

# Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym

## Modern material technologies in aerospace industry

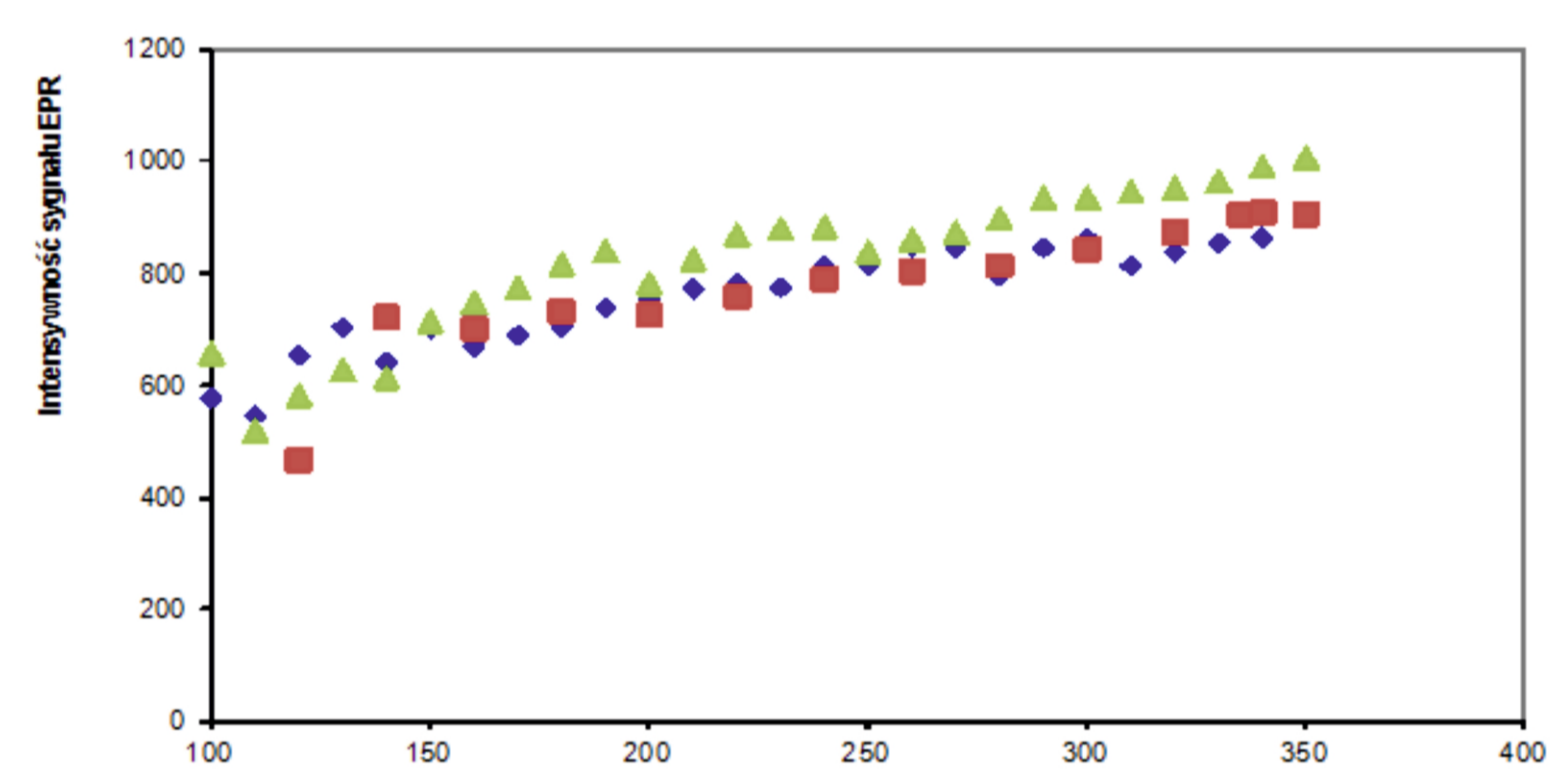
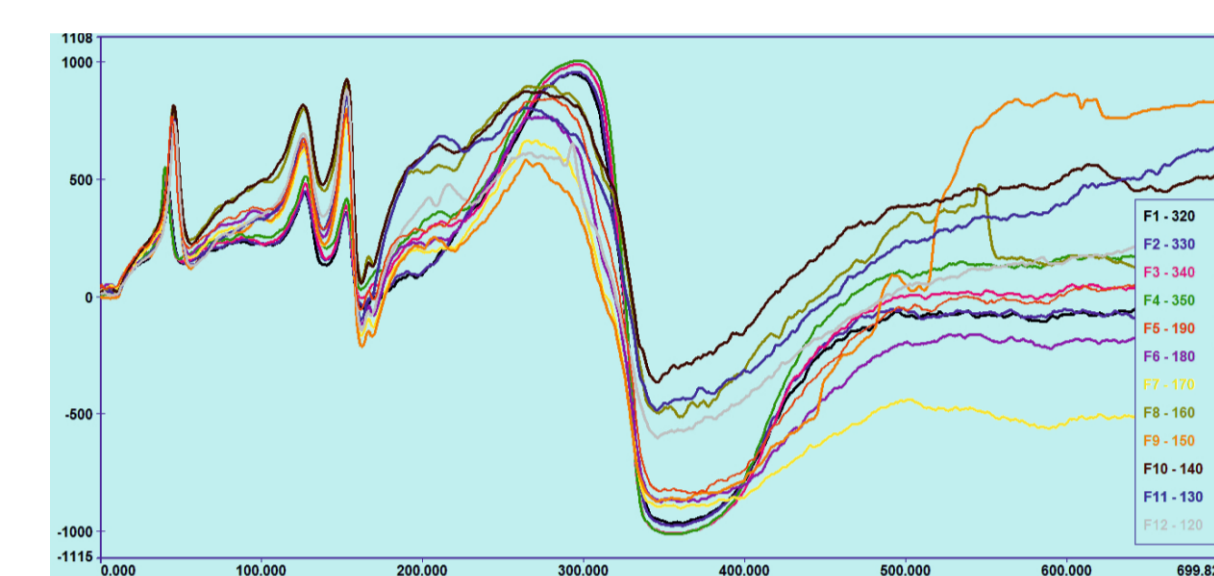
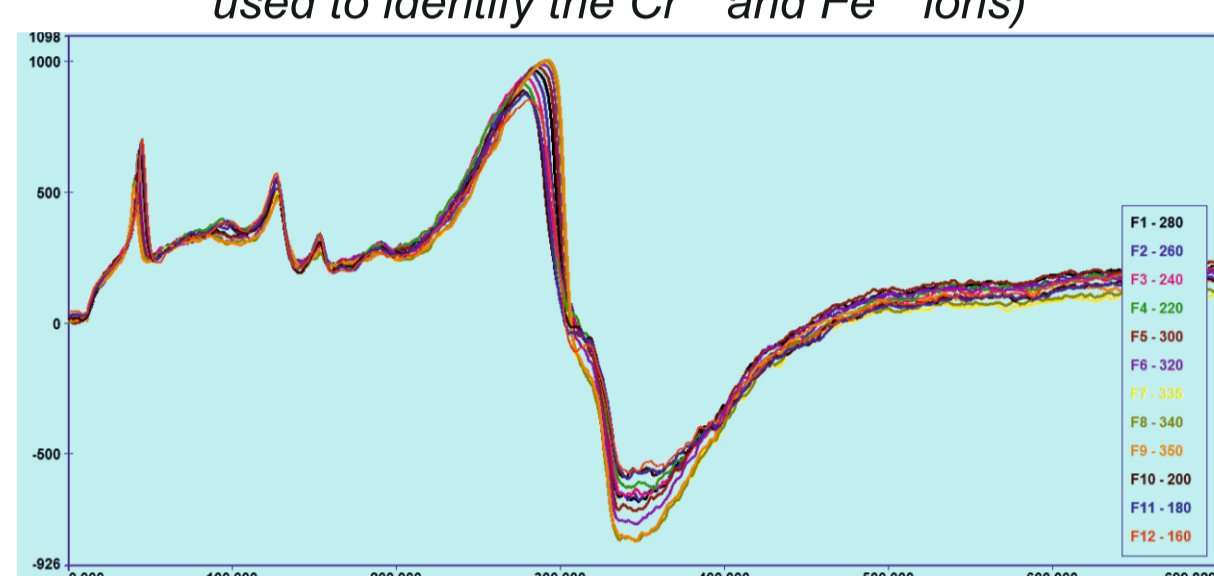
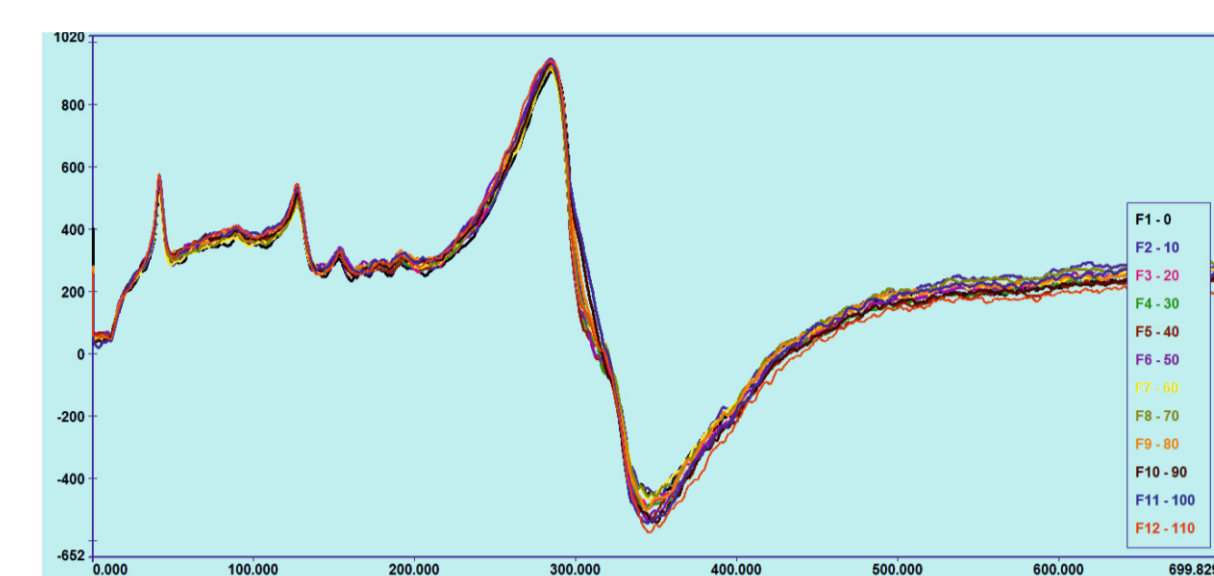
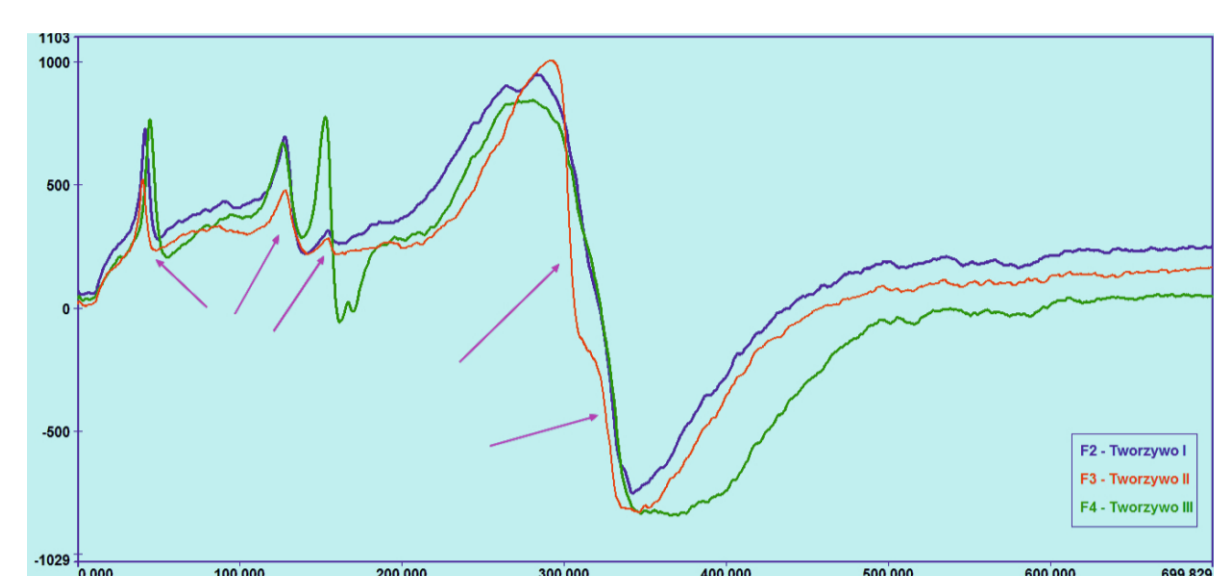
### Materiały lotnicze o zaawansowanej strukturze (monokryształ, krystalizacja kierunkowa)

### Aeronautical materials of advanced structure (monocrystal, directional crystallization)

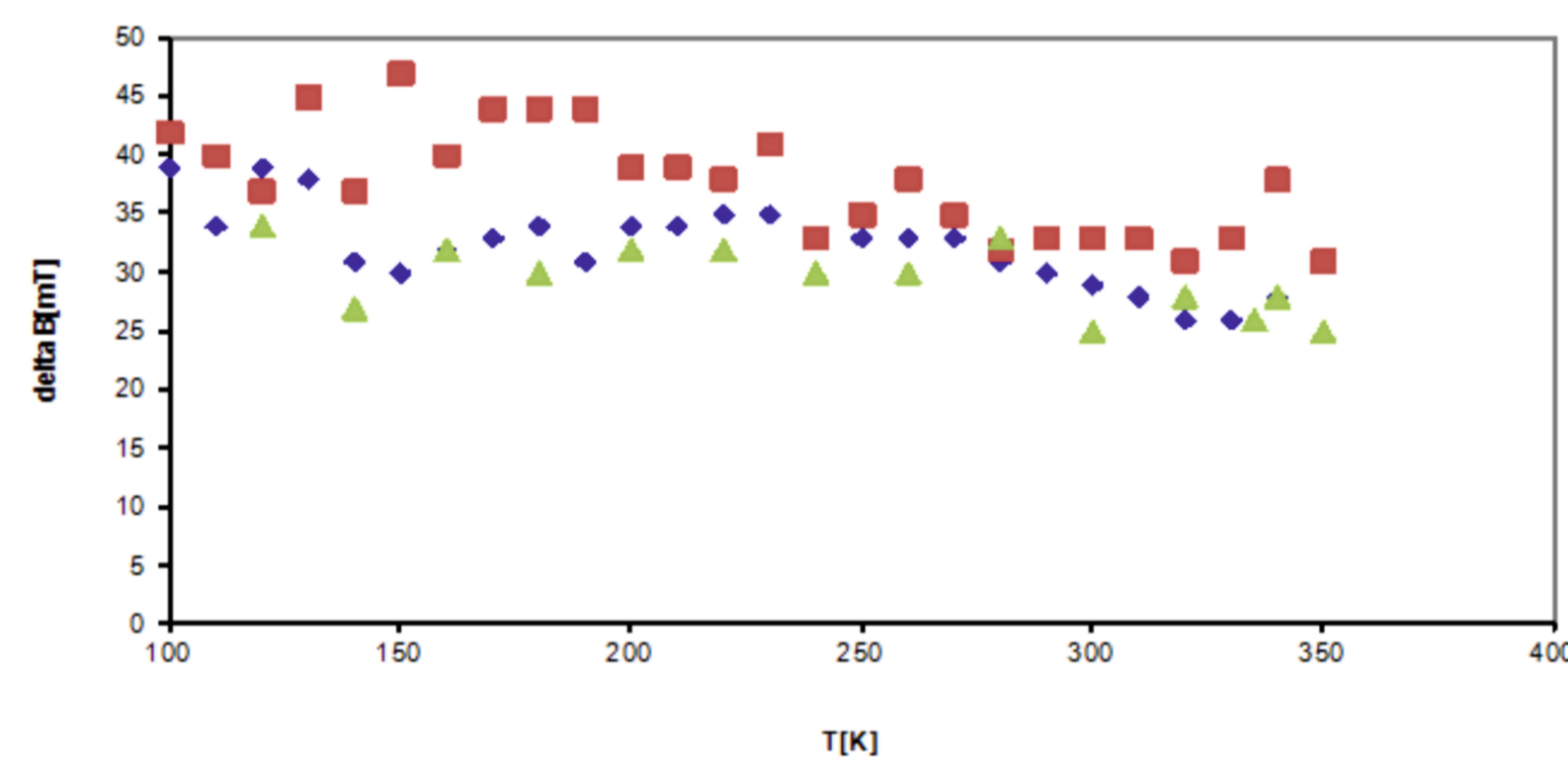
Politechnika Rzeszowska, Politechnika Śląska, Politechnika Warszawska, Uniwersytet Rzeszowski

#### Wyniki badań Results

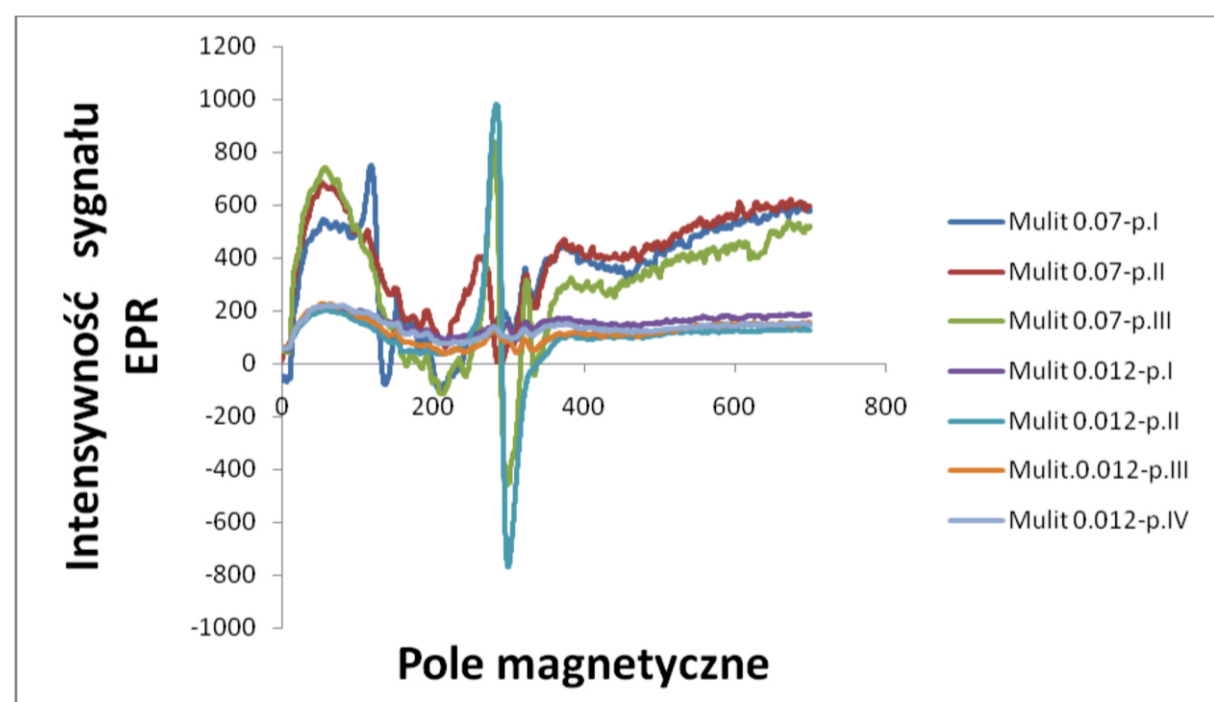
Badania proszków: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> i mullitu metodą EPR, pochodzące z różnych partii od różnych dostawców.  
Badania rdzeni ceramicznych wytwarzanych metodą wtrysku wysokociśnieniowego. Na rysunkach przedstawiono otrzymane zależności kątowe i temperaturowe.



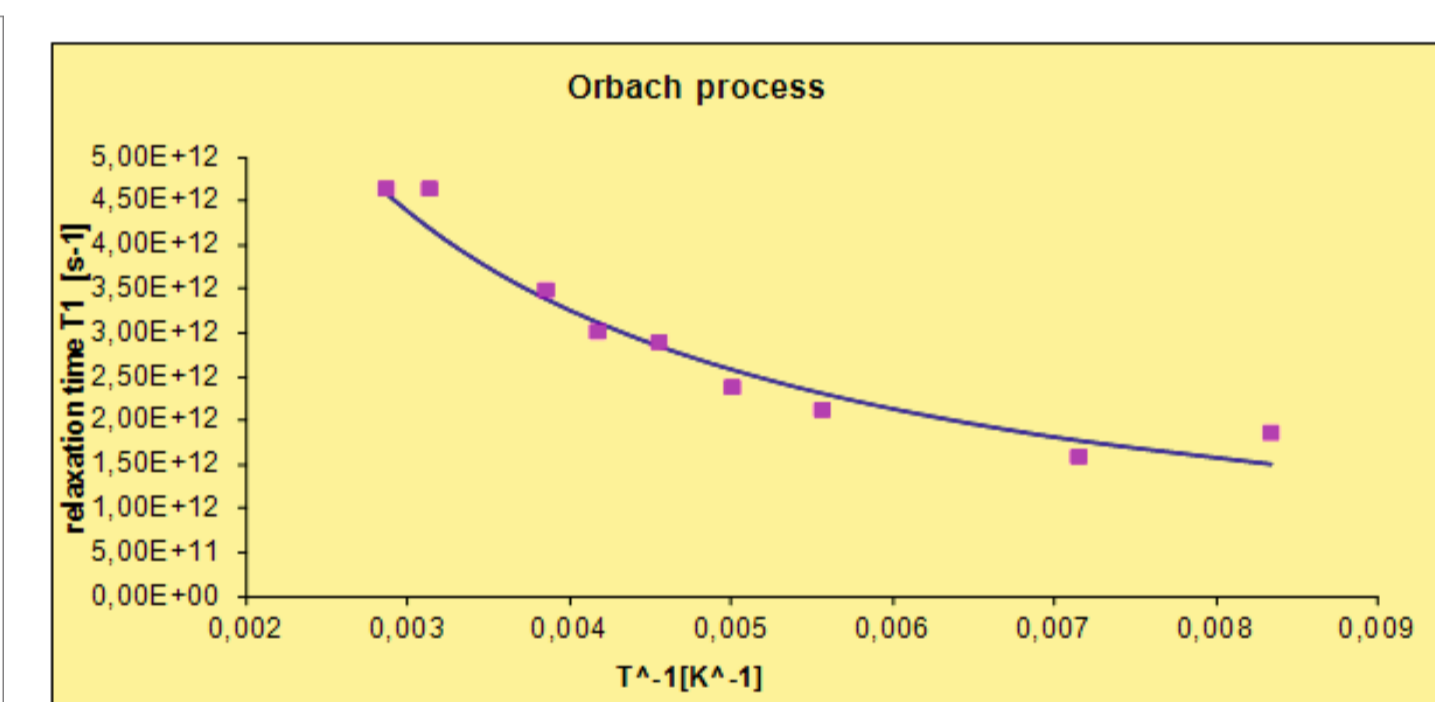
Rys. Zależności temperaturowe intensywności widm EPR dla rdzeni z tworzywa I, II i III. Fig. The temperature dependences of EPR spectra intensity for cores made of materials I, II, and III.



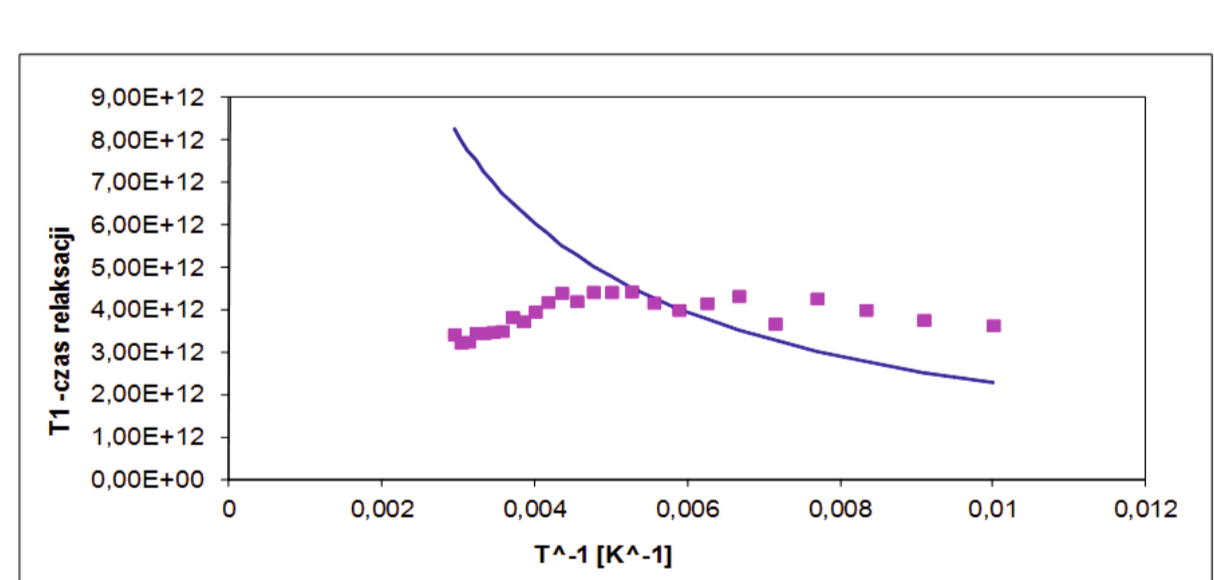
Rys. Zależności temperaturowe szerokości linii EPR dla rdzeni z tworzywa I, II i III. Fig. The temperature dependences of EPR line width for cores made of materials I, II, and III.



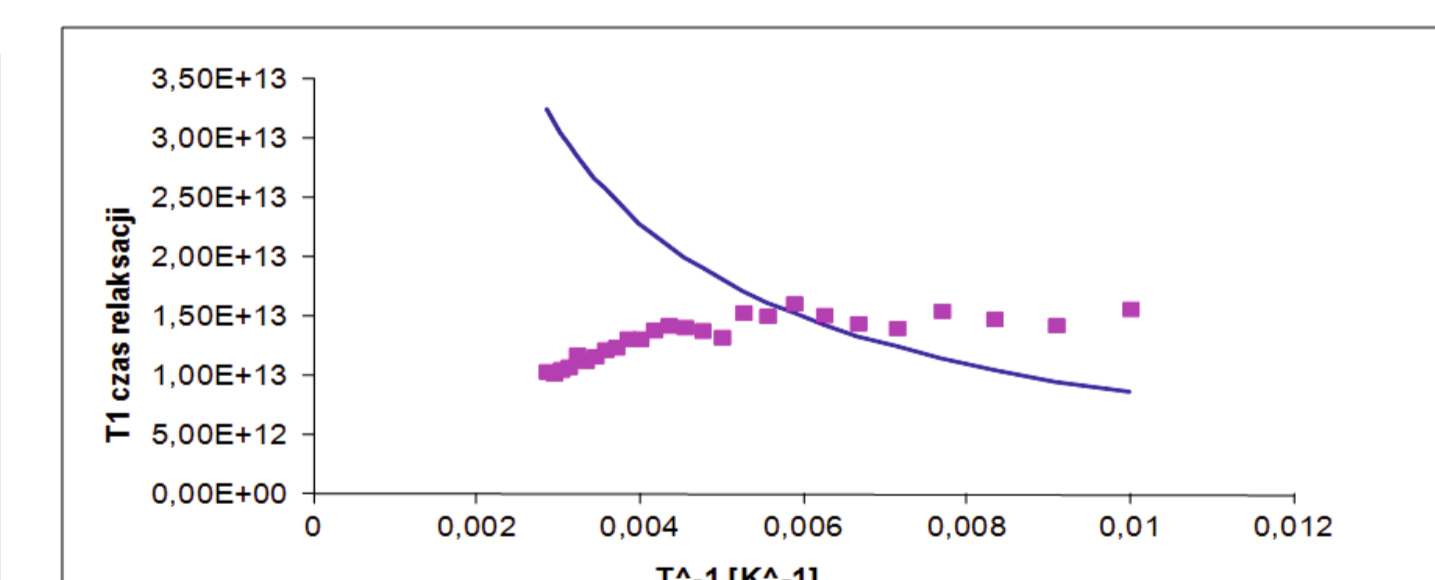
Rys. Zestawienie widm EPR dla mullitów z różnych partii. Fig. The EPR spectra obtained for mullites from various batches.



Rys. Proces Orbacha - mullit. Fig. Orbach process - mullite.



Rys. Proces Orbacha - ZrO<sub>2</sub>. Fig. Orbach process - ZrO<sub>2</sub>.



Rys. Proces Orbacha - rdzeń z materiału nr 1. Fig. Orbach process - the core made of material no. 1.

W badanych materiałach stwierdzono różnice w zawartości jonów Cr<sup>3+</sup> i Fe<sup>3+</sup> i niejednorodności, które powiązano jako możliwe źródło pęknięcia rdzeni jeżeli składniki nie zostaną dobrze wymieszane. Otrzymano dobrą zgodność dla widm EPR dla mullitu natomiast dla ZrO<sub>2</sub> i rdzeni ceramicznych nie otrzymano zgodności. Powodem braku zgodności jest prawdopodobnie nakładanie się sygnałów EPR pochodzących od różnych kompleksów które wzajemnie się kompensują. It has been noticed that there is a difference in Cr<sup>3+</sup> and Fe<sup>3+</sup> ions content in analysed materials. The observed inhomogeneities were identified as a possible cause of cracking of the cores in case the components weren't mixed well enough. As a result, a very good consistency of the mullite EPR spectra was obtained, while for ZrO<sub>2</sub> and ceramic cores no conformity was observed. The interference of EPR signals originating from different and mutually compensating complexes, is a possible cause of this consistency deficiency.

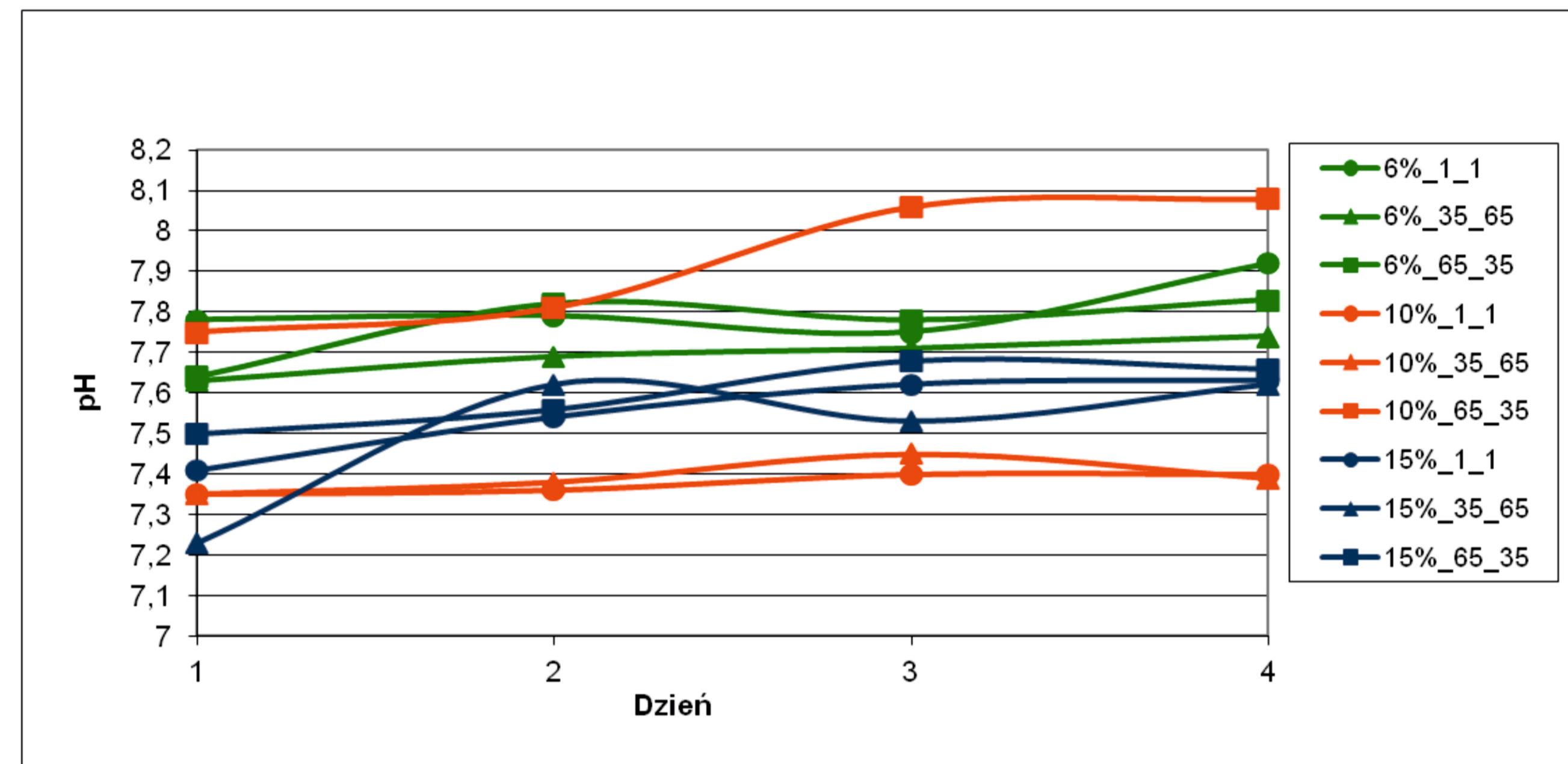
#### Wytwarzanie mieszanek ceramicznych

Określono wpływ objętości względnej proszków tlenku glinu o różnych rozmiarach cząstek. Badania właściwości technologicznych doświadczalnych mieszanek formierskich:  
- gęstość,  
- pH,  
- lepkość względna,  
- test płyty.

Badania lepkości dynamicznej mieszanek z Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (mesh 30-200) w wiskozymetrze rotacyjnym metodą cylindrów współosiowych

#### Odczyn mieszanek

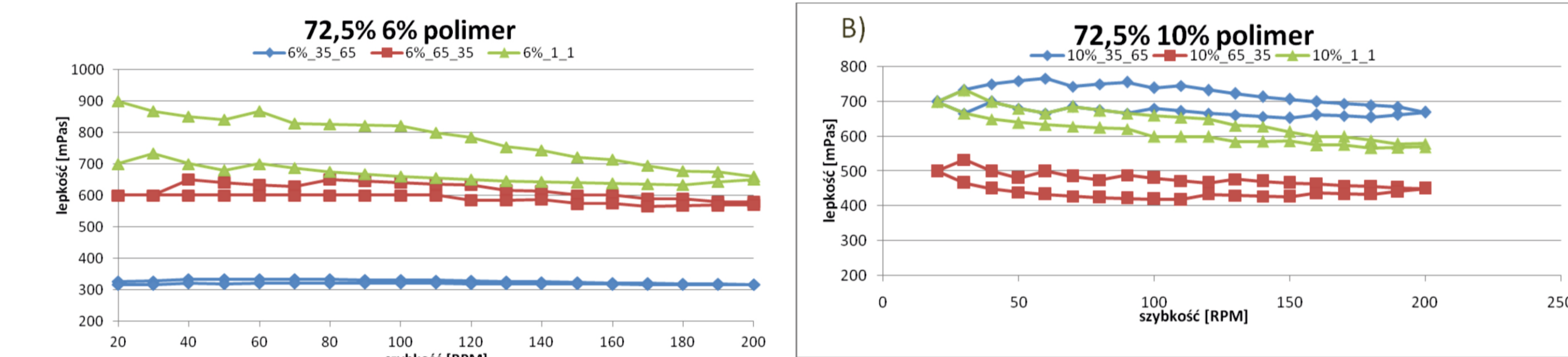
Zawartość polimeru\_ objętość względna Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 200#\_ objętość względna Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 030#



Rys. Zmiana pH mieszanek w zależności od zawartości polimeru i objętości względnej Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Fig. Variation of mixtures pH depending on the polymer content and the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> relative volume.

Odczyn mieszanek zbliżony jest do odczynu spoiwa Evonik. Największą stabilność odczynu u mają mieszanki zawierające 6% polimeru. The mixtures reaction is similar to the one of Evonik bond. The mixtures with polymer content of 6% are characterized by the best stability.

#### Lepkość dynamiczna mieszanek (1)



Rys. Zmiana lepkości dynamicznej mieszanek. Fig. Variation of dynamic viscosity of the mixtures.

Masy mają charakter tiksotropowy. Dla zawartości 6% i 10% polimeru stosunek proszku ma większy wpływ niż dla zawartości 15%. Zwiększenie zawartości polimeru spowodowało wzrost lepkości mieszanki zawierającej 35% proszku 200 i 65% proszku 030. The masses have a thixotropic character. The powder ratio has greater influence for polymer content of 6% and 10%, than for the value of 15%. A rise of polymer content resulted in the increase of viscosity of the mixture containing 35% of 200 powder and 65% of 030 powder.

#### Wytwarzanie form ceramicznych - kontynuacja

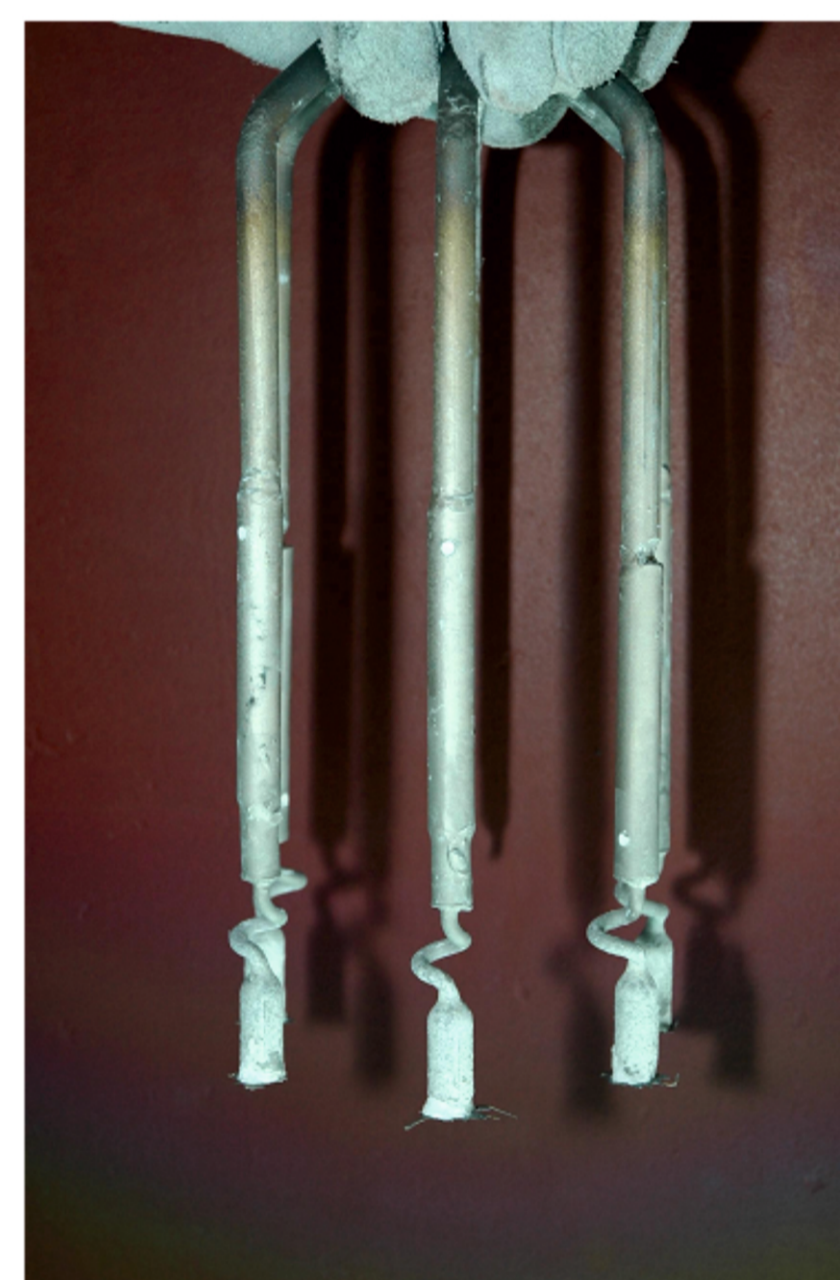
Wytwarzanie modeli i zestawów woskowych - wykonano 30 szt.



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



Rys. Forma ceramiczna po wypaleniu. Fig. Ceramic shell mould after the burning process.

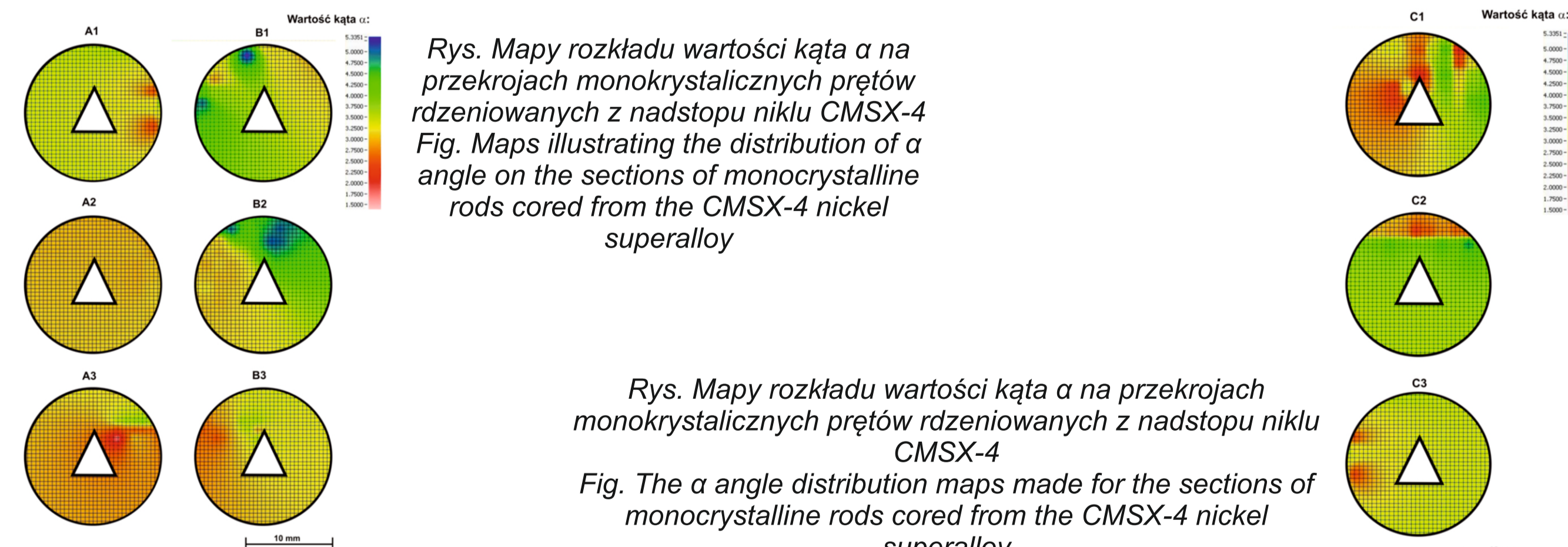


Rys. Odlew po wybiuciu z formy ceramicznej. Fig. Cast after knocking out of ceramic shell mould.

Odlewanie monokryształicznych prętów rdzeniowych - wykonano 30 odlewów - stop - CMSX-4

- temperatura zalewania - 1525 oC  
- prędkość wyciągania formy - 4-5 mm/min  
Nie stwierdzono wad makroskopowych w odlewach wytwarzanych z prędkością 4-5 mm/min. In the casts manufactured with a velocity of 4-5 mm/min no macroscopic defects were detected.

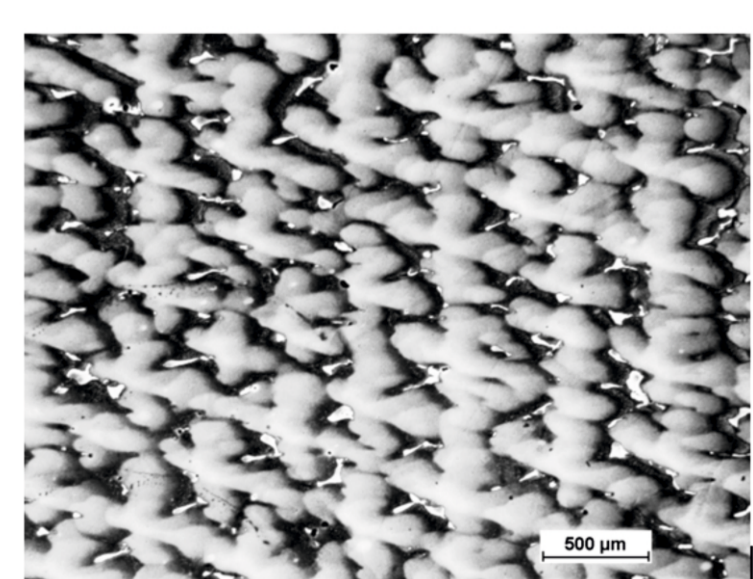
Badanie doskonałości krystalicznej odlewów. Doskonałość strukturalną rdzeniowych monokryształicznych odlewów ze stopu CMSX-4 określono metodą dyfraktometryczną na specjalizowanym dyfraktometrze CA-FG.



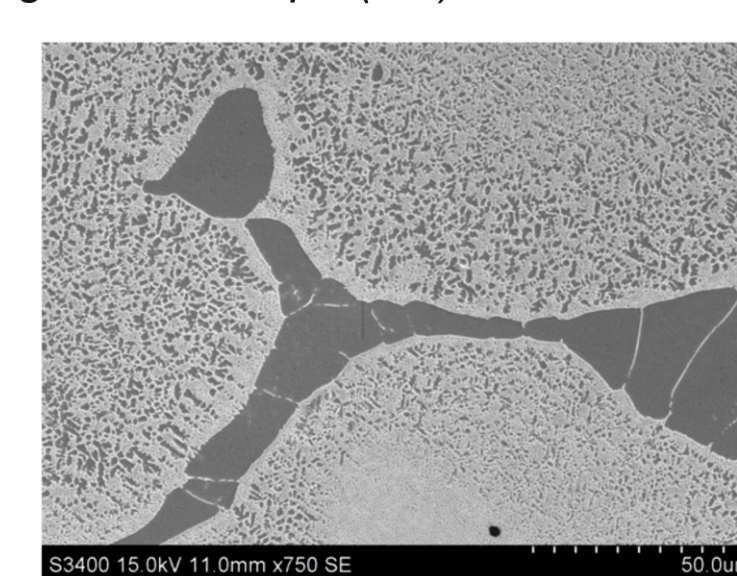
Rys. Mapy rozkładu wartości kąta alpha na przekrojach monokryształicznych prętów rdzeniowych z nadstopu niklu CMSX-4. Fig. Maps illustrating the distribution of alpha angle on the sections of monocrystalline rods cored from the CMSX-4 nickel superalloy.

#### Badania mikrostruktury

Obserwacje mikrostruktury wykonano metodą mikroskopii świetlnej i elektronowej mikroskopii skaningowej.

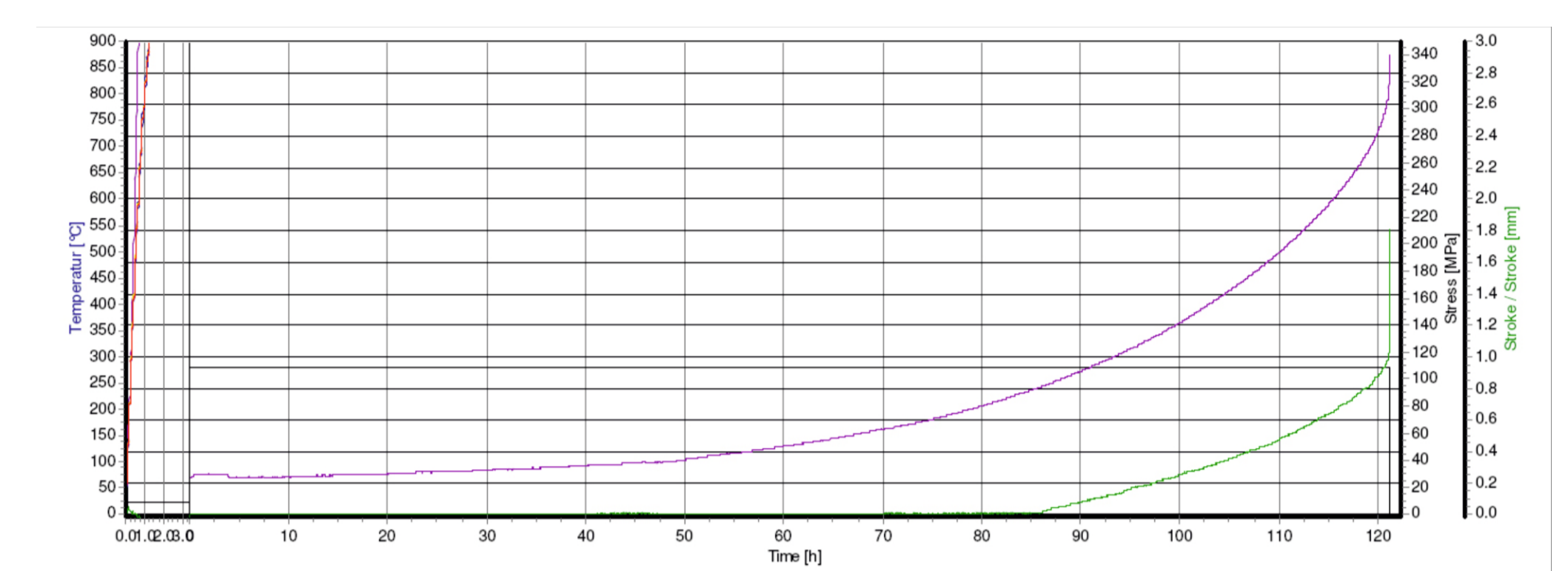


Rys. Mikrostruktura monokryształicznych prętów rdzeniowych ze stopu CMSX-4 w stanie lany - przekrój poprzeczny. Mikroskop świetlny (LM). Fig. Microstructure of monocrystalline rods cored from the CMSX-4 nickel superalloy in the as-cast state - longitudinal section. Light microscope (LM).



Rys. Mikrostruktura monokryształicznych prętów rdzeniowych ze stopu CMSX-4 w stanie lany - przekrój poprzeczny. Elektronowy mikroskop skaningowy (SEM). Fig. Microstructure of monocrystalline rods cored from the CMSX-4 nickel superalloy in the as-cast state - cross section. Scanning electron microscope (SEM).

Wyniki badań właściwości mechanicznych - próba pełzania. Warunki próby pełzania: Temperatura - 982 oC, Napężenie - 248 MPa.



Rys. Wytrzymałość na pełzanie monokryształicznego stopu CMSX-4 - stan umocnienia wydzieleniowo - czas do zerwania 126 godz. Fig. Creep strength of the monocrystalline CMSX-4 alloy - state of precipitation hardening. Time to

Doskonałość krystaliczna odlewów oraz właściwości mechaniczne spełniają wymagania norm stosowanych w przemyśle lotniczym. Structural perfection of casts and mechanical properties satisfy the requirements of norms applied in the aircraft industry.

#### Wnioski Conclusions

Przeprowadzono identyfikację centrów paramagnetycznych występujących w badanych materiałach uwzględniając położenie i kształt linii EPR. W badanych materiałach zaobserwowano różnice w zawartości jonów Cr<sup>3+</sup> i Fe<sup>3+</sup> i niejednorodności które powiązano jako możliwe źródło pęknięcia rdzeni jeżeli składniki nie zostaną dobrze wymieszane. Dokonano interpretacji i analizy widm EPR dla rdzeni ceramicznych, mullitu i ZrO<sub>2</sub> za pomocą modelu Orbacha. W wyniku otrzymano dobrą zgodność dla widm EPR dla mullitu natomiast dla ZrO<sub>2</sub> i rdzeni ceramicznych nie otrzymano zgodności. Powodem braku zgodności jest prawdopodobnie nakładanie się sygnałów EPR pochodzących od różnych kompleksów które wzajemnie się kompensują.

Identification of the paramagnetic centres based on the analysis of the EPR line shapes as well as the line positions in magnetic field was performed. For the ceramic cores obtained by high-pressure injection method the angular dependence of the EPR spectra was received. In the studied materials differences in content of Cr<sup>3+</sup> and Fe<sup>3+</sup> ion and heterogeneity have been observed, which have been associated as a possible source of cracking if the core components have been not good mixed. The temperature dependence of the EPR line of the peak-to-peak (Bpp) line widths were also measured. From these measurement, the values of the broadening (delta B) of the EPR line width, can be determined. The analysis of temperature dependence for the EPR linewidth in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, mullite and ZrO<sub>2</sub> powders and ceramic cores was performed with use of Orbach process. The result was good agreement for mullite whereas for ZrO<sub>2</sub> and ceramic cores compatibility has not been received. The reason for disagreement is probably overlap in the EPR signals from different complexes, which are mutually compensated.

#### Przykłady współpracy z przemysłem lotniczym Collaboration with aviation industry

Współpraca z Wydziałem Odlewni Precyzyjnej W-50 WK „PZL-Rzeszów” S. A. w zakresie wytwarzania monokryształicznych łopatek turbin silników lotniczych.

Współpraca z Instytutem Energetyki CEREL - Boguchwała w zakresie wytwarzania rdzeni ceramicznych

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

#### Referaty

1. Stefaniuk I., Rogalska I., Potera P., Wróbel D.: **The EPR measurements of the ceramics cores used in aircraft industry**, II FORUM EMR-PL, Częstochowa - Hucisko 16-18 05.2012, Conference Proceedings, p.37

#### Publikacje

1. Budzik G., Lipiński Z., Dziubek T., Bernaczek J., Magniszewski M., Tytak J.: **Odlewnicze prototypy dla lotnictwa**. Stal. Metale. Nowe technologie 5-6 (2012) 154-155  
2. Onyszko A., Szular A., Motyka M., Lipiński Z.: **Microstructural evaluation of CMSX-4 superalloy single crystal castings of various geometry**. Inżynieria Materiałowa 31 (2010) 3 618-621

#### Publikacje planowane:

1. Szeliga D., Kubiak K., Suchy J. S., Jarczyk G.: Rozkład wartości temperatury w monokryształycznym odlewie z nadstopu niklu CMSX-4 wytwarzanym metodą Bridgmana  
2. Szeliga D., Kubiak K., Burbelko A.: Symulacja numeryczna procesu krystalizacji kierunkowej odlewów wytwarzanych metodą Bridgmana z nadstopu niklu CMSX-4  
3. Szeliga D., Kubiak K.: Oddziaływanie przegrody cieplnej na prognozowany rozkład wartości gradientu temperatury w odlewie monokryształicznym z nadstopu niklu CMSX-4 wytwarzanym metodą Bridgmana  
4. D. Szeliga, K. Kubiak: Gradient temperatury w kierunkowo krystalizowanym odlewie metodą Bridgmana z nadstopu niklu CMSX-4 - badania doświadczalne  
5. Szeliga D., Kubiak K.: Gradient temperatury w kierunkowo krystalizowanym odlewie metodą Bridgmana z nadstopu niklu CMSX-4 - symulacja numeryczna

#### Prace mgr. dr. hab.

Prace inżynierskie obronione: Barbara Stefaniuk: „Symulacja numeryczna mikrostruktury odlewów kształtowanej w procesie krystalizacji kierunkowej metodą Bridgmana z weryfikacją doświadczalną” Politechnika Rzeszowska - promotor: dr inż. Andrzej Nowotnik

#### Prace magisterskie planowane

Karolina Socha - „Badanie centrów paramagnetycznych metodą EPR w materiałach wejściowych oraz w formach ceramicznych stosowanych w przemyśle lotniczym”. Promotor: dr Ireneusz Stefaniuk, planowany termin obrony pracy - 06.2012.  
2. Tomasz Rzeznikiewicz - „Badanie metodą EPR proszków ZrO<sub>2</sub> i innych stosowanych na formy ceramiczne”. Promotor: dr Ireneusz Stefaniuk, planowany termin obrony pracy - 06.2012.

#### Prace doktorskie

Tytuł: **Wpływ gradientu temperatury na kształtowanie frontu krystalizacji monokryształicznych odlewów z nadstopów niklu**, Autor: mgr inż. Dariusz Szeliga

Promotor: dr hab. inż. Krzysztof Kubiak, prof. PRZ  
Status: **Otwarty przewód doktorski - planowana obrona 2013**

#### Prace habilitacyjne

Tytuł: **Tytuł pracy**  
Autor: Autor pracy  
Status: (np. „W trakcie realizacji przygotowania do druku”, „W trakcie opracowania wydawniczego”, „Praca po obronie”)

#### Zgłoszenia patentowe

Metoda badania doskonałości struktury monokryształów - przyjęte