

Zastosowanie tlenku itru do budowy warstwy przymodelowej ceramicznych form odlewniczych stosowanych w odlewnictwie precyzyjnym

MGR INŻ. MARCIN MAŁEK¹, DR INŻ. PAWEŁ WIŚNIEWSKI²,
DR INŻ. HUBERT MATYSIAK², MGR INŻ. JACEK NAWROCKI³,
PROF. DR HAB. INŻ. KRZYSZTOF JAN KURZYDŁOWSKI¹

1. POLITECHNIKA WARSZAWSKA, WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
2. UCZELNIANE CENTRUM BADAWCZE „MATERIAŁY FUNKCJONALNE” POLITECHNIKI WARSZAWSKIEJ
3. POLITECHNIKA RZESZOWSKA, LABORATORIUM BADAŃ MATERIAŁÓW DLA PRZEMYSŁU LOTNICZEGO

Odlewanie precyzyjne jest podstawową metodą wytwarzania części turbin lotniczych z nadstopów niklu i kobaltu. Proces produkcyjny składa się z następujących etapów:

- a) wykonanie modelu woskowego odlewu,
- b) wytworzenie formy ceramicznej na wykonanym modelu woskowym,
- c) wytopienie wosku,
- d) cieplna obróbka wykonanych form ceramicznych,
- e) zalanie form ceramicznych stopami metalu,
- f) obróbki poodlewnicze.

Głównymi zaletami procesu odlewania precyzyjnego są: możliwość uzyskania bardzo dużej dokładności wymiarowej, gładkości powierzchni oraz otrzymanie bardzo skomplikowanych kształtów odlewów [1 -2].

Wytwarzanie odlewów precyzyjnych o dobrych właściwościach mechanicznych w dużym stopniu zależy od jakości i właściwości technologicznych form odlewniczych.

Do odtworzenia skomplikowanych geometrycznych kształtów w odlewnictwie precyzyjnym stosuje się wielowarstwowe formy ceramiczne. Formy te powinny wykazywać odpowiednie właściwości technologiczne, w związku ze znaczącym wpływem na jakość uzyskiwanych odlewów. Do najważniejszych właściwości należą: odpowiednia porowatość, gazoprzepuszczalność podczas zalewania ciekłym metalem oraz wytrzymałość [4]. Ceramiczne formy odlewnicze zbudowane są z kilku warstw, które pełnią swoje określone funkcje. Występują dwa rodzaje warstw:

- warstwa pierwsza, tzw. warstwa przymodelowa, która zapewnia głównie zachowanie tolerancji chropowatości powierzchni przy minimalnym utlenieniu naskórki odlewniczej, a w dalszej kolejności także odwzorowanie tolerancji dokładności wymiarowej i kształtowej oraz tolerancji strukturalnej segregacji odlewu,

SŁOWA KLUCZOWE

tlenek itru, odlewnictwo precyzyjne, warstwa przymodelowa, właściwości reologiczne, spoiwa na bazie nanocząstek tlenku glinu, spoiwa poli(akrylowe)

KEYWORDS

yttrium (III) oxide, investment casting, prime coat, rheological properties, nano aluminium oxide binder, poli(acrylic) binder

Marcin Małek



Absolwent obecnego Uniwersytetu Humanistyczno-Przyrodniczego w Radomiu, gdzie uzyskał stopień inżyniera technologii chemicznej, specjalność: chemia i technologia polimerów. Stopień magistra inżyniera

zdołał w Wojskowej Akademii Technicznej na Wydziale Nowych Technologii i Chemii, specjalność: inżynieria materiałowa. Obecnie jest studentem drugiego roku studiów doktoranckich na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej. Zajmuje się projektowaniem, konstrukcją oraz otrzymywaniem ceramicznych form odlewniczych stosowanych w odlewnictwie precyzyjnym części turbin lotniczych.
marcin.malek@inmat.pw.edu.pl

