

# 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

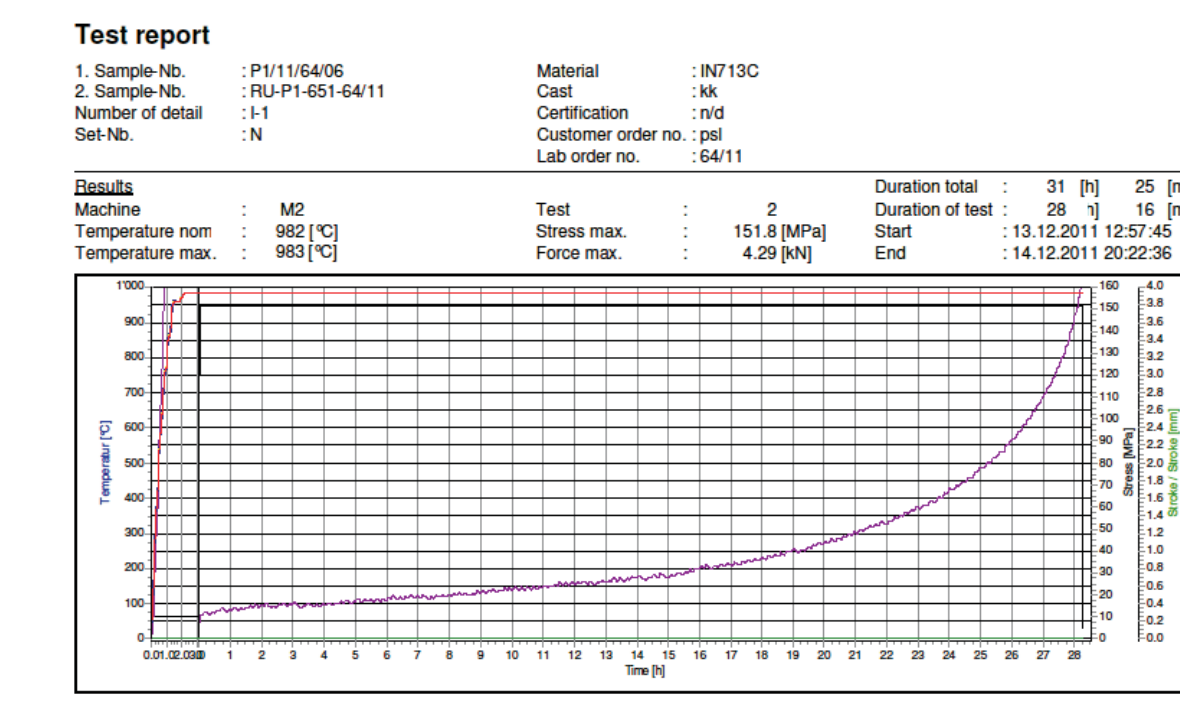
Politechnika Śląska, Politechnika Warszawska, Politechnika Rzeszowska

#### Wyniki badań Results

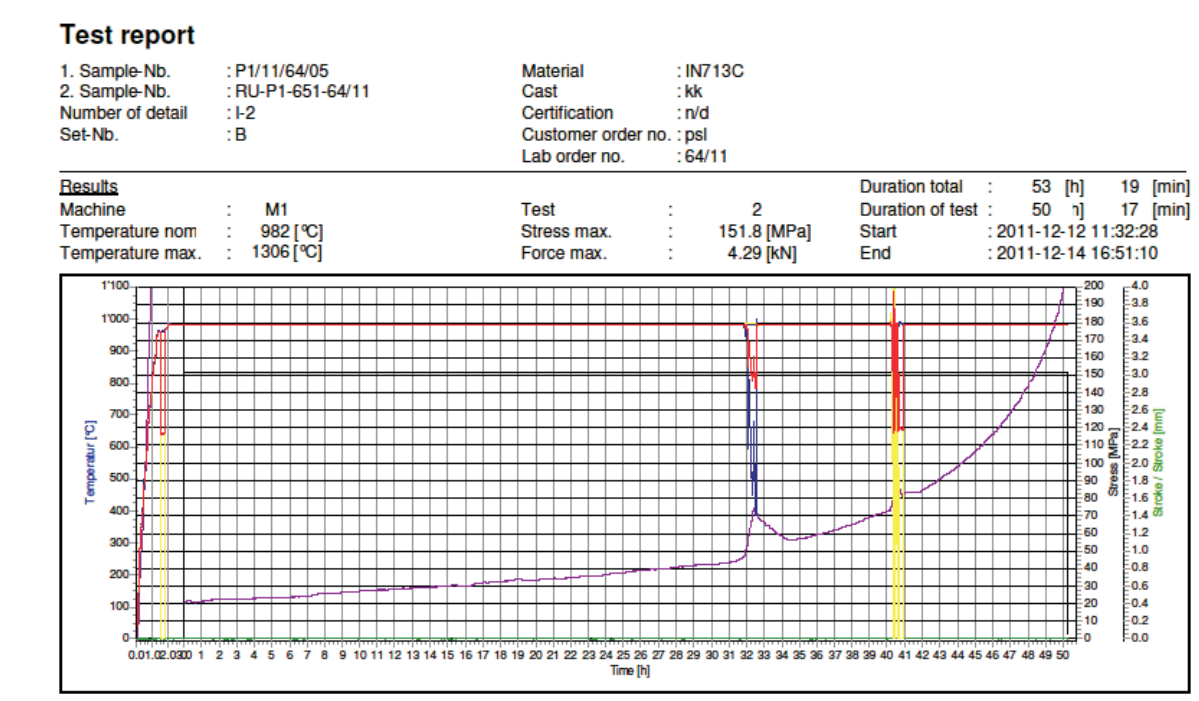
#### Skład chemiczny poszczególnych wytopów

#### Chemical composition individual melts

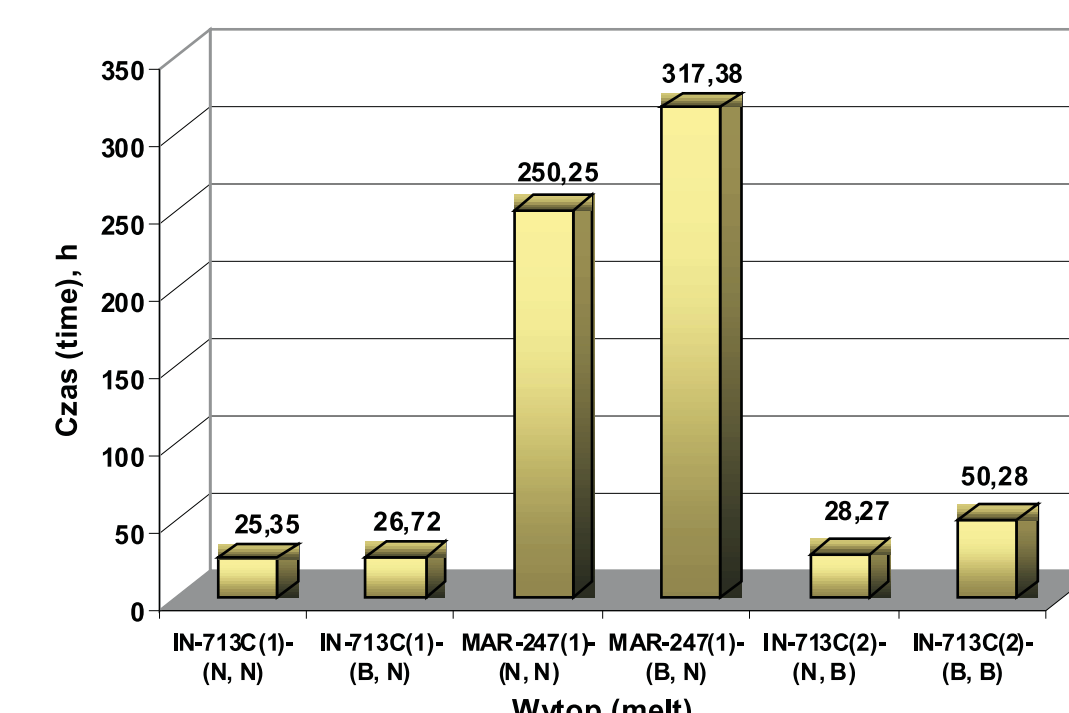
Wytop Melt	Zawartość % masowy													
	Cr	Mo	Co	Ti	Al	Nb	W	C	Hf	Ta	Si	Zr	Ni	
IN-713C (N,N)	13,0	5,76	0,045	0,9	5,91	3,01	0,04	0,085	0,02	0,05	0,006	0,06	71,5	
IN-713C (B,N)	12,8	4,45	0,076	1,0	5,87	2,78	0,02	0,052	0,02	0,05	0,009	0,05	72,7	
MAR-247 (N,N)	9,05	0,78	9,48	1,1	2	5,52	0,12	11,2	0,112	1,18	3,78	0,08	0,04	57,3
MAR-247 (B,N)	9,02	0,62	10,3	1,1	6	5,43	0,03	11,7	0,114	1,27	3,9	0,095	0,04	56
IN-713C (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 (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	



