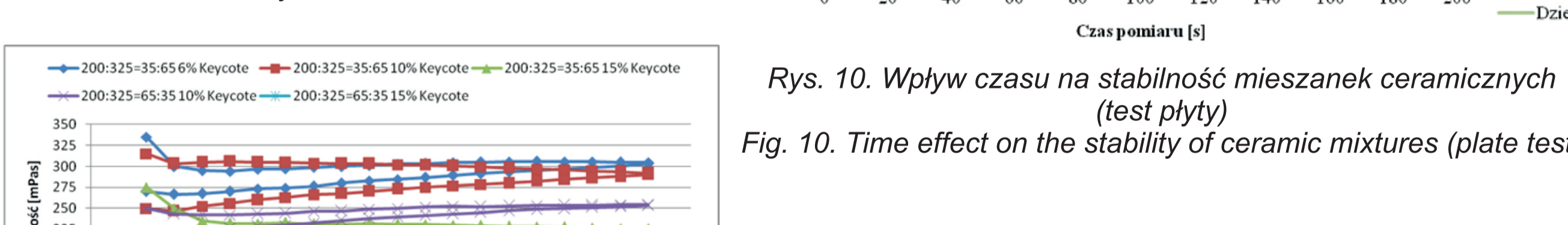
Do badań przyjęto: Y_2O_3 – bardzo wysoka cena, lecz możliwość zastosowania jako materiał pierwszej warstwy formy odlewniczej gdy pozostałe tlenki nie spełniają wymagań technologicznych i jakościowych. Jedne z pierwszych tego typu badań na świecie.

1. Wyniki badań wstępnych: - najkorzystniejsza objętość względna fazy stałej (FL) = 77% mas., gwarantujący optymalną lepkość mas formierskich - dobre upłynięcie mieszanek, - odpowiednią stabilność zawiesin.
2. Prace nad otrzymaniem i badaniem mieszanek formierskich z Y_2O_3 200 # – 325 #: - zawartość polimeru: 6, 10, 15 % mas. - udział proszków 200 # : 325 # = 35:65, 1:1 i 65:35%
3. Skład chemiczny mieszanek: Spoiwo wodorozpuszczalne na bazie koloidalnego Al_2O_3 Evonik; pH = 7,3; gęstość = 1,43g/cm³; lepkość (kubek Zahna) = 7,35s; Proszki Y_2O_3 (a) 200 # i (b) 325 #; Materiały pomocnicze: •Spoiwo: - poliakrylowe K (Keycote), - glikol poli(etylenowy); Polikol 1500, •środek antypienny, •środek zwilżający, •woda destylowana.

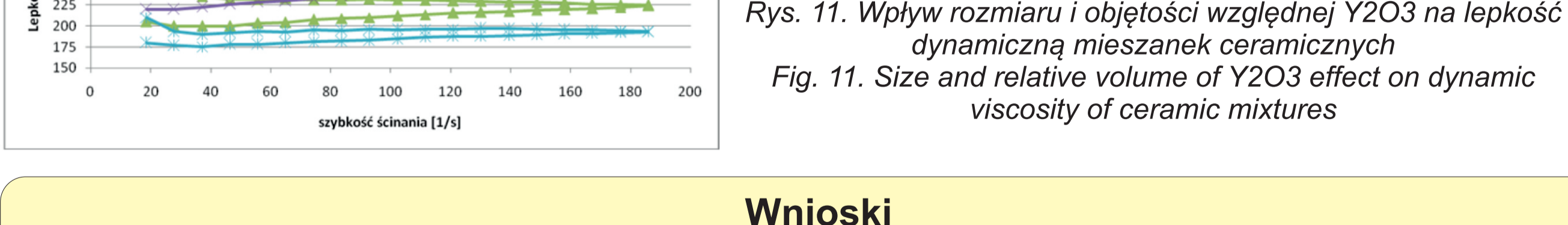
Rys. 8. Proszki Y_2O_3 (a) 200 # i (b) 325 #
Fig 8. Y_2O_3 powders: (a) 200 # and (b) 325 #



Rys. 9. Wpływ objętości względnej Y_2O_3 i czasu na lepkość względną mieszanek ceramicznych
Fig 9. Y_2O_3 relative volume and time effect on relative viscosity of ceramic mixtures



Rys. 10. Wpływ czasu na stabilność mieszanek ceramicznych (test płyty)
Fig 10. Time effect on the stability of ceramic mixtures (plate test)



Rys. 11. Wpływ rozmiaru i objętości względnej Y_2O_3 na lepkość dynamiczną mieszanek ceramicznych
Fig 11. Size and relative volume of Y_2O_3 effect on dynamic viscosity of ceramic mixtures