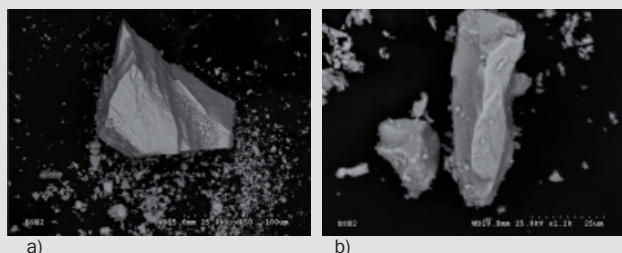
STRESZCZENIE

W artykule przedstawiono wyniki badań ceramicznej masy lejnej o stężeniu fazy stałej 81% wag. na osnowie proszku tlenku itru o dwóch granulacjach 200 mesh i 325 mesh dodanych w proporcji 35%+65% wagowych. Y_2O_3 jest nowym materiałem do budowy warstwy przymodelowej ceramicznej formy odlewniczej stosowanej w procesie odlewania precyzyjnego części turbin lotniczych ze stopów niklu i tytanu o dużych reaktywnościach. Oceniano właściwości reologiczne i fizykochemiczne ceramicznej masy odlewniczej, w której spoiwem wzmacniającym był nanokompozyt zawierający koloidalny tlenek glinu, natomiast jako spoiwa modyfikujące użyto dyspersji poli(akrylowej) w ilości 15% wag. w stosunku do proszku. Przeprowadzono badanie wielkości cząstek stosowanych proszków oraz obserwacje ich mikrostruktury. Dodatkowo zostały wykonane badania reologiczne ceramicznej masy odlewniczej, tj. lepkość względna i dynamiczna, wartość pH, gęstość oraz zanurzeniowy test płyty mosiężnej. Pomiar przeprowadzono przez 96 h w warunkach laboratoryjnych w temperaturze 21°C. Po przeprowadzonych badaniach i stwierdzeniu przydatności masy ceramicznej do procesów odlewniczych z powodzeniem wytworzono formy ceramiczne do odlewania łopatek turbin lotniczych techniką Bridgmana.

SUMMARY

Yttrium (III) oxide application for manufacturing prime coat of ceramic shell moulds used in investment casting

This work presents the rheological properties of ceramic slurries based on yttrium oxide powders with two different granulation (200 mesh and 325 mesh) added in a ratio of 35%+65% by weight. Solid phase was 81 wt.%. To manufacture ceramic shell moulds the Evonik binder with nanoparticles of aluminium oxide was used. In addition the poli(acrylic) binder as a liquefier was also used. Y_2O_3 it's a new material used to fabricate ceramic shell moulds for investment casting of turbine aircraft parts using nickel and titanium superalloys. Grain size and microstructure observation were researched for yttria. Relative and dynamic viscosities, density, pH and plate weight test of ceramic slurries were studied. The measurements were taken by 96 hours. It were proven that ceramic slurries based on yttrium (III) oxide meet the standard investment casting requirements. After tests, ceramic shell moulds for investment casting aircraft turbine parts were manufactured by Bridgman technique.



Rys. 1. Obrazy SEM badanych tlenków itru (A – 200 mesh, B – 325 mesh)

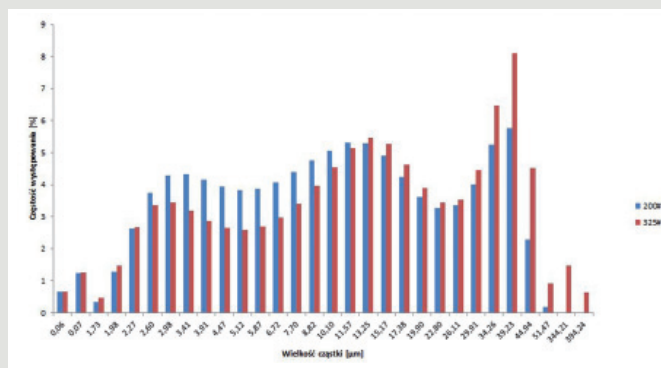
- warstwa konstrukcyjna, z ang. *backup*, która nadaje formie ceramicznej odpowiednią wytrzymałość, porowatość oraz gazoprzepuszczalność [4-5].

Podstawowymi materiałami do wytwarzania ceramicznych form odlewniczych są krystobalit, szkło kwarcowe, glinokrzemiany: mulit i silimanit, tlenek cyrkonu, tlenek glinu. Bardzo duże znaczenie ma także dobór odpowiedniego spoiwa. Najpowszechniej stosuje się spoiwa na bazie zhydrolizowanego krzemianu etylu, jednakże ze względu na dbałość o środowisko i zdrowie ludzi trwają intensywne prace nad zastosowaniem spoiw wodorocieńczych. Dodatkowo do podwyższenia właściwości fizykochemicznych ceramicznych form odlewniczych stosuje się szereg innych substancji, którymi mogą być: spoiwa wypełniające, upłynniacze, środki zwilżające czy przeciwiopienne [6]. Tlenek itru do produkcji ceramicznych form odlewniczych stosuje się do tzw. odlewów specjalnych. Zastosowanie tych proszków sprawdza się dla stopów niklu i tytanu, które reagują z formami ceramicznymi na bazie tlenku glinu, krzemianu cyrkonu czy mulitu. Należy jednak zaznaczyć, że wykonanie korzystnych i stabilnych w czasie mas formierskich na osnowie proszków Y_2O_3 jest zadaniem trudnym. Ponadto jego cena w porównaniu z obecnie stosowanymi proszkami jest wyższa. Tlenek itru z klasycznymi spoiwami na bazie krzemionki koloidalnej tworzy niestabilne zawiesiny, których zdolność formowania w warunkach przemysłowych liczona jest w godzinach. Dlatego też, w niniejszej pracy scharakteryzowano właściwości reologiczne ceramicznych mas odlewniczych wykonanych na bazie mieszaniny tlenków itru o dwóch wielkościach cząstek: 200 mesh i 325 mesh dodanych w proporcji 35%+65% wag. do nowo opracowanego spoiwa z nanocząstkami Al_2O_3 z dodatkiem spoiwa poli(akrylowego) w ilości 15% wag. w stosunku do proszku, które ma zastąpić klasyczne spoiwa na bazie krzemionki koloidalnej. Nowością w pracach są:

- zastosowanie Y_2O_3 w odlewnictwie precyzyjnym w procesie przygotowania ceramicznych mas odlewniczych (zamieszczone wyniki wstępne są jednymi z pierwszych tego typu prac na świecie),
- zastosowanie nowego i doświadczonego nanokompozytu polimerowego zawierającego koloidalny Al_2O_3 , co pozwoliło na uzyskanie stabilnych w czasie zawiesin,
- dodatek drugiego spoiwa jako spoiwa modyfikującego, które poprawia znacząco właściwości reologiczne mas lejnych.

Materiały do badań i metodyka badawcza

W ramach pracy przeprowadzono badanie tlenku itru firmy Treibacher o dwóch różnych granulacjach: 200 mesh i 325 mesh. Zastosowano także spoiwo na bazie nanotlenku glinu firmy Evonik (Niemcy) jako spoiwo główne oraz poli(akrylowe) spoiwo wypełniające ozn. K dodane w ilości 15% wag. w stosunku do proszku. Całkowity udział fazy stałej wynosił 81% wagowych. Dla badanych proszków formierskich wykonano badanie mikrostruktury w mikroskopie skaningowym SU3500 (Hitachi, Japonia) przy użyciu detektora elektronów wtórnych i napięcia przyspieszającego 25 kV. Pobrane próbki przed analizą nałożono na taśmę węglową, po czym przystąpiono do analizy. Dodatkowo dla badanych proszków



Rys. 2. Rozkład wielkości cząstek proszku Y_2O_3 o granulacji 200 mesh i 325 mesh

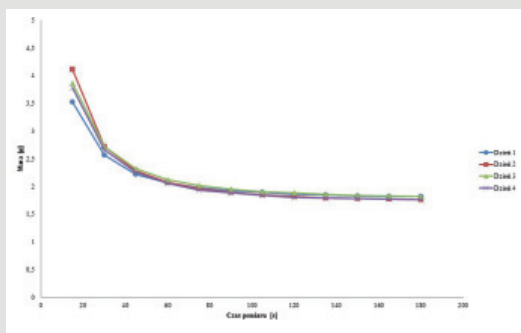
została wykonana analiza wielkości cząstek przy użyciu dyfrakcji laserowej w urządzeniu Horiba LA-950 (Hitachi, Japonia). Masę ceramiczną wytworzono w reaktorze i mieszano przy użyciu mieszadła mechanicznego. Dla lepszego upłynnienia ceramicznej masy odlewniczej badania przeprowadzono dopiero po 24 godz. mieszania i uzupełniania odparowanej wody. Gęstość masy lejnej została oznaczona w areometrze. Do identyfikacji właściwości adhezyjnych badanej masy ceramicznej użyta została wzorcowa płyta mosiężna o wadze 75,46 g i wymiarach 75×75 mm. Test odbył się w oparciu o procedurę stworzoną na podstawie poprzednich badań doświadczalnych. Obciekanie płyty notowano co 15 s, a całkowity czas testu wynosił 180 s. Pomiar lepkości dynamicznej odbył się na wiskozymetrze Brookfield DV II+ (USA), metodą cylindrów współosiowych. Właściwości reologiczne badano w zakresach obrotów 10+200 i 200+10 obr./min. Do badania lepkości względnej został użyty kubek czerpalny Zahna o średnicy otworu $\phi=4$ mm. Do identyfikacji pH roztworu użyto pH-metru wyposażonego w elektrodę do zawiesin. Warstwy pierwsze form ceramicznych wykonano, zanurzając wcześniej wykonane modele woskowe w wytworzonej ceramicznej masie formierskiej i posypując ją proszkiem Y_2O_3 o granulacji 100 mesh. Warstwy konstrukcyjne wytworzono na osnowie proszków mulitu. Każdy test z wyjątkiem badania z użyciem wiskozymetru został wykonany w odstępie 24 godz. od poprzedniego badania, w temperaturze 21°C w klimatyzowanym pomieszczeniu. Całkowity czas procesu laboratoryjnego wynosił 96 godz..

