

# Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym

## Modern material technologies in aerospace industry

### Opracowanie technologii przetapiania stopów niklu z zastosowaniem modyfikowania nanopowłokami proszków

### Development of the technology of remelting nickel alloys with the use of nanopowder modifications

Politechnika Śląska, Politechnika Rzeszowska, Politechnika Warszawska

#### WPROWADZENIE

W pracy zamieszczono wyniki badań nad określeniem wpływu modyfikacji objętościowej (filtr ceramiczny zawierający glinian kobaltu i proszek hafnu) oraz jednoczesnej modyfikacji objętościowej i powierzchniowej na przebieg krzepnięcia oraz parametry stereologiczne makrostruktury odlewów wykonanych z odpadów produkcyjnych stopów niklu IN-713C. Modyfikację objętościową przeprowadzono zbadano wpływ składu chemicznego na wartość temperatury Tliq i Tsol oraz oceniono parametry makrostruktury, jak: liczbę ziaren przypadających na 1mm<sup>2</sup> powierzchni próbki, średnią powierzchnię ziaren oraz wskaźnik kształtu. Uzyskane wyniki wskazują na istotny wpływ węgla na wartość temperatury Tliq. Makrostruktura odlewów próbnych wskazuje na pozytywny efekt połączonego zabiegu modyfikowania powierzchniowego i objętościowego, przy czym wpływ modyfikowania powierzchniowego jest bardziej istotny.

#### INTRODUCTION

The paper presents a research results concerning impact of volume modification (ceramic filter containing cobalt aluminate and hafnium powder) and simultaneous surface and volume modification on solidification process and stereological parameters of macrostructure of castings made from post-production scrap of nickel superalloy IN-713C. Research included investigation of the influence of chemical composition on the temperature Tliq and Tsol and evaluation of following macrostructure parameters: the number of grains per mm<sup>2</sup>, average grain area and shape coefficient. Results indicate high influence of carbon content on Tliq. Macrostructure of sample castings indicate positive effect of surface and volume modification, however impact of surface modification is more pronounced.

#### Wyniki badań Results

#### EKSPERYMENTY

Celem badań było sprawdzenie wpływu sposobu modyfikowania (tylko objętościowego oraz łącznego powierzchniowego i objętościowego) na proces krzepnięcia i parametry stereologiczne makrostruktury odlewów próbnych. Łączny zabieg modyfikowania powierzchniowego i objętościowego wymaga umieszczenia w zbiorniku wlewowym filtra ceramicznego, pokrytego glinianem kobaltu, z dodatkiem proszku hafnu. Stosowano cztery rodzaje filtrów:  
- wytop 1: krzemian cyrkonu + 10% glinianu kobaltu  
- wytop 2: krzemian cyrkonu + 20% glinianu kobaltu  
- wytop 3: krzemian cyrkonu + 10% glinianu kobaltu + 5% Hf  
- wytop 4: krzemian cyrkonu + 20% glinianu kobaltu + 5% Hf  
Badania prowadzono dla odpadów poprodukcyjnych z nadstopu niklu IN-713C. Wytopy prowadzono w indukcyjnym piecu typu VSG-02 (firmy Balzers), w tyglu z Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, w atmosferze ochronnej argonu. Forma ceramiczna składała się z dwóch wnęk, z których jedna na powierzchni wewnętrznej była pokryta powłoką modyfikującą („niebieska”), a druga bez powłoki („biała”). W ten sposób uzyskano 8 kombinacji. Formy, przed umieszczeniem w komorze pieca podgrzewano do 750°C. Temperatura odlewania stopu do formy wynosiła około 1460°C.

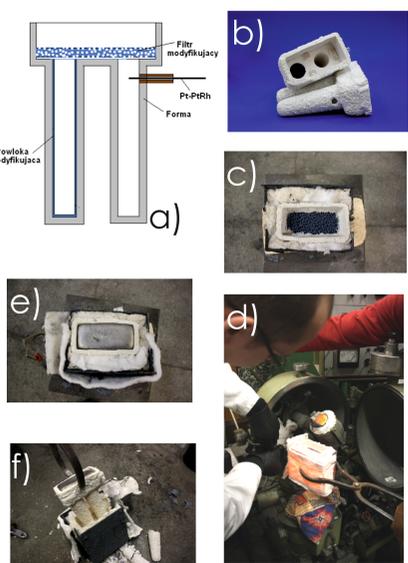
#### EXPERIMENTS

Aim of the research was to evaluate the influence of modification technique (only volume or complex, volume and surface) on solidification process and stereological parameters of macrostructure in sample castings. Complex modification technique involves installation of the ceramic filter, coated with cobalt aluminate and hafnium powder, into the pouring cup of the ceramic mould. Four types of modification coatings for filters were used:

- melt 1: zirconium silicate + 10% cobalt aluminate,
- melt 2: zirconium silicate + 20% cobalt aluminate,
- melt 3: zirconium silicate + 10% cobalt aluminate + 5% Hf,
- melt 4: zirconium silicate + 20% cobalt aluminate + 5% Hf,

Material used for research was post-production scrap of nickel superalloy IN-713C. Melting was carried out in induction furnace Balzers VSG-02 in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crucible and with a protective atmosphere of argon. Ceramic mould consist of two conical canals and a pouring cup with installed filter. Inside surface of one of the canals (so called "blue") is coated with modifying layer while second canal was not coated ("white"). In this manner 8 combinations of modifying conditions were obtained. Moulds were heated before placing in the furnace. Mould temperature at the time of pouring was 750°C. Metal was poured from about 1460°C.

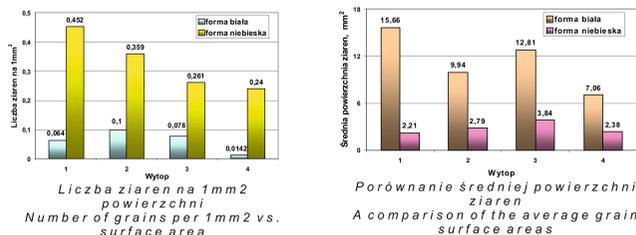
#### FORMY CERAMICZNE I ODLEWY CERAMIC MOULD and CASTINGS



#### Skład chemiczny poszczególnych wytopów Chemical composition individual melts

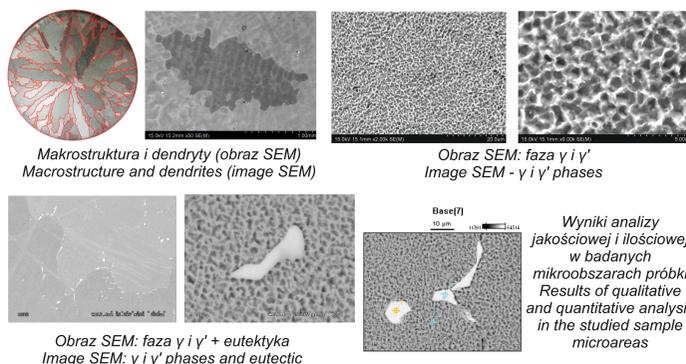
Wytop	Zawartość, % mas.										
	Cr	Mo	Co	Ti	Al	Nb	W	C	Si	Ni	inne
1 – forma B	12,8	3,88	0,071	0,99	5,33	2,35	0,033	0,11	0,024	74,3	reszta
1 – forma N	12,7	3,73	0,076	1,02	5,51	2,32	0,043	0,074	0,040	74,1	reszta
2 – forma B	12,9	3,77	0,082	1,01	5,51	2,31	0,021	0,045	0,064	73,8	reszta
2 – forma N	12,8	4,01	0,062	1,03	5,17	2,51	0,028	0,034	0,019	74,2	reszta
3 – forma B	12,9	3,77	0,072	1,04	5,5	2,48	0,022	0,028	0,016	74,1	reszta
3 – forma N	13,1	3,99	0,045	0,97	5,65	2,32	0,022	0,022	0,024	74,8	reszta
4 – forma B	13,1	4,11	0,056	0,92	5,82	2,28	0,025	0,02	0,018	74,5	reszta
4 – forma N	13,2	4,25	0,065	0,97	5,48	2,31	0,031	0,012	0,024	74,6	reszta