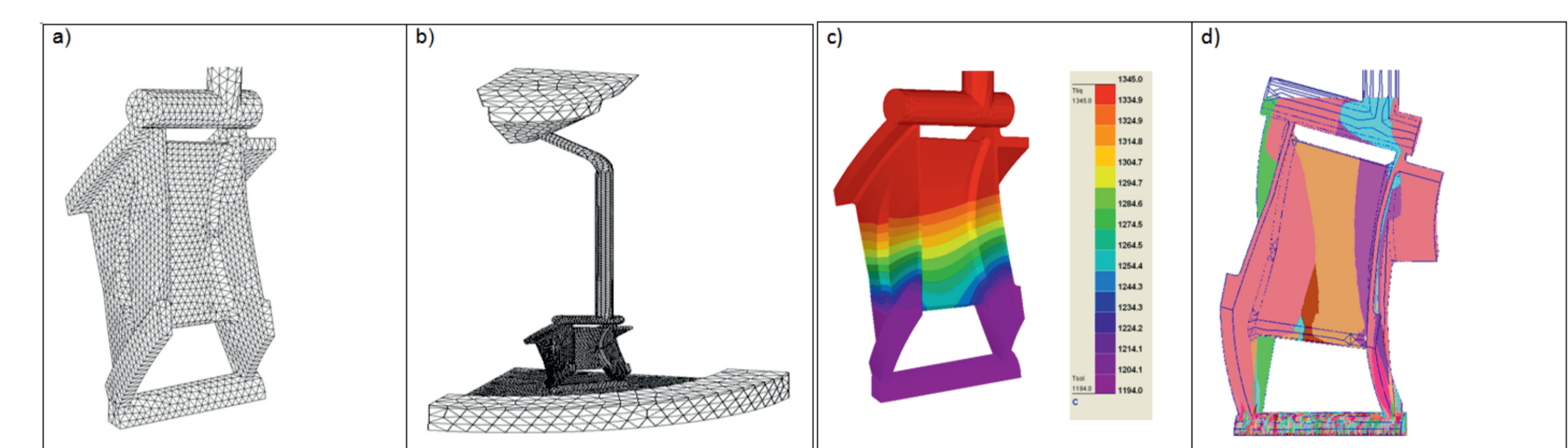
Wnioski Conclusions

- Gęstość mieszanek zwiększa się ze wzrostem objętości względnej Y_2O_3 i zmniejsza się z czasem
- Odczyn PH mieszanek zwiększa się ze wzrostem objętości względnej Y_2O_3 oraz czasu
- Gęstość mieszanek jest stabilna w cyklu pomiarowym
- Największe różnice stwierdzono dla mieszanek zawierających 10% Keycote i proszki: 200#:325#=35:65 (najmniejsza gęstość) i 200:325=65:35 (największa gęstość)
- Mixtures density increases with increase of Y_2O_3 relative volume and decreases with time
- pH reaction of the mixtures increases with increasing Y_2O_3 relative volume and time
- Density of the mixtures is stable in the test cycle
- The largest differences were noticed for mixtures containing 10% Keycote and powders: 200#:325#=35:65 (lowest density) and 200:325 = 65:35 (highest density)

Wyniki badań Results

Wykonanie odlewów elementów aparatu kierującego turbiny (AKTS) silnika turbowentylatorowego ze stopu Haynes 282 metodą krystalizacji kierunkowej

Symulacje numeryczne procesu odlewania elementu aparatu kierującego turbiny silnika turbowentylatorowego wykonano w programie ProCast (rys. 8)



Rys. 12. Model siatki w AKTS a), model siatki w układzie wlewowym i oloczeniu pieca b), symulowana temperatura podczas krzepnięcia odlewów c), symulowany rozmiar i ułożenie ziarn w odlewie d).
Fig 12. Vane-cluster mesh model a), model mesh of the gating system and the furnace environment b), simulated temperature during casting solidification c), simulated grain size and array in the casting d).

Na podstawie wyników symulacji numerycznej wykonano woskowy zestaw modelowy (rys. 13) oraz formy ceramiczne do odlewania.