Wytop IN-713C (2) (N, B)  
Melt IN-713C (2) (N, B)



Wytop IN-713C (2) (B, B)  
Melt IN-713C (2) (B, B)



#### Porównanie wyników

#### Comparison of results

#### Wnioski Conclusions

- Z przeprowadzonych badań wynika jednoznacznie, że połączenie modyfikowania powierzchniowego (powłoka modyfikująca na powierzchni licowej formy) z objętościowym (modyfikator jako składnik filtra), wpływa na uzyskanie w całej objętości odlewu struktury kryształów równoosiowych. From the conducted tests and investigations it follows that the combined method of surface and volume modification (modification coating applied on the internal mould surface and modifier as a filter constituent, respectively) produces the structure of equiaxial crystals within the entire casting volume.
- Modyfikacja tylko objętościowa sprzyja powstawaniu struktury gruboziarnistej, natomiast jednoczesna (kompleksowa) modyfikacja objętościowa i powierzchniowa wpływają korzystnie na kształtowanie struktury drobnoziarnistej. The study shows that the bulk modification alone favours the formation of coarse-grained structure, while the simultaneous (complex) bulk and surface modification has a beneficial effect on the formation of fine-grained structure.
- Konsekwencją modyfikowania jest widoczne podwyższenie właściwości mechanicznych, zwłaszcza granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie. W stosunku do wytopu niemodyfikowanego, właściwości te rosną o około 10 do 15 %, po modyfikacji łączonej. A consequence of the modification process is the well visible increase of mechanical properties, yield strength and tensile strength in particular. Compared with non-modified melt, the combined modification has improved these properties by approximately 10 to 15%.
- Okazało się jednak, że zbyt silny efekt modyfikowania niekorzystnie wpływa na wysokotemperaturową odporność na pełzanie. Próbkę o strukturze drobnoziarnistej (łączna modyfikacja powierzchniowa i objętościowa) wykazują krótszy czas do momentu zniszczenia, poniżej dopuszczalnego poziomu. Yet, it has turned out that too strong effect of modification deteriorates the high-temperature creep resistance. Samples with fine-grained structure (combined surface and bulk modification) are characterised by shorter time to failure, i.e. below an acceptable level.
- W stosunku do poprzednich wyników stwierdzono pozytywny efekt podwójnej filtracji na właściwości wytrzymałościowe, plastyczne oraz odporność na pełzanie. Compared to previous results a favourable effect of double filtration on the mechanical and plastic properties, and on the creep resistance has been observed.

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

#### Referaty

- „Wpływ parametrów technologicznych na strukturę odlewów ze stopu niklu IN-713C” 52 Międzynarodowa Konferencja Naukowa Krzepnięcie i Krystalizacja Metali - 2011 – Kielce 27.09-29.09 2011
- Seminarium Wydziałowe (Katedra Technologii Materiałów)
- Binczyk F.: *Zastosowanie analizy termicznej ATD dla oceny jakości metalurgicznej wlewków wsadowych („master heat”) ze stopów niklu IN-713c, MAR-247, M-509, CMSX-4 i IN-100..* styczeń 2012r, Katowice.

#### Publikacje

- Binczyk F., Ślężiona J., Szmyszał J., Gradoń P.: *Effect of technological parameters on structure of castings made from IN-713C nickel alloy*, Archives of Foundry Engineering, vol.11, Issue 4, 2011, pp.9-13.
- Binczyk F., Ślężiona J., Gradoń P.: *Ceramic filters for bulk inoculation of nickel alloy castings*, Archives of Foundry Engineering, vol.11, Special Issue 3, 2011, pp.29-33.
- 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.
- W przygotowaniu (In preparation):
- Binczyk F.: *Ocena jakości metalurgicznej wlewków wsadowych („master heat”) ze stopów niklu i kobaltu*, Archives of Foundry Engineering, vol.12, Issue 4, 2012
- Cieśla M., Mańka M., Binczyk F.: *„Analiza procesów pęknięcia w warunkach wysokotemperaturowego pełzania próbek ze stopu IN-713C*. Archives of Foundry Engineering, vol.12, Issue 4, 2012

#### Prace mgr, dr, hab.

#### Prace magisterskie (06. 2012r.):

- Wit Piotr: „Wpływ kompleksowej modyfikacji i podwójnej filtracji na makrostrukturę, właściwości mechaniczne i odporność na pełzanie wybranych stopów niklu”; opiekun: prof. dr hab. Inż. Franciszek Binczyk

#### Prace magisterskie w realizacji:

- „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 leżności i skurczu stopów niklu odlewanych w warunkach próżni w piecu indukcyjnym”; promotor: prof. dr hab. inż. Franciszek Binczyk
- „Analiza procesów pęknięcia w warunkach pełzania nadstopów niklu IN713C i MAR-247”; promotor dr hab. inż. Marek Cieśla

#### Prace doktorskie

- Mgr inż. 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. W przygotowaniu (In preparation):
- Mgr inż. Marcin Manka: „Zjawiska strukturalne i mechaniczne prowadzące do pęknięcia próbek w warunkach wysokotemperaturowego pełzania”. (Structural and mechanical phenomena leading to cracking of the samples under conditions of high temperature creep). Przewidywany termin otwarcia przewodu: 12. 2012r.

#### WPROWADZENIE

Stopy niklu nie są wytwarzane w Polsce; nie prowadzi się również uszlachetniających przetopów odzyskowych. Dlatego istotnym problemem jest zagospodarowanie odpadów poprodukcyjnych (braki, elementy układów wlewowych itp.). Z punktu widzenia właściwości użytkowych żarowytrzymałych stopów na osnowie niklu, pożądane jest optymalne zespolenie dobrych właściwości mechanicznych w podwyższonej i wysokiej temperaturze. Korzystny zespół właściwości można uzyskać m. in. drogą odpowiedniego doboru wielkości, orientacji i jednorodności ziarna. Drobnoziarniste struktury równoosiowe stosuje się do pracy w niskich temperaturach, gdzie wymagana jest wyższa wytrzymałość na zmęczenie oraz rozciąganie. W temperaturze pracy łożek wirujących czynnikiem decydującym jest pełzanie. W takich wypadkach kształtuje się w wyrobach duże ziarno oraz struktury monokrystaliczne. Problemem w procesie topienia i odlewania stopów niklu jest zachowanie dobrej jakości metalurgicznej wlewków wsadowych. Stwierdzono, że jakość metalurgiczna tych wlewków jest często zła (pokryte cienkimi rdzazynami i jamy skurczowe), co znacznie obniża jakość odlewów. Dlatego znaczenie ma również efekt filtrowania stopu z zanieczyszczeń podczas odlewania.

#### INTRODUCTION

Nickel alloys are not produced in Poland, neither are the recovery remelting processes carried out. Therefore, an important issue is the management of production waste (scrap, components of gating systems, etc.). From the point of view of the performance properties of the creep-resistant nickel base alloys, it is recommended to obtain an optimum combination of mechanical properties at elevated and high temperatures. A preferred combination of properties can be obtained, among others, by appropriate selection of the grain size, orientation and homogeneity. Fine-grained equiaxed structure is suitable for operation at low temperatures, where high fatigue resistance and tensile strength are required. At the operating temperature of the rotating blades it is the creep behaviour that plays the decisive role. In such cases, the prevailing tendency is to have large grains and monocrystalline structure in final products. The problem in the process of nickel alloys melting and casting is how to maintain a good metallurgical quality of ingots used as a charge material. It has been found that the metallurgical quality of these ingots is often poor (oxide-coated shrinkage porosity and cavities), which significantly reduces the quality of castings. Therefore, so important is filtering of metal, removing the impurities during casting.

#### EKSPERYMENTY

Celem badań było sprawdzenie wpływu sposobu modyfikowania (tylko objętościowego oraz łącznego powierzchniowego i objętościowego) na kształtowanie makrostruktury 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 (proszek Al lub Hf). Dodatkowym efektem rozwiązania jest podwójna filtracja stopu. Badania prowadzono dla stopów niklu IN-713C i MAR-247 (odpady poprodukcyjne: układy wlewowe, itp.). 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 1000oC. Temperatura odlewania wynosiła 1500oC. Wykonano 6 eksperymentów:

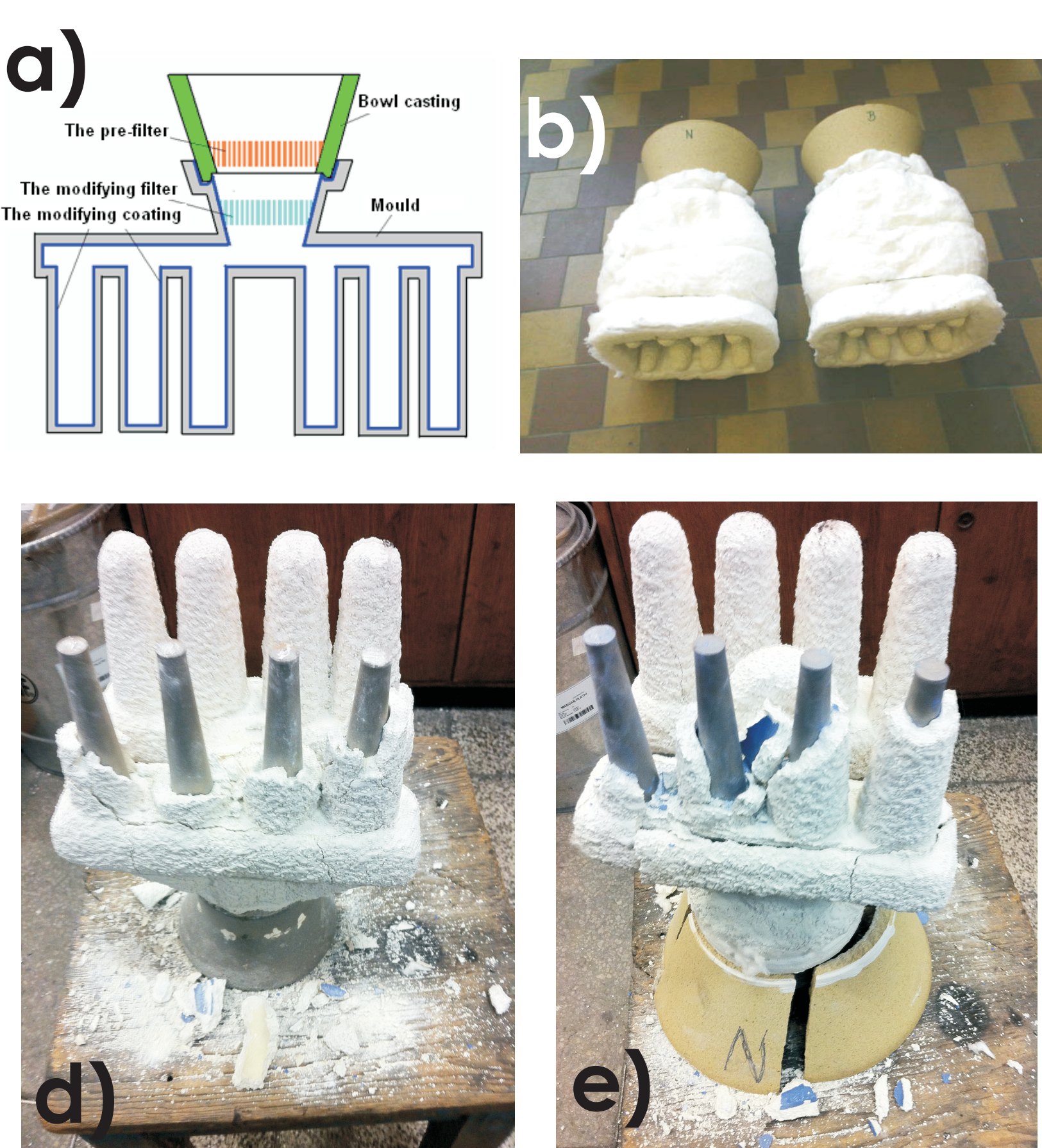
- Wytop IN-713C (1) (N, N), (forma niebieska, filtr niebieski - modyfikujący)
- Wytop IN-713C (1) (B, N), (forma biała, filtr niebieski - modyfikujący)
- Wytop MAR-247 (N, N), (forma niebieska, filtr niebieski - modyfikujący)
- Wytop MAR-247 (B, N), (forma biała, filtr niebieski - modyfikujący)
- Wytop IN-713C (2) (N, B), (forma niebieska, filtr biały - zwykły)
- 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 (Al or Hf powder). 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: rejects, parts of the gating system, etc.). 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:

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

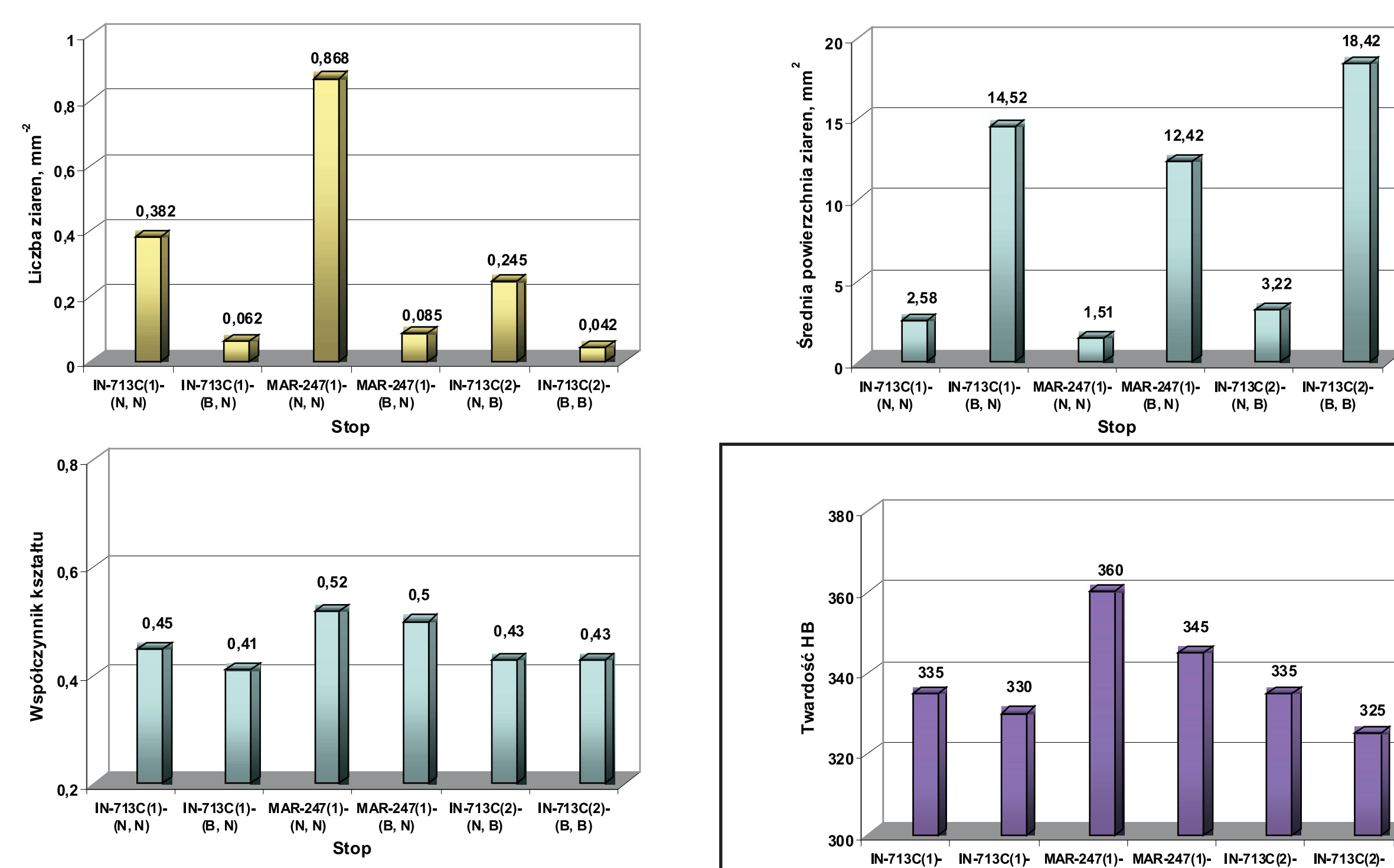
#### FORMY CERAMICZNE I ODLEWY CERAMIC MOULD and CASTINGS



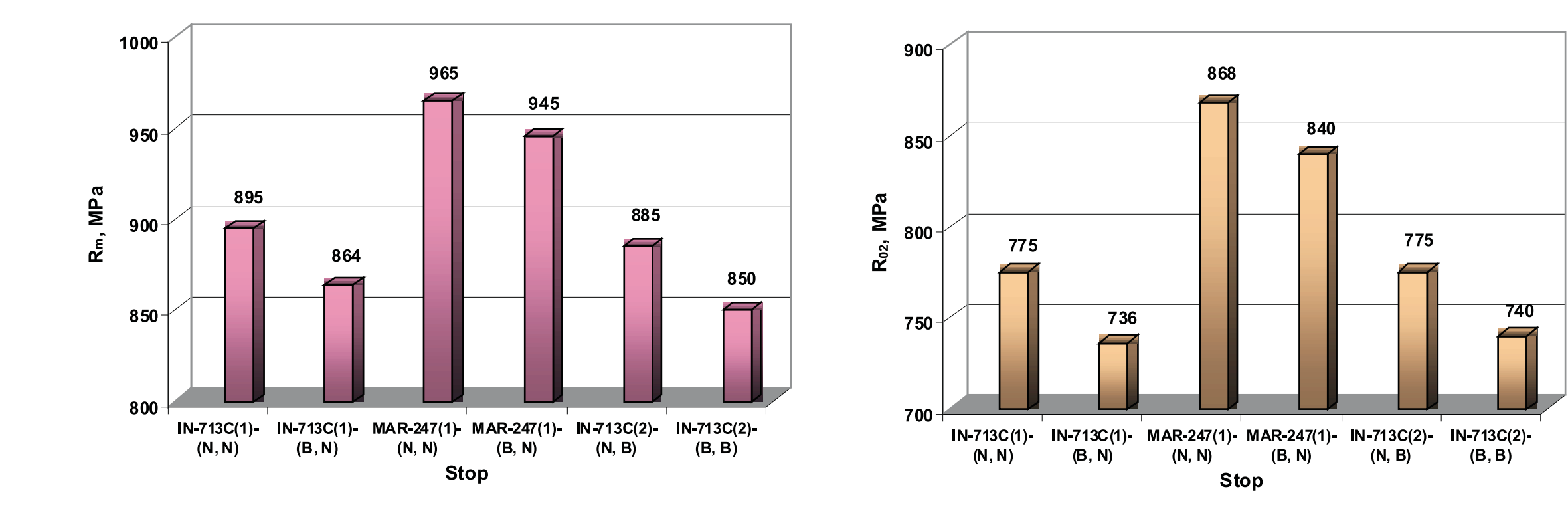
Rysunek 1  
Figure 1

- Schemat formy ceramicznej – sposób rozmieszczenia filtrów
- Forma niebieska i biała przed ociepleniem
- Forma niebieska i biała przed ociepleniem
- Wytop IN-713C (1) (B, N)
- Melt IN-713C (1) (B, N)
- Melt IN-713C (1) (N, N)
- Melt IN-713C (1) (N, N)

#### Wybrane cechy stereologiczne makrostruktury Selected characteristics of stereological macrostructure



#### Właściwości mechaniczne Mechanical properties



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