#### Wybrane cechy stereologiczne makrostruktury odlewu i próbki po pelzaniu Selected characteristics of stereological macrostructure the cast and sample after creep



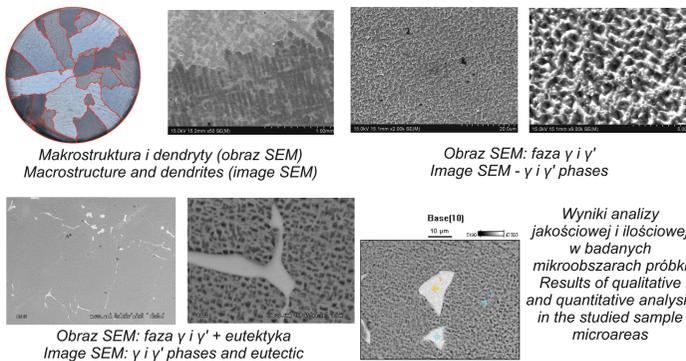
#### Mikrostruktura odlewów - przykład Microstructure of the casts - example

#### Odlew z formy „niebieskiej z filtrem modyfikującym 10% CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> + 5% Hf Cast von blue mould with modified filter 10% CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> + 5% Hf



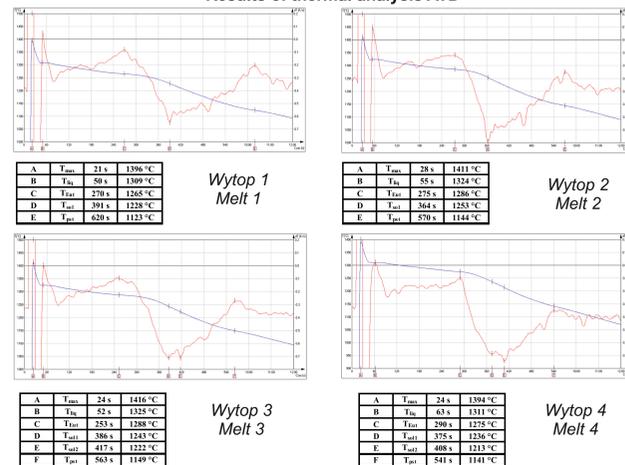
	Al	Ti	Cr	Ni	Nb	Mo	Os	% mas.
Base(7)_pt1	11,05	0,88	2,97	76,83	7,72	0,53		
Base(7)_pt2	11,49	1	3,22	75,86	8,38	0,06		
Base(7)_pt3	4,94	0,86	13,5	74,7	2,05	3,96		

#### Odlew z formy „białej z filtrem modyfikującym 10% CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> + 5% Hf Cast von white mould with modified filter 10% CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> + 5% Hf



	Al	Ti	Cr	Ni	Nb	Mo	Os	% mas.
Base(10)_pt1	12,37	1,38	4,55	81,70			0,00	
Base(10)_pt2	12,81	0,88	3,33	82,33			0,65	
Base(10)_pt3	3,79	0,74	17,89	72,32		5,26		

#### Wyniki analizy termicznej ATD Results of thermal analysis ATD



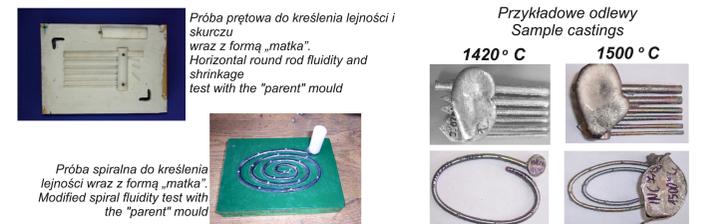
W oparciu o uzyskane wyniki Tliq i analizy składu na zawartość węgla oraz korzystając z badań wcześniejszych, wykonano wykres Tliq = f(%C).

Based upon obtained Tliq values, results of chemical composition analysis and results of previous experiments, relation of Tliq and carbon content was plotted.

#### Wstępne wyniki pomiaru skurczu i lejności stopu niklu IN-713C Preliminary results of the measurement of shrinkage and fluidity of IN-713C nickel alloy

Przeprowadzono wstępne pomiary lejności i skurczu liniowego stopu niklu IN-713C w warunkach topienia indukcyjnego pieca próżniowego Balzers VSG-2. Ograniczona objętość komory pieca wymagała zaprojektowania i wykonania modeli do tych badań, przy czym ograniczenia wymiarów prób technologicznych wynikały z maksymalnych gabarytów formy odlewniczej 170x95x100mm. W pierwszym etapie badania prowadzona na próbie prętowej, w układzie poziomym, a następnie na próbie spiralnej o zmodyfikowanym kształcie. Wstępne badania prowadzono dla stopów Al-Si. Stwierdzono przydatność próby prętowej dla siluminów podeutektycznych. W przypadku stopu niklu w każdym przypadku uzyskano całkowite zapalenie formy, co jest wynikiem wymagań co do temperatury zalewania. Pozytywne wyniki uzyskano dla próby spiralnej. Wykazano zależność pomiędzy wartością skurczu liniowego dla próby prętowej, a określonym wskaźnikiem skurczu wyznaczonym na podstawie próby spiralnej.

Presents the results of measurements of liquid metal fluidity and linear shrinkage of nickel alloy IN-713C in vacuum induction melting furnace Balzers VSG-2. Because of limited volume of the furnace chamber special models for technological trials were designed and constructed to fit in the mould of dimensions 170x95x100mm. Two different designs of test models were proposed: horizontal round rods and modified spiral. Preliminary studies were carried out for alloys Al-Si. Horizontal round rods test was useful for evaluation of fluidity of hypoeutectic silumin, however in case of nickel superalloy the mould cavity was completely filled in each test because of high required pouring temperature. Positive results were obtained from the modified spiral test for all alloys used in the research. Relationship between the linear shrinkage for the test rod and a specific indicator of contraction defined on a spiral was observed.



#### Wnioski Conclusions

Z przeprowadzonych badań wynika, że modyfikacja tylko objętościowa sprzyja powstawaniu struktury gruboziarnistej, natomiast jednoczesna (kompleksowa) modyfikacja objętościowa i powierzchniowa wpływają korzystnie na kształtowanie struktury drobnoziarnistej. Stwierdzono istotny wpływ dodatku proszku hafnu do powłoki modyfikującej filtra. Temperatura odlewania istotnie wpływa na kształtowanie cech stereologicznych makrostruktury. Im niższa temperatura odlewania tym efekt modyfikujący zmierza w kierunku większego rozdrobnienia ziaren. W przypadku wytopu numer 3 najwyższa maksymalna zarejestrowana temperatura wynosiła 1425°C, co niewątpliwie wpłynęło na osłabienie efektu modyfikowania objętościowego. Wyniki te wskazują, że zawartość węgla ma bardzo istotny wpływ na parametry krzepnięcia (podobnie jak w stopach żelaza). Należy stwierdzić, że właśnie węgiel ulega największemu zgarowi podczas wytopienia. Pozostałe składniki utrzymują się w granicach normy, zwłaszcza Cr, Al, Ti, Mo i Nb. Z kolei wartość temperatury Tliq ma wpływ na temperaturę odlewania. Zatem obniżenie zawartości węgla wpływa przy ustalonej temperaturze odlewania (około 1460°C) na obniżenie stopnia przegrzania, a tym samym lejności stopu.

Results of the study show that volume-only modification promotes the formation of coarse grains. On the other hand, complex (volume and surface) modification creates fine macrostructure. Significant influence of hafnium powder addition to filter modifying coating was also found. Very significant influence of pouring temperature on stereological parameters of macrostructure was found. Magnitude of modification effect was greater in lower temperatures. In case of melt 3 maximum registered temperature of 1425°C undoubtedly weakened the effect of volume modification. These results show that carbon content in examined superalloys has significant influence on solidification parameters (similar to iron alloys). It should be noted that carbon is very susceptible to loss due to remelting. Content of other alloying elements (mainly Cr, Al, Ti, Mo and Nb) stay in the norm between remelts. Thus by lowering carbon content it is possible to lower superheating in constant pouring temperature to obtain better fluidity and castability.

#### Wskaźniki realizacji celów projektu Indicators of the project

- Publikacje (Publications)**
1. Binczyk F., Gradoń P.: *Analysis of solidification parameters and macrostructure of IN-713C castings after complex modification*, Archives of Foundry Engineering, vol.13, Issue 2, 2013
  2. Binczyk F., Gradoń P., Findziński R.: *Evaluation of casting shrinkage and castability of IN-713C alloy*, Archives of Foundry Engineering, vol.13, Issue 4, 2013
  3. Binczyk F., Cwajna J., Gradoń P.: *The influence of impurities of ingots on the quality the casts of nickel alloy IN-713C*, Archives of Foundry Engineering, vol.13, Issue 4, 2013
  4. Cieśla M., Mańka M., Binczyk F.: *„Mikrostrukturalne uwarunkowania trwałości odlewów z nadstopu IN-713C w warunkach pelzania”*, XIV Krajowa Konferencja Mechaniki Pękania, Kielce / Czedzyna 23-26 IX 2013-05-26
  5. Cieśla M., Binczyk F., Mańka M.: *Wpływ obróbki cieplnej na trwałość w warunkach pelzania odlewów z modyfikowanego nadstopu MAR247*, Solid State Phenomena, ISSN 1662-9779
  6. Binczyk F., Cwajna J., Sozańska M., Cieśla M., Gradoń P., Chmiela B.: *Analiza ATD jako narzędzie oceny parametrów krzepnięcia i jakości metalurgicznej wlewków wsadowych i odlewów z nadstopów stopów*, Solid State Phenomena, ISSN 1662-9779
- Referaty (Papers)**
1. XIII Międzynarodowa Konferencja Naukowa „Optymalizacja Systemów produkcyjnych w Odlewniach”, 06. 2013 Łódź „Analiza parametrów krzepnięcia odlewów ze stopu IN-713C po modyfikacji powierzchniowej i objętościowej”
  2. Seminarium Wydziałowe (Katedra Technologii Materiałów) Binczyk F.: *„Ocena parametrów krzepnięcia i jakości metalurgicznej odlewów ze stopów niklu i aluminium”*, styczeń 2013r, Katowice.

- Prace mgr, dr, hab.:**
- Prace magisterskie ukończone: 18. 06. 2013**
- inż. Sowa Dawid: „Opracowanie próby technologicznej oceny lejności i skurczu stopów aluminium i niklu 713C odlewanych w warunkach próżni w piecu indukcyjnym promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
  - inż. Lech Mateusz : „Analiza termiczna ATD jako narzędzie oceny jakości metalurgicznej odlewów i wlewków wsadowych ze stopów niklu promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
- Prace magisterskie zgłoszone**
- Próby modyfikacji powierzchniowej odlewów ze stopu IN-713C poprzez zastosowanie rdzeni powlekanych CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
- Prace doktorskie**

Autor: Mgr inż. Paweł Gradoń  
Tytuł: *„Procesy fizykochemiczne w układzie forma- modyfikator-ciekły stop, kształtujące makro- i mikrostrukturę wybranych nadstopów niklu.”*  
Status: Przewód otwarty 15. 11. 2011, planowana obrona 11. 2013.

Autor: mgr inż. Marcin Mańka  
Tytuł: *Analiza struktury i właściwości mechanicznych nadstopów niklu IN-713C i MAR-247 otrzymanych po przetopie odpadów*  
Status: Przewód otwarty 15. 01. 2013r.  
Promotor: dr hab. inż. Marek Cieśla, prof. Pol. Sl.

Autor: mgr inż. Rafał Findziński  
Tytuł: *Badania nad określeniem właściwości odlewniczych i fizycznych nadstopów niklu i kobaltu.*