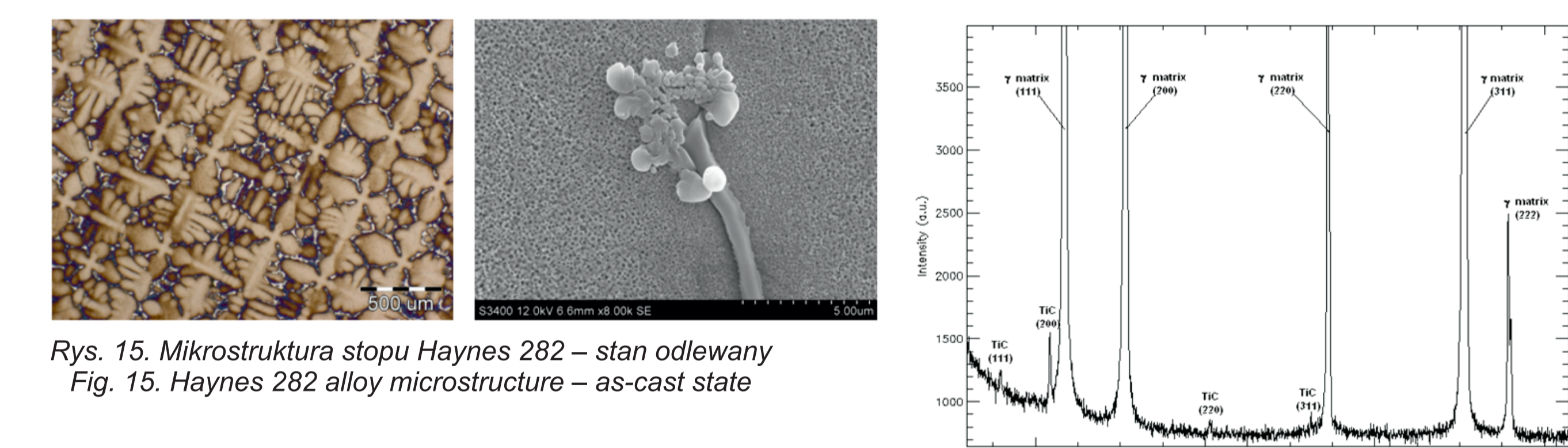


Rys. 13. Woskowy zestaw modelowy
Fig 13. Wax model set

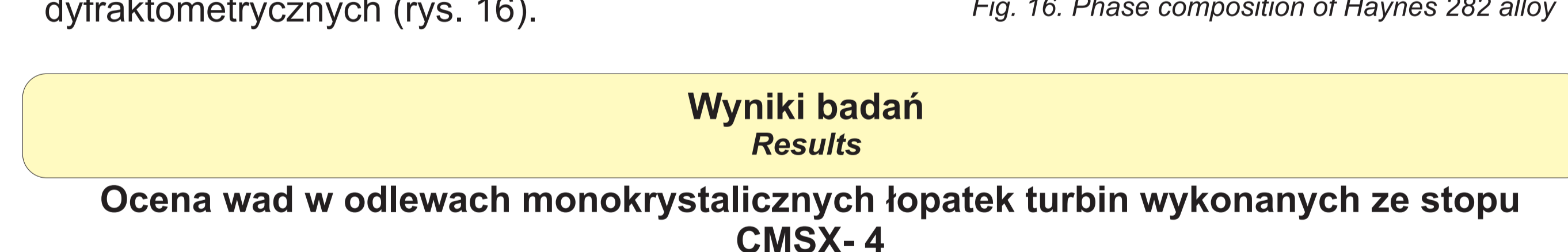
Rys. 14. Odlewy aparatu kierującego turbiną wysokiego ciśnienia (AKTS)
Fig 14. High pressure turbine vane-cluster castings

Odlewy ze stopu Haynes 282 wykonano metodą krystalizacji kierunkowej w piecu próżniowym VIM ALD w temperaturze 1490°C (rys. 14)

Mikrostruktura stopu Haynes 282 składa się z dendrytów roztworu stałego dodatków stopowych w niklu (faza γ), eutektyki węglkowej w przestrzeniach międzidendrytycznych oraz wydzielenia fazy międzymetalicznej Ni₃(Al,Ti) (rys. 15).



Rys. 15. Mikrostruktura stopu Haynes 282 – stan odlewany
Fig 15. Haynes 282 alloy microstructure – as-cast state

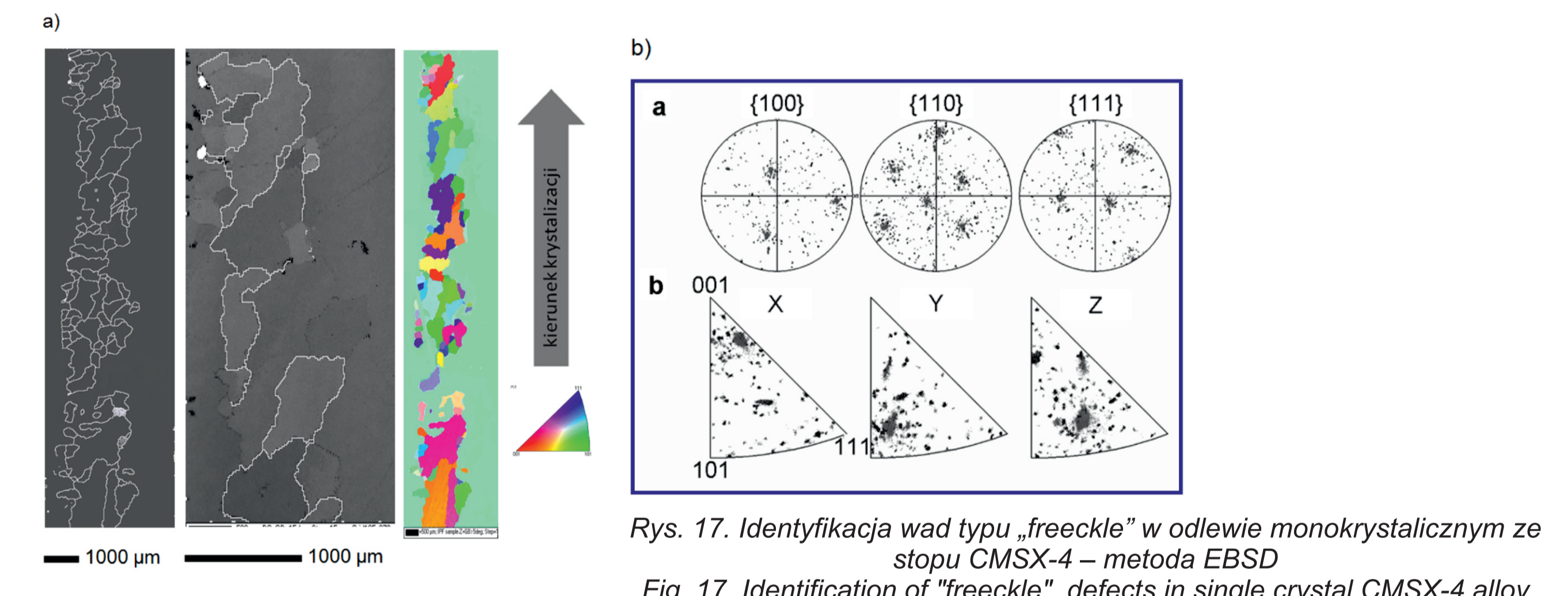


Rys. 16. Skład fazowy stopu Haynes 282
Fig 16. Phase composition of Haynes 282 alloy

Wyniki badań Results

Ocena wad w odlewach monokryształnych łopatek turbin wykonanych ze stopu CMSX-4

Szczególną uwagę zwrócono na ocenę wad typu „freckle”. Do ich identyfikacji zastosowano metodę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) (rys. 17).



Rys. 17. Identyfikacja wad typu „freckle” w odlewie monokryształnym ze stopu CMSX-4 – metoda EBSD
Fig 17. Identification of „freckle” defects in single crystal CMSX-4 alloy casting – EBSD method

Przykłady współpracy z przemysłem lotniczym Collaboration with aviation industry

- współpraca z Wydziałem Odlewni Precyzyjnej W-50 WSK „PZL-Rzeszów” S. A. w zakresie wytwarzania monokryształnych łopatek turbin silników lotniczych oraz odlewów o mikrostrukturze kolumnowej (DS)
- współpraca z Instytutem Energetyki CEREL –Boguchwała w zakresie wytwarzania rdzeni ceramicznych

Wskaźniki realizacji celów projektu Indicators of the project

Referaty

1. Matuszewski K., Matysiak H., Jaroszewicz J., Mizera J., Kurzydowski K. J., „Influence of withdrawal rate in Bridgman proces on the microstructure and porosity of CMSX-4 single-crystal Ni based superalloy”. Journées Annuelles de la SF2M Paryż 2012

Publikacje

1. Stefaniak I., Rogalska I., Potera P., Wróbel D.: *The EPR measurements of the ceramics cores used in aircraft industry*, Nukleonika, (w druku)
2. Szeliga D., Kubiak K., Burbielko A., Cygan R., Ziaja W.: *Modelling of grain microstructure of In-713 C castings*. Solid State Phenomena 197(2013) 83-88
3. Rokicki P., Budzik G., Kubiak K., Bemaczek J., Magniszewski M., Nowotnik A., Sieniawski J., Matysiak H., Trojan A., Cygan R.: *Rapid prototyping in manufacturing of core models of aircraft engine blades*. Mat. Konf. AEA, Frankfurt 2012
4. Szeliga D., Kubiak K., Suchy J. S., Jarczyk G., Sieniawski J.: *Rozkład wartości temperatury w monokryształnym odlewie z nadstopu niklu CMSX-4 wytwarzanym metodą Bridgmana*. Inżynieria Materiałowa 191 (2013) 1 7-12

Planowane

1. Kubiak K., Szeliga D., Sieniawski J.: *The unidirectional crystallization of metals and alloys (i. e. turbine blades)*; Handbook of Crystal Growth –Chapter 2a-10, wyd. Elsevier 2014

Prace mgr, dr, hab.

- Prace magisterskie planowane
- Agnieszka Zuba - *Zastosowanie techniki impulsowej EPR w badaniach nanocząstek*
Promotor: dr Ireneusz Stefaniak, planowana obrona -06.2013.