Wyniki badań

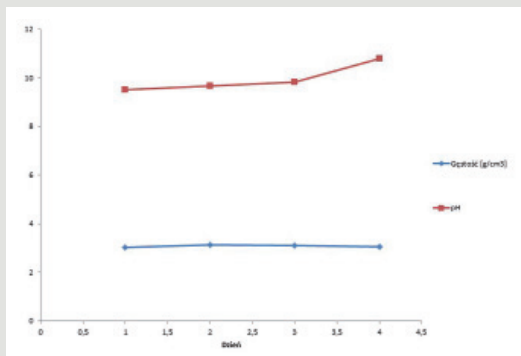
Na rysunku 1 przedstawiono przykładowe zdjęcia wykonane w mikroskopie elektronowym dla badanych dwóch tlenków itru o różnej granulacji. Proszki zawierają cząstki ostrokrawędziste i nieregularne. Te cechy pozwalają sądzić, iż w kontekście zdolności formowania modeli woskowych, badane proszki mają odpowiedni kształt. Cząstki ostrokrawędziste i nieregularne powodują większe upakowanie w masie modelowej, co prawdopodobnie sprzyja lepszemu pokryciu powierzchni modelu woskowego.

Na rysunku 2 przedstawiono wykres rozkładu wielkości cząstek wykonanego dla obu badanych tlenków itru o rozmiarze 200 mesh i 325 mesh. Są to typowe wielkości proszków formierskich stosowane zarówno w laboratoriach, jak i w skali przemysłowej.

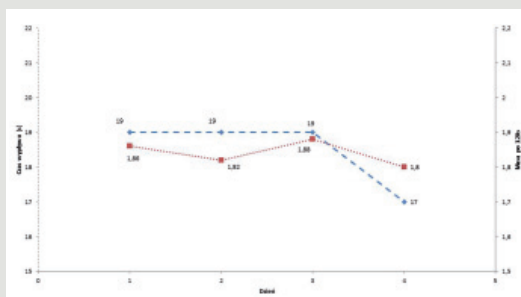
Największą częstość występowania dla proszku 200 mesh obserwuje się w zakresie od 10÷17 μm oraz 34÷39 μm i wynosi odpowiednio od 5 do 6%. Natomiast dla proszku o granulacji 325 mesh największy udział występowania to cząstki o rozmiarach od 34÷39 μm wynoszący 6 i 8% oraz 11÷17 μm wynoszący ok. 6%. Dodatkowo dla tego proszku obserwuje się także występowanie cząstek o wielkości powyżej 340 μm o udziale procentowym ok. 3%. Średnia wielkość cząstek dla badanych proszków wynosi odpowiednio 13,34 i 22,72 μm .



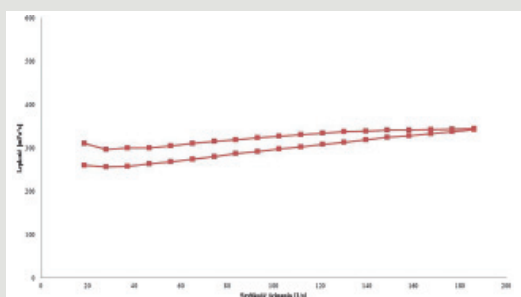
Rys. 3. Ubytek mas zawiesiny ceramicznej z Y_2O_3 w czasie 15-180 s



Rys. 4. Rozkład zmiany gęstości i pH badanej masy ceramicznej na bazie tlenków itru

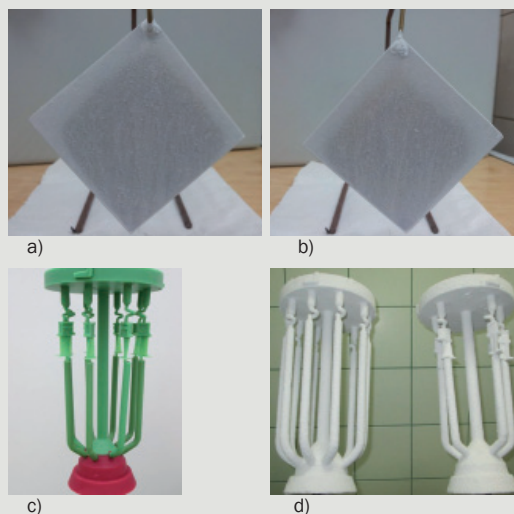


Rys. 5. Zmiana lepkości względnej oraz masy z Y_2O_3 po 120 s



Rys. 6. Rozkład lepkości dynamicznej dla badanej mieszaniny ceramicznej

Rysunek 3 przedstawia ubytek masy mieszaniny ceramicznej na płycie mosiężnej w czasie. Charakter krzywych jest prawidłowy i niezmienny w czasie, co świadczy o stabilności mieszaniny. Do 80 s mieszanka z uwagi na niską lepkość łatwo obcieka z płyty, co gwarantuje łatwość formowania modeli. Po upływie 80 s obserwuje się *plateau* (brak zmiany masy świadczy o nieobciekaniu mieszanek z płyty mosiężnej). Jest to



Rys. 7. Przykładowe zdjęcia warstwy Y_2O_3 osadzonej na mosiężnej płycie po teście obciekania (A i B) oraz model woskowy przed (C) i po nałożeniu warstwy przymodelowej (D)

pożądany efekt gwarantujący, że podczas suszenia formy, mieszanka nie będzie obciekać z modelu i pierwsza warstwa formy będzie się charakteryzować jednorodną grubością. Test przy użyciu wzorcowej płyty został przeprowadzony w kontekście późniejszego procesu zanurzania otrzymanego modelu woskowego odwzorowującego część. Test ten pozwala na określenie zdolności formierskiej badanej mieszaniny ceramicznej oraz sprawdzenie, czy owa mieszanina ma wystarczającą lepkość pozwalającą na wytworzenie na powierzchni płyty jednorodnej warstwy pokrywającej jej cały obszar.

Nie stwierdzono istotnych zmian parametru gęstości, jej wzrost spowodowany jest błędem pomiaru przez wykonującego badanie. Na wykresie obserwuje się nieznaczny wzrost pH, co jest typowe dla mieszanin formierskich. Wzrost ten jest wynikiem stabilizacji analizowanej mieszaniny.

Na rysunku 5 krzywe przedstawiają zależność czasu wypływu z kubka czerpalnego Zahna o wielkości otworu $\varphi=4$ mm od masy pozostałej po 120 s na mosiężnej płycie po 96 godz. przeprowadzanego testu.

Można zaobserwować nieznaczne zmiany masy pozostałej na płycie po 120 s każdego dnia pomiaru. Czas wypływu z kubka czerpalnego Zahna przez pierwsze 72 godz. pomiaru nie zmienia się, po czym po 96 godz. maleje tylko o 2 s. Świadczy to o bardzo dobrym upłynnieniu analizowanej mieszaniny ceramicznej. Na rysunku 6 można zaobserwować zmiany lepkości dynamicznej dla mieszaniny ceramicznej na bazie Y_2O_3 . Masa lejna posiada właściwości dylatacyjne oraz wąską i niepełną pętlę histerezy. Lepkość kształtuje się w granicach $310 \text{ mPa} \cdot \text{s}$.

Rysunek 7 przedstawia przykładowe zdjęcia po teście z użyciem mosiężnej płyty oraz modelu woskowego przed nałożeniem warstwy z masy ceramicznej Y_2O_3 oraz po nałożeniu. Powierzchnia wosków była przygotowana z użyciem roztworów i zaleceniami stosowanymi przez firmę PZL WSK Rzeszów. Przygotowanie powierzchni i rodzaj zastosowanych związków są niejawnie. Na zdjęciach można zaobserwować, iż pokrycie całej powierzchni i krawędzi płyty oraz modelu woskowego badaną mieszaniną ceramiczną na bazie tlenków itru jest bardzo dobre, bez zacieków i pustych obszarów. Cząstki posypki bardzo dobrze przylegają do masy ceramicznej zarówno na powierzchni badanych modeli, jak i na ich krawędziach. Zaciemniony obszar powierzchni płyty jest konsekwencją niecałkowitego wyschnięcia nałożonej warstwy. Całkowity czas wyschnięcia warstwy wynosi kilka godzin, a zdjęcie zostało wykonane kilkanaście minut po procesie zanurzenia, gdy masa modelarska nadal obciekała.

Wnioski

Celem prac były badania nad wytworzeniem i testowaniem mas z Y_2O_3 o jak największym udziale fazy stałej. W artykule przedstawiono wyniki badań suspensji w układzie Y_2O_3 (200 i 325 mesh), nano Al_2O_3 o FL = 81% z potencjalnym przeznaczeniem do wytwarzania ceramicznych form odlewniczych. Zaobserwowano

bardzo dobre pokrycie przez mieszaninę modelu woskowego i mosiężnej płyty zarówno na całej powierzchni, jak i na krawędziach. Analizując badania wykonane na masie ceramicznej na bazie mieszaniny dwóch tlenków itru o granulacji 200 mesh i 325 mesh stwierdzono, iż mieszanina spełnia podstawowe kryteria przemysłowe stosowane w odlewnictwie precyzyjnym, dlatego też można stwierdzić, iż gęstość ta jest konkurencyjna pod względem jej właściwości dla mieszanin stosowanych teraz w przemyśle odlewniczym i może w przyszłości zostać wykorzystana do tworzenia nowych ceramicznych form odlewniczych stosowanych dla stopów silnie reagujących z obecnie stosowanymi osnowami ceramicznymi.

Badania realizowane w ramach projektu „Nowoczesne technologie materiałów stosowane w przemyśle lotniczym” nr POIG.01.01.02-00-015/08-00 w Programie Operacyjnym Innowacyjna Gospodarka (PO IG). Projekt współfinansowany przez Unię Europejską ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego.

LITERATURA

- [1] Skoblik R., Wilczewski L.: *Odlewnictwo i obróbka plastyczna*. Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, 1997
- [2] Zagórska M. i in.: *Charakterystyka właściwości form ceramicznych wytworzonych na bazie wodnych spoiw Keysol i Matrixsol*. XL Szkoła Inżynierii Materiałowej, Kraków 2012
- [3] Pattnaik S., Karunakar D.B., Jha P.K.: *Developments In Investment Casting Process-A Review*. Journal of Materials Processing Technology, 2012, 212, s. 2332-2348
- [4] Matysiak H.: *Porowatość i wytrzymałość form ceramicznych wykorzystywanych w procesie odlewania precyzyjnego metodą Bridgmana*. Inżynieria Materiałowa, 2011, 1, s. 17-21
- [5] Matysiak H.: *Development of new ceramic slurries and shell moulds for Bridgman casting of turbine blades*. Proceedings of European Conference On Materials and Structures In Aerospace, Germany, 2010
- [6] Haratym R., Biernacki R., Myszkowski D.: *Ekologiczne wytwarzanie dokładnych odlewów w formach ceramicznych*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2008



BazEkon

Szanowni Państwo – Profesorowie, Doktorzy, Doktoranci

To już 4. numer „Szkła i Ceramiki” wydany w nowym formacie. Konstrukcja pisma uformowana została na zasadzie bukietu kwiatów, w którym naukę otoczyliśmy sztuką, historią, przemysłem i rzemiosłem. Aby zwiększyć ilość cytowań publikowanych artykułów naukowych dodaliśmy SiC do 2 baz (Index Copernicus oraz BazEkon) i staramy się o wejście do kolejnych. Zakres publikacji rozszerzyliśmy o nauki humanistyczne. W dalszym ciągu nasze artykuły otrzymują 5 punktów w ocenie Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego, ale walczymy o podwyższenie punktacji.

Rośnie grono Autorów współpracujących z nami. Chcielibyśmy publikować również w języku angielskim, by nasze czasopismo stało się dostępne na forum międzynarodowym. