

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

Wyniki badań Results

Badanie możliwości ponownego wykorzystania odpadów poprodukcyjnych z wybranych stopów niklu

Technologia modyfikacji powierzchniowej części licowej formy
Badanie wpływu temperatury odlewania na cechy morfologii struktury pierwotnej stopu

Exploration of the possibility of re-use of post-production scrap for selected nickel alloys
Process of modification in the mould to achieve fine equiaxed grain structure
Effect of temperature on the morphological characteristics of the primary structure of alloy

Stopy niklu, stosowane na elementy silników lotniczych, nie są jak dotąd wytwarzane w Polsce. Krajowy przemysł bazuje na imporcie, a wyroby ze stopów niklu odlewa się tylko w kilku odlewniach. Co jest szczególnie istotne, nie prowadzi się również uszlachetniających przetopów odzyskowych. Odpady poprodukcyjne prawdopodobnie zwracane są do producenta stopów niklu.

Istotnym problemem technicznym i ekonomicznym jest zagospodarowanie odpadów poprodukcyjnych (braki, elementy układów wlewowych itp.). Ponowne użycie stopów wymagać może uzupełnienia niektórych dodatków (zwłaszcza chemicznie aktywnych) oraz zabiegu modyfikowania, w celu uszlachetnienia stopu. Tak więc głównym problemem jaki wiąże się z tematyką projektu jest zbadanie możliwości ponownego wykorzystania odpadów poprodukcyjnych z wybranych stopów niklu.

Nickel alloys used for aircraft engine components are not yet produced in Poland. Domestic industry is based on import, and the parts made of nickel alloys are cast in only a few foundries. What is particularly important, also the revert scrap remelting processed are not used in Poland. Post-production scrap is likely returned to the nickel alloy manufacturer.

Utilization of post-production scrap (failed castings, gating systems, etc.) is an important technical and economic issue. Reuse of nickel alloys may require to supplement some of the alloying elements (especially chemically active) and application of modification process to refine the alloy. So the main issue related to the topic of the project is to explore the possibility of re-use of post-production scrap of selected nickel alloys.

W zasadzie prawie wszystkie odlewy (elementy silników lotniczych) wymagają modyfikowania w formie odlewniczej, co zapewnia uzyskanie ziaren równoosiowych i ich rozdrobnienie. Jak wykazały badania makrostruktury na powierzchni i na przekroju odlewów, dotychczas stosowany zabieg modyfikowania powierzchniowego nie daje w pełni zadowalających wyników. Efekt poprawnego modyfikowania występuje jedynie w warstwie powierzchniowej, do głębokości około 1 mm. Natomiast w obszarach wewnętrznych odlewu obserwuje się niekorzystną strukturę kryształów słupkowych. Dlatego w projekcie przeprowadzono szerokie badania i opracowano technologię, polegającej na jednoczesnym modyfikowaniu powierzchniowym (powłoka modyfikująca na części licowej formy) i modyfikowaniu objętościowemu. W tym przypadku mieszanka modyfikująca wchodzi w skład nowo opracowanego filtra ceramicznego objętego patentem PL.218437: „Filtr ceramiczny do modyfikacji objętościowej struktury odlewów z żarowytrzymałych stopów niklu i kobaltu”. (Data nadania 25.03.2014r).

In fact, almost all castings (aircraft engine parts) require a process of modification in the mould to achieve fine equiaxed grain structure. Macrostructure analysis of casting surface and cross-sections show that used process of surface modification does not give fully satisfactory results. The proper effect of modification occurs only in the surface layer to the depth of about 1 mm. Deeper, in internal areas of the casting the structure is comprised of unfavourable columnar grains. Therefore, extensive research were carried out and the new technology of simultaneous surface (modifying coating on internal mould layer) and volume modification was developed.

W rezultacie prowadzonych badań zaobserwowano istotny wpływ temperatury odlewania na cechy morfologii struktury pierwotnej (makrostruktury). Jest to o tyle ważne, że również od temperatury zależy leśność stopu, a zwłaszcza zdolność odwarzanie szczegółów wnętrza formy (odlewy cienkościenne). Dlatego postanowiono przeprowadzić badania dodatkowe.

As a result of the study, a significant effect of temperature on the morphological characteristics of the primary structure (macrostructure) was observed. It is important because the liquid metal fluidity also depends on the temperature of the melt, especially the ability to recreate the details of the mold cavity (thin-walled castings). Therefore, it was decided to carry out additional tests.

Przeprowadzenie wytopów w piecu Balzers

Celem tego ważnego etapu badań było określenie wpływu temperatury odlewania na efekt jednoczesnej modyfikacji powierzchniowej i objętościowej.

Wykonano odlewy próby „marchewkowej”. Formy przygotowano na bazie elementów form ceramicznych dostarczonych z WSK Rzeszów. Badaniom poddano odlewy ze stopu niklu IN-712C. Wytopy prowadzono w indukcyjnym piecu typu VSG-02, firmy Balzers, w tyglu z Al₂O₃. Masa wsadu wynosiła około 1,2 kg (masa odlewu 0,8 kg). Topienia odbywało się w próżni około 10⁻³. Przed zalewaniem, przestrzeń pieca przepłukano argonem. Odlewanie dokonano w atmosferze argonu o ciśnieniu około 900Pa. Formy, przed umieszczeniem w komorze pieca podgrzewano do 1000°C. Temperaturę ciekłego metalu oraz temperaturę formy ceramicznej kontrolowano termoelementem zanurzeniowym Pt-PtRh10. Temperatura odlewania stopu do formy wynosiła około 1570 i 1480°C. Analizę składu chemicznego przeprowadzono na laboratoryjnym spektrometrze optycznym emisyjnym Foundry-Master Compact 01L00113. Producent: WAS-AG WasPol Baird (Worldwide Analytical Systems WAS).

Plan eksperymentu

The plan of experiments

Plan eksperymentu

The plan of experiments

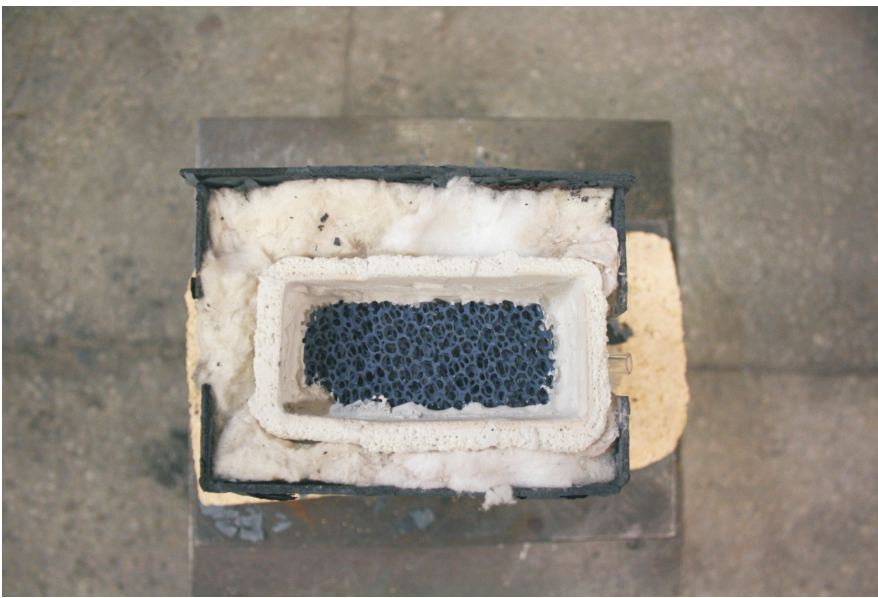
Melt	Casting temperature	Mould	Filters
1	1480°C	blue mould - modifying	Blue filter
	1480°C	white mould - unmodified	Blue filter
2	1570°C	blue mould - modifying	Blue filter
	1570°C	white mould - unmodified	Blue filter

Formy ceramiczne - widoczna „biała” i „niebieska” wnętrza formy

Ceramic moulds with visible „blue” and „white” canals.



Odelew próbny po zakrzepnięciu
Sample casting after solidification

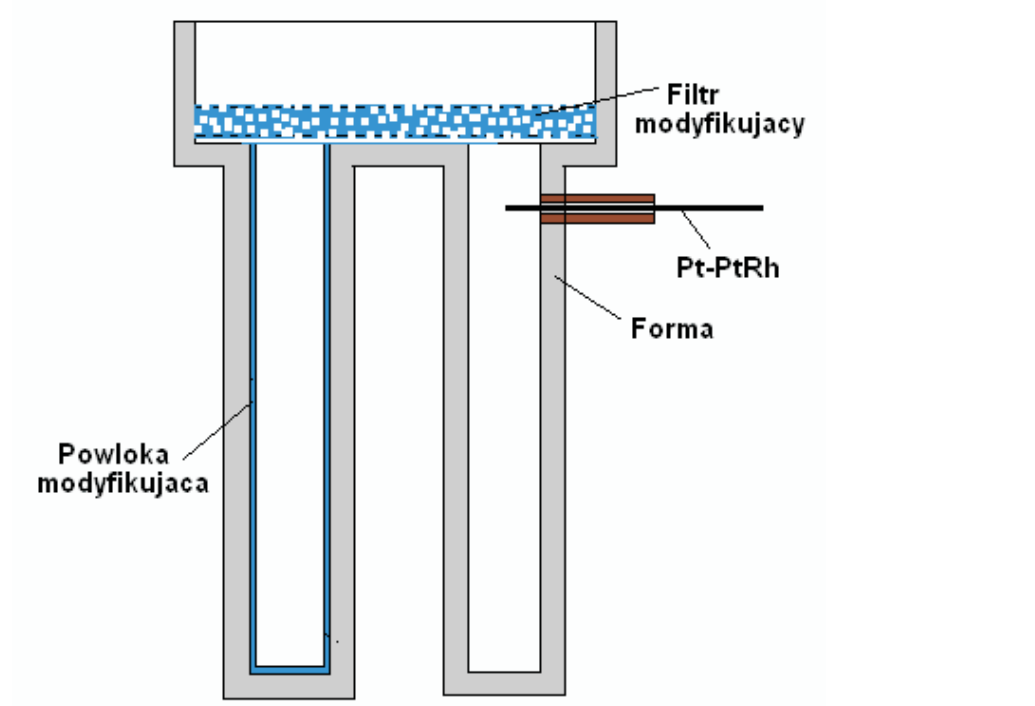


Formy ceramiczne i odlewy

Ceramic mould and castings

Schemat formy ceramicznej

Schematic of the ceramic mould



Forma ceramiczna z filtrem w pojemniku stalowym, ocieplona watą izolacyjną

Ceramic mould with installed filter in insulated casing.

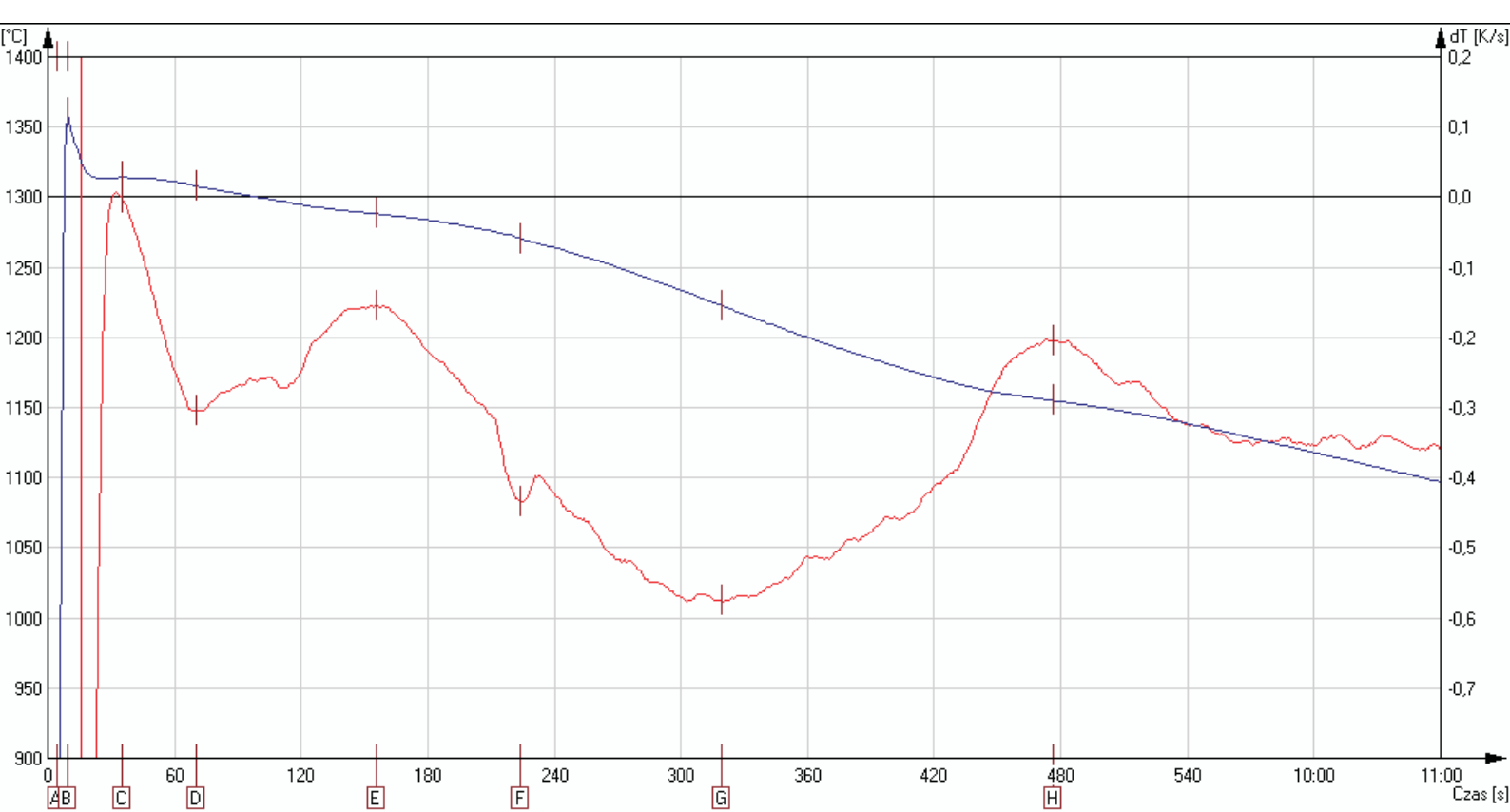


Gotowe odlewy
Finished castings

Melt	C	Cr	Al	Ti	Mo	Nb	Ta	Co	Ni
1	0,147	13,7	6,08	0,915	4,28	2,22	0,05	0,261	rest
2	0,133	13,6	6,21	0,948	4,32	2,23	0,05	0,273	rest

Wyniki analizy składu chemicznego

The results of chemical analysis

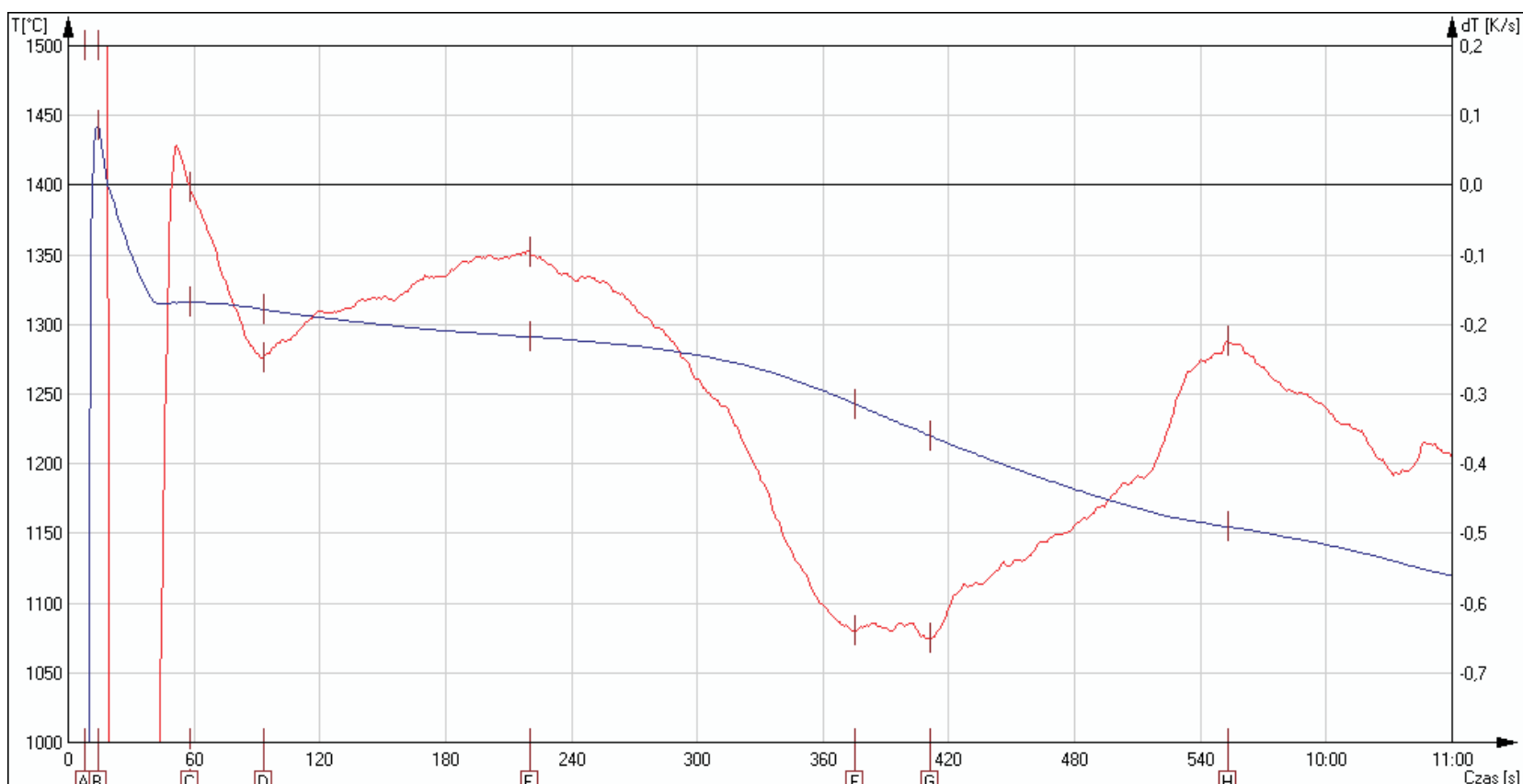


Wyniki analizy termicznej ATD

Results of thermal analysis ATD

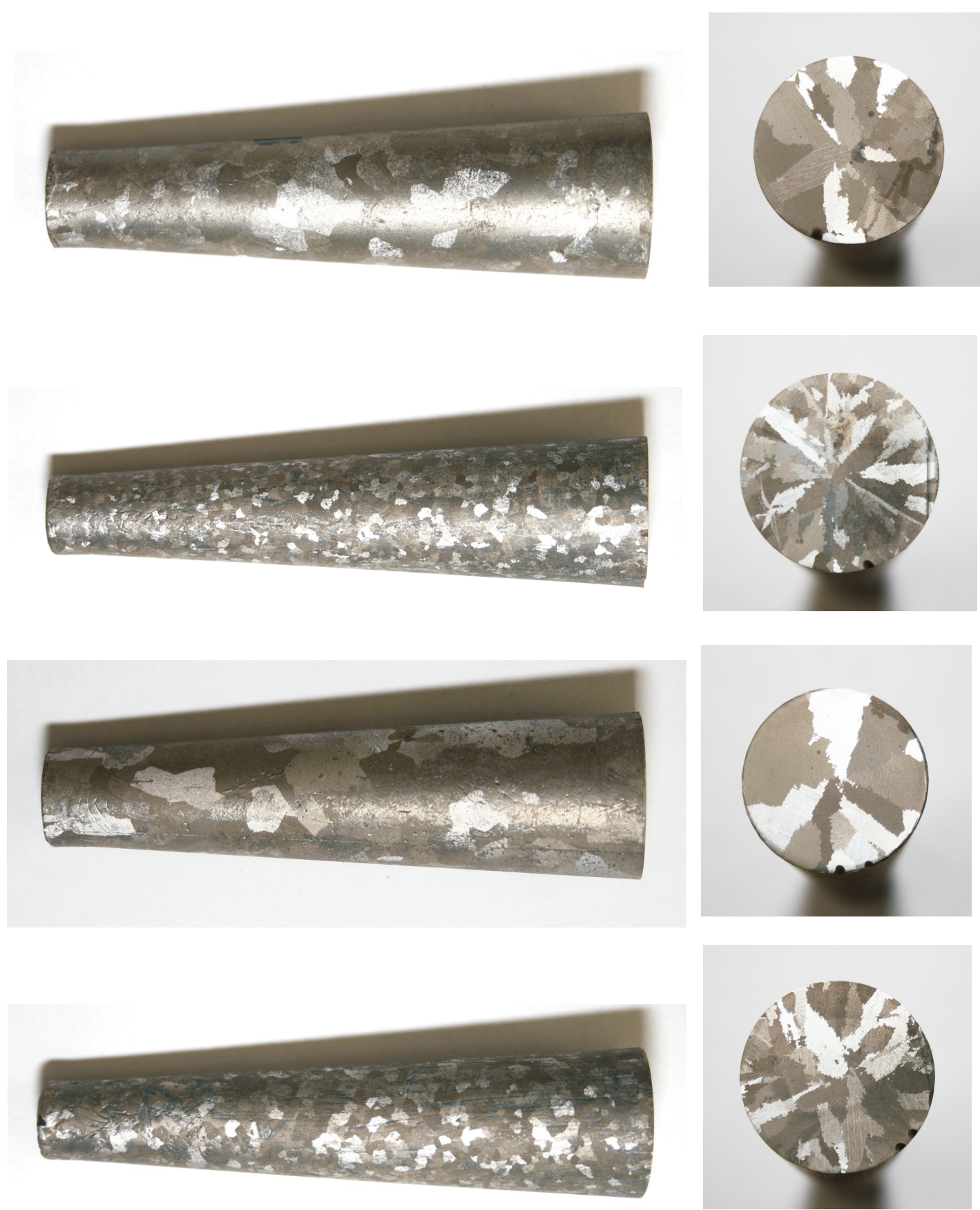
Wytop 1 (temperature odlewania 1480°C)
Melt 1 (casting temperature 1480°C)

[A]	T _{formy}	4 s	674 °C	[E]	T _{czynnika}	156 s	1288 °C
[B]	T _{formy}	9 s	1389 °C	[F]	T _{czynnika}	224 s	1270 °C
[C]	T _{formy}	35 s	1394 °C	[G]	T _{czynnika}	378 s	1222 °C
[D]	T _{formy}	70 s	1388 °C	[H]	T _{czynnika}	470 s	1195 °C



Wytop 2 (temperatura odlewania 1570°C)
Melt 2 (casting temperature 1570°C)

[A]	T _{formy}	8 s	639 °C	[E]	T _{czynnika}	220 s	1291 °C
[B]	T _{formy}	14 s	1443 °C	[F]	T _{czynnika}	378 s	1242 °C
[C]	T _{formy}	58 s	1315 °C	[G]	T _{czynnika}	411 s	1220 °C
[D]	T _{formy}	93 s	1310 °C	[H]	T _{czynnika}	553 s	1154 °C



Macrostructure of sample –melt 1: casting temperature 1480°C (white mould, blue filter)

Macrostructure of sample –melt 1: casting temperature 1480°C (blue mould, blue filter)

Macrostructure of sample –melt 2: casting temperature 1570°C (white mould, blue filter)

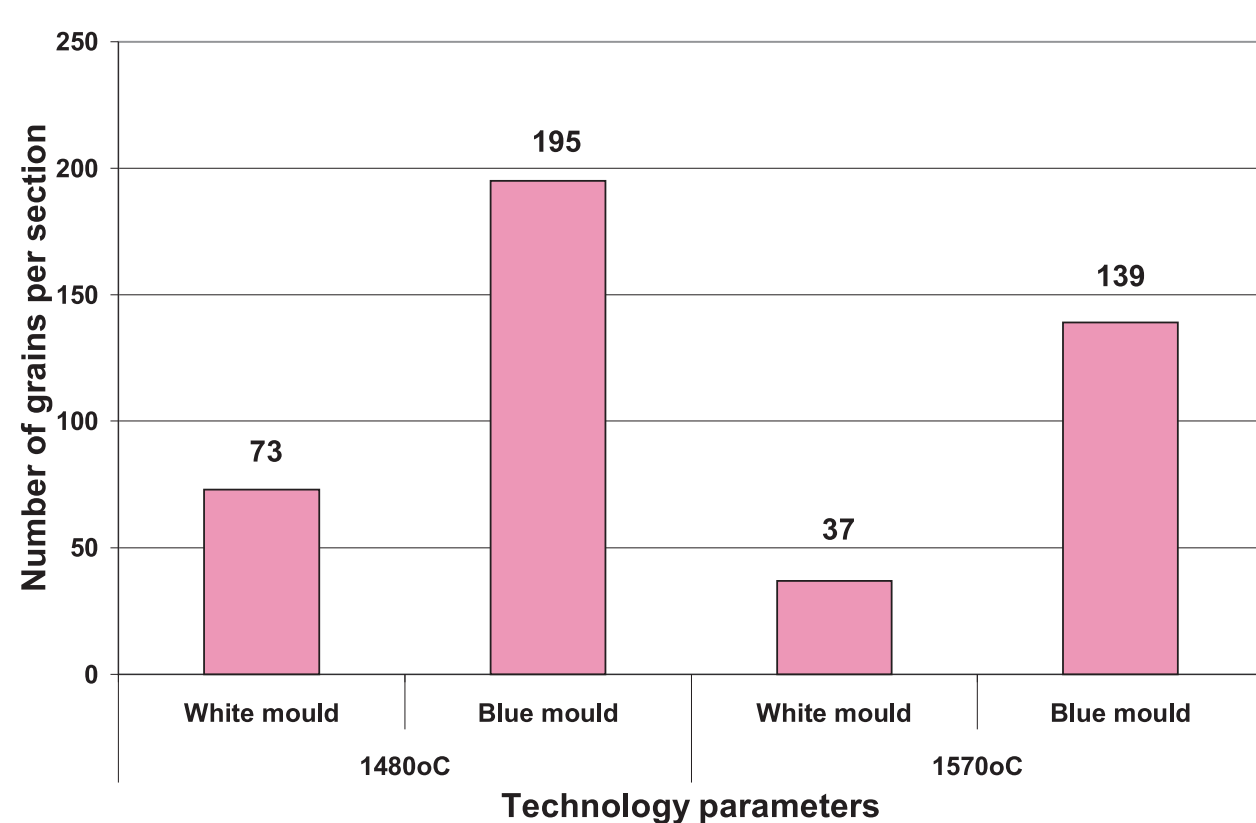
Macrostructure of sample –melt 2: casting temperature 1570°C (blue mould, blue filter)

Wybrane cechy stereologiczne makrostruktury odlewu

Selected characteristics of stereological macrostructure the cast

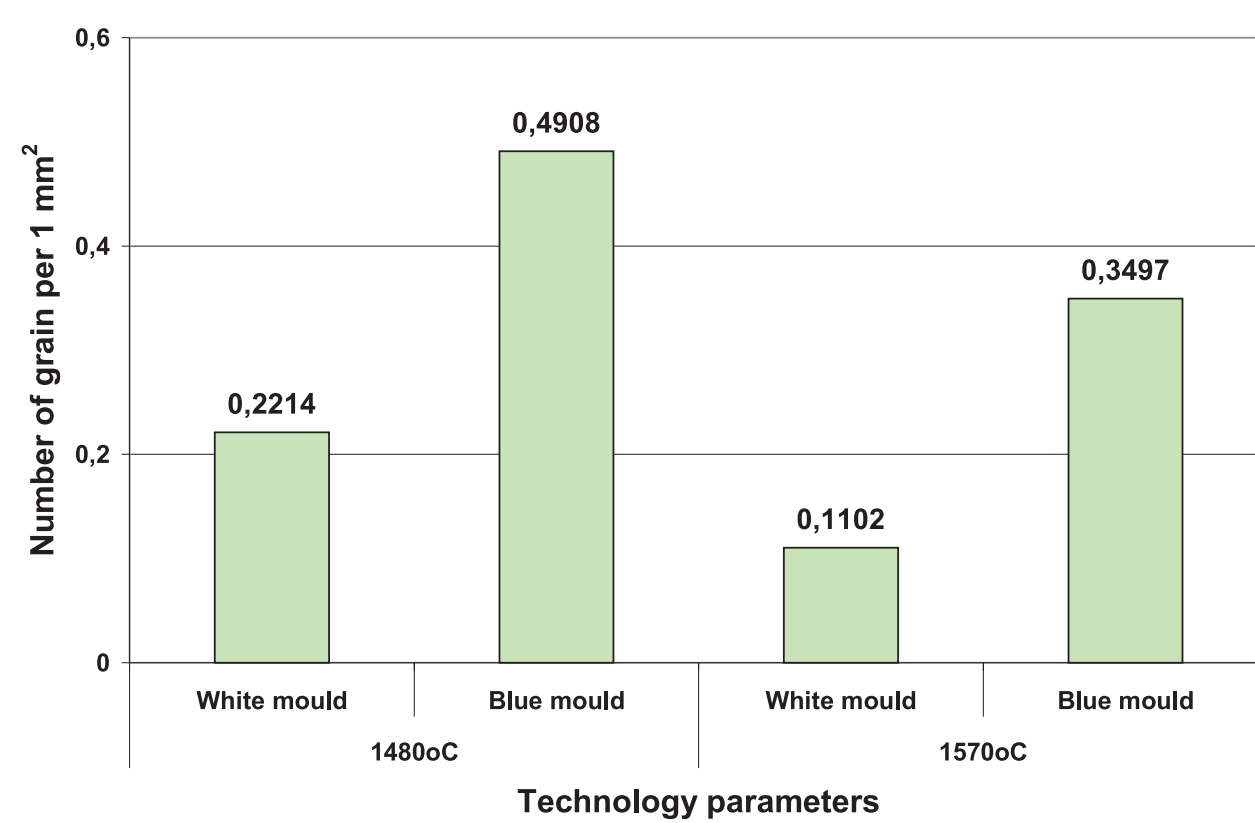
Liczba ziaren na mierzonym przekroju

Number of grains per section



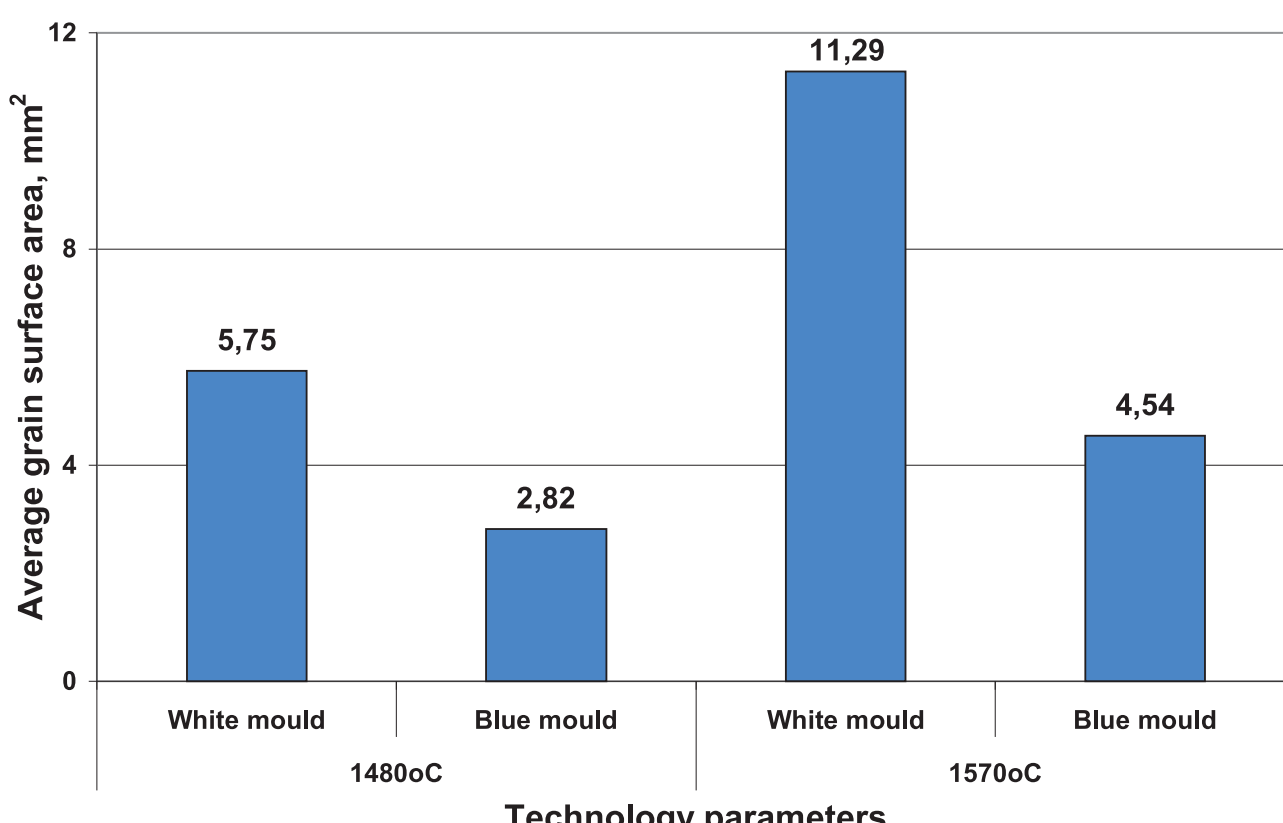
Liczba ziaren na 1mm² powierzchni

Number of grains per 1mm² vs. surface area



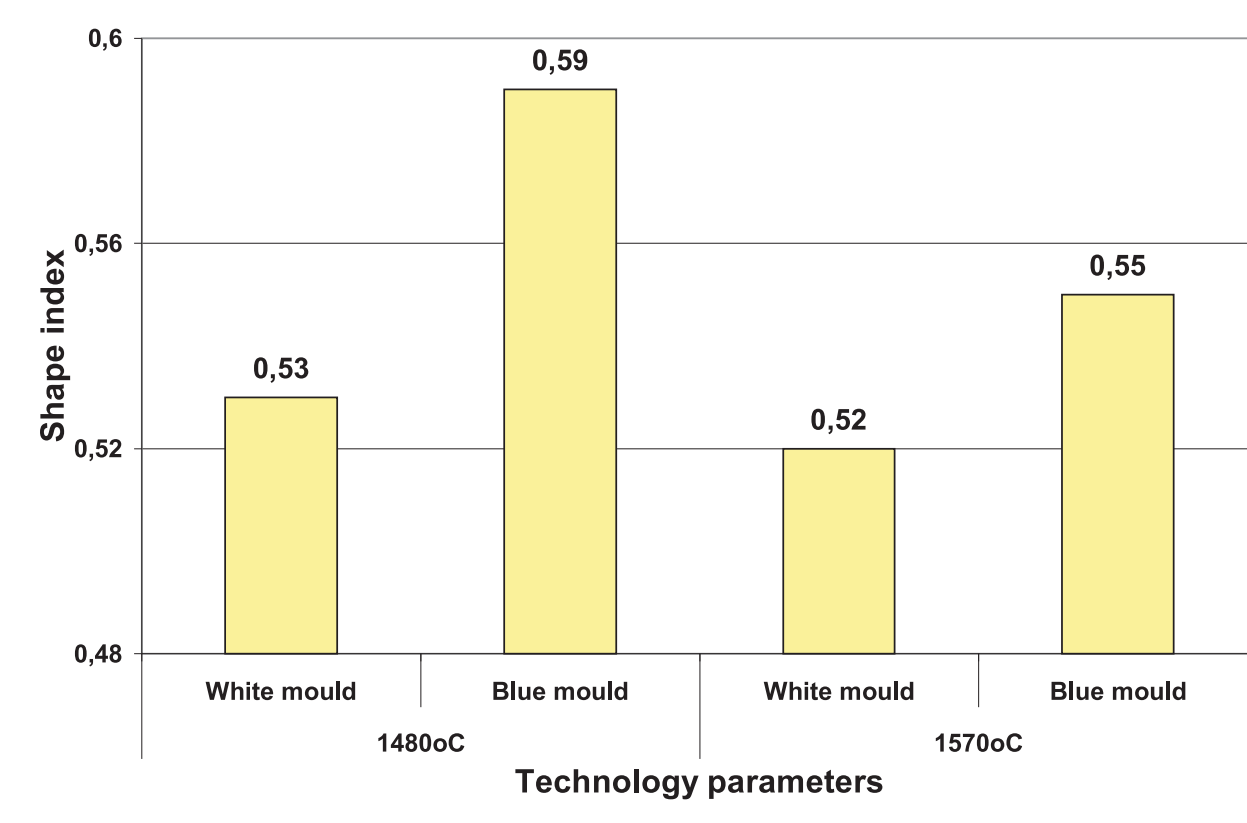
Porównanie średniej powierzchni ziaren

A comparison of the average grain surface areas



Współczynnik kształtu

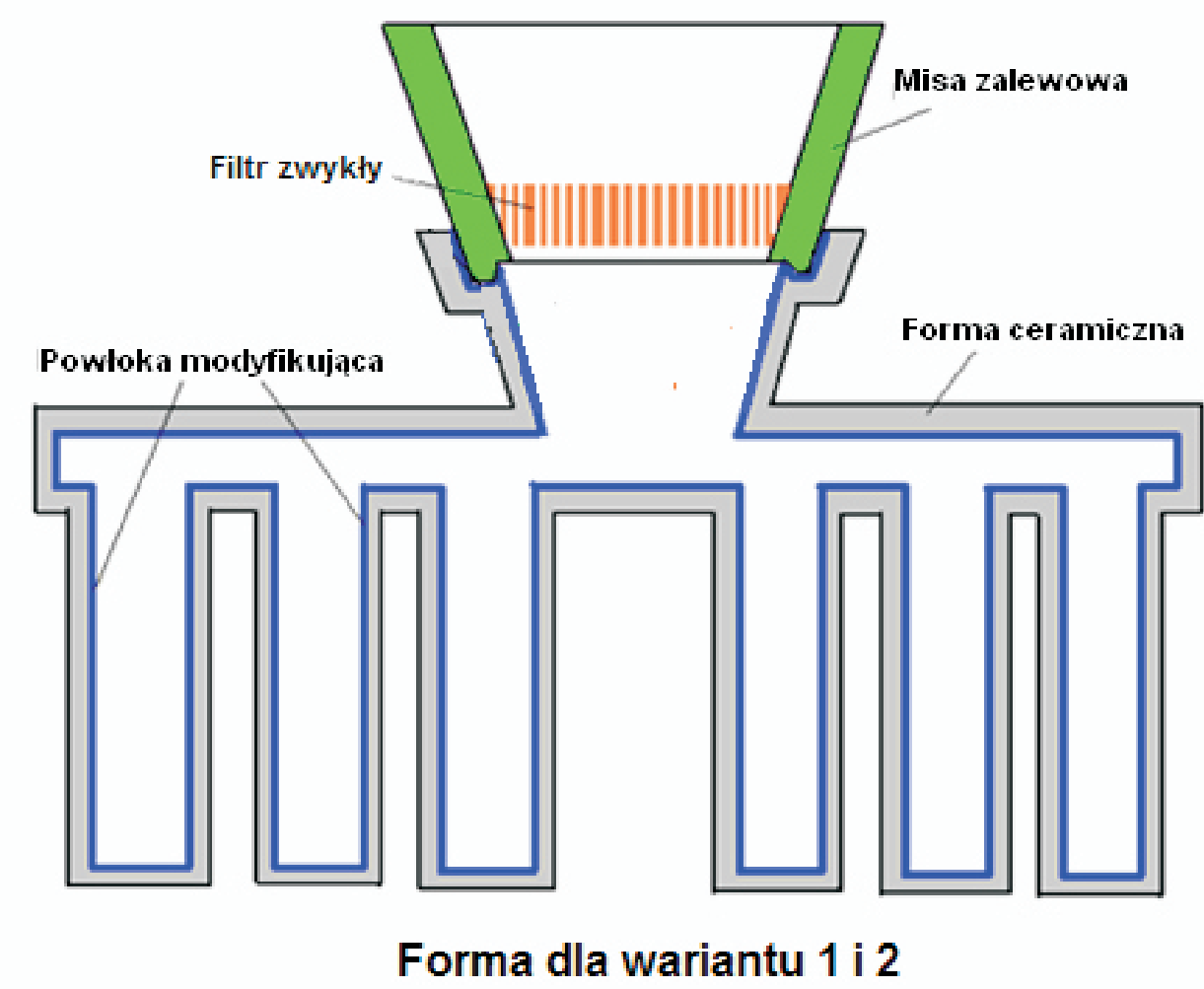
Shape index



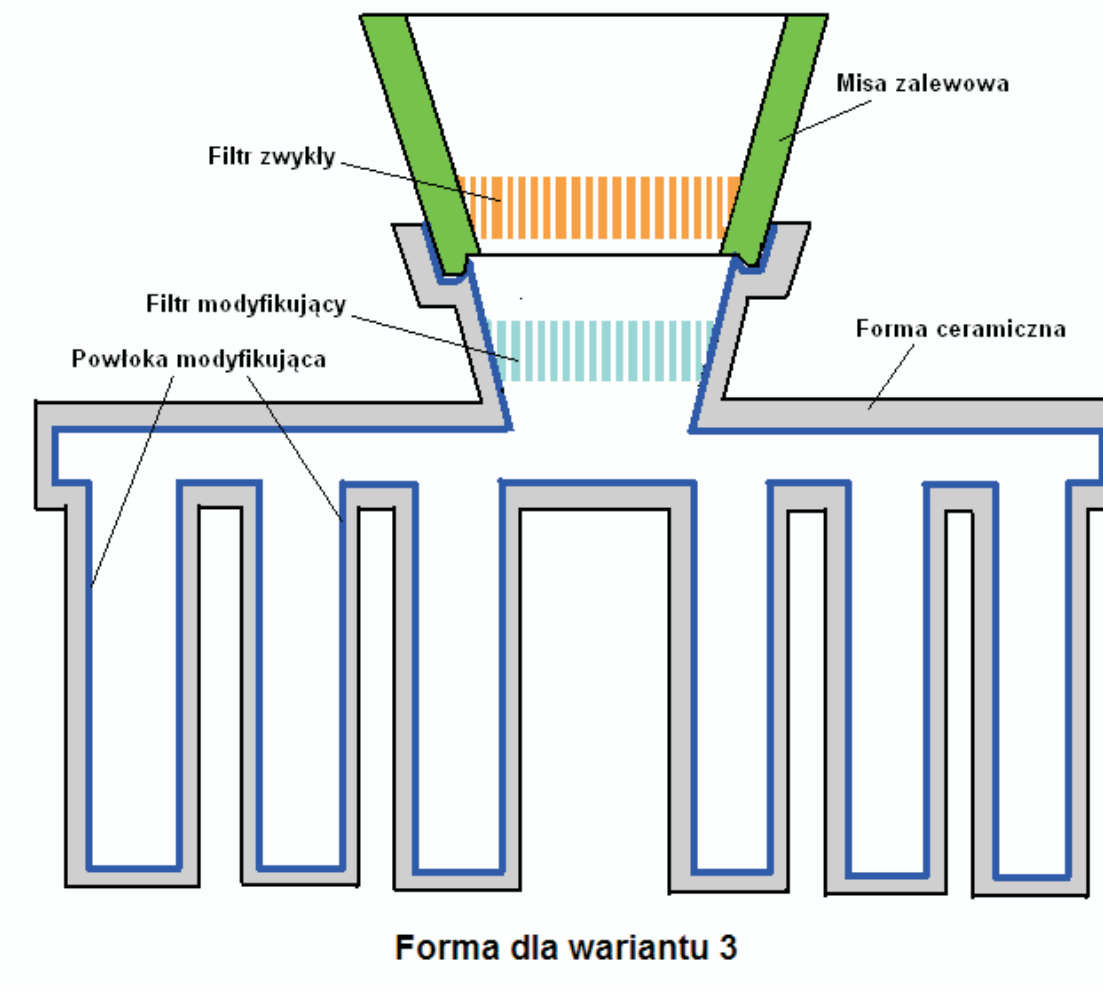
Przeprowadzenie wytopów w piecu Leybold

Powtórzone wytopy odpadów poprodukcyjnych i wlewów wsadowych, wykonując odlewy „marchewkowe” z których wykonano próbki do określenia właściwości mechanicznych (R_m, R_{p0.2}, A₅). Odlewy wykonano w formie ceramicznej w następujących trzech wariantach technologicznych:

- stop IN-713C, **wlew „master heat”**, forma niebieska (modyfikowana) z filtrem zwykłym białym w misie zalewowej,
- stop IN-713C, **odpady poprodukcyjne** (układy wlewowe), forma niebieska (modyfikowana) z filtrem zwykłym białym w misie zalewowej,
- stop IN-713C, **odpady poprodukcyjne** (układy wlewowe), forma niebieska (modyfikowana) z filtrem zwykłym białym w misie zalewowej oraz dodatkowym filtrem niebieskim (modyfikującym) w zbiorniku wlewowym formy. Schemat techniczny tych form przedstawiono poniżej.



Forma dla wariantu 1 i 2



Forma dla wariantu 3

Formy ceramiczne (odlewy próby marchewkowej), wykonany zostały w WSK Rzeszów. Przed nagrzewaniem w komorze pieca do temperatury około 1000°C, formy „ocieplono” watą izolacyjną, w celu zabezpieczenia przed szybką utratą ciepła (podobnie jak formy, w warunkach przemysłowych). Formy przedstawiono poniżej.

Ocieplona forma ceramiczna niebieska



Po założeniu misy wlewowej



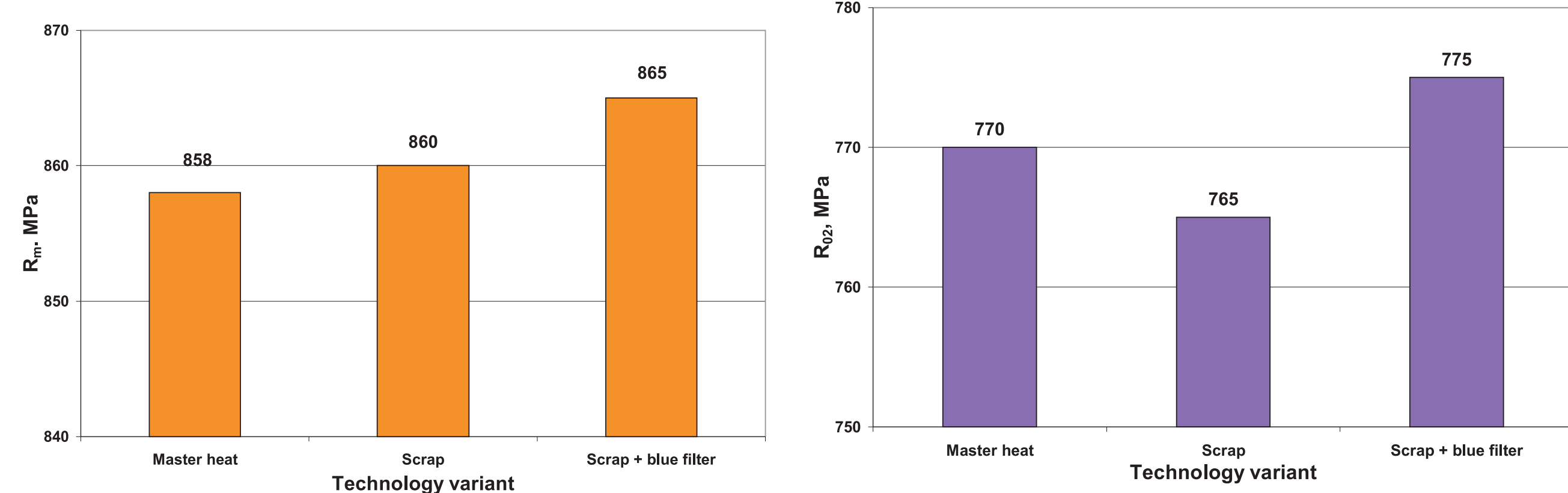
Badania porównawcze prowadzono dla stopu niklu IN-713C. Wytopy prowadzono w indukcyjnym piecu próżniowym typu IS 5/II, firmy Leybold – Heraeus. Zastosowano tygiel ubijany z masy MPI na osnowie MgO. Topienie prowadzono w próżni o wysokości 10⁻³Tr. Przed odlaniem do komory wprowadzono argon o ciśnieniu około 400Tr. Ilość wsadu 8,5 kg. Przed odlewaniem stop przegrzewano do temperatury około 1520°C. Temperatura odlewania wynosiła około 1480°C.

Przykład gotowego odlewu ze stopu In-713C.



Wyniki pomiarów właściwości mechanicznych

Właściwości wytrzymałościowe (R_m i R_{p0.2}) określono dla próbki pięciokrotnej (ø8x40), z końcówkami gwintowanymi M12. Pomiar wytrzymałości na rozciąganie przeprowadzono na maszynie MTS-810 o maksymalnej sile 250kN, ze sterowaniem TEST STAR.



Wytrzymałość na rozciąganie R_m

Granica plastyczności R_{p0.2}

Wnioski Conclusions

1. Właściwości mechaniczne (R_m, R_{p0.2}) próbek wykonanych z odpadów poprodukcyjnych nie różnią się istotnie od tych wartości uzyskanych dla próbek z wlewów „master heat” oraz ogólnie dla wytopów w WSK Rzeszów. Wyniki są zbliżone do uzyskanych poprzednio.

2. Zastosowanie dodatkowego filtra modyfikującego w zbiorniku wlewowym formy wpływa nawet na podwyższenie tych właściwości. Może być to spowodowane (obok efektu modyfikowania objętościowego) efektem dodatkowej filtracji zanieczyszczeń niemetalicznych.

Podsumowanie

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 wytapiania. Pozostałe składniki utrzymują się w granicach normy, zwłaszcza Cr, Al, Ti, Mo i Nb. Z kolei wartość temperatury „m” ma wpływ na temperaturę odlewania. Zatem obniżenie zawartości węgla wpływa przy ustalonej temperaturze odlewania (około 1460°C) na obniżenie stopnia przegrzania, a tym samym leśności stopu.

Conclusions

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 re-melting. Content of other alloying elements (mainly Cr, Al, Ti, Mo and Nb) stay in the norm between re-melts. 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

- F. Binczyk, J. Cwajna, P. Gradoń, M. Mańka, R. Findziński ; **Surface modification of cored thin walled castings of nickel superalloy IN-713C**, Archives of Foundry Engineering, vol.15, Issue 2, 2015.
- F. Binczyk, P. Gradoń.; **Wpływ temperatury odlewania na efekt kompleksowej modyfikacji struktury pierwotnej odlewów z nadstopu niklu IN-713C**, Archives of Foundry Engineering, vol.15, Issue 4, 2015. (w przygotowaniu)
- Cieśla M., Binczyk F., Mańka M., Junak G.: **Trwałość w warunkach cyklicznego pękania nadstopów niklu MAR-247 i IN-713C**, Archives of Foundry Engineering, vol.15, Issue 4, 2015.

Referaty

- F. Binczyk: **Modyfikacja powierzchniowa rdzeniowanych odlewów cienkościennych z nadstopu niklu IN-713C**”, XVI Konferencja Naukowa "Optymalizacja Systemów Produkcji w Odlewniach": 22-24. 06. 2015, Łódź 1.
- Cieśla M.: **"Trwałość w warunkach cyklicznego pękania nadstopów niklu MAR-247 i IN-713C"**, 55 Międzynarodowa Konferencja Naukowa „Krystalizacja i Krzepnięcie Metalu”. 2-4. 09. 2015, Busko-Zdrój - Kielce.
- Binczyk F.: **"Wpływ temperatury odlewania na efekt kompleksowej modyfikacji struktury pierwotnej odlewów z nadstopu niklu IN-713C**, 55 Międzynarodowa Konferencja Naukowa „Krystalizacja i Krzepnięcie Metalu”. 2-4. 09. 2015, Busko-Zdrój -Kielce.

Prace mgr, dr, hab.:

Prace doktorskie:

- Paweł Gradoń: **„Procesy fizykochemiczne w układzie forma- modyfikator-ciekły stop, kształtujące makro- i mikrostrukturę wybranych nadstopów niklu”**. Po recenzjach, Obrona pracy przewidziana na 06. 2015r. Promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
- Marcin Mańka: **Analiza struktury i właściwości mechanicznych nadstopów niklu IN-713C i MAR-247 otrzymanych po przetopie odpadów poprodukcyjnych** Przewód otwarty 15. 01. 2013r. Promotor: dr hab. inż. Marek Cieśla, prof. Pol. SI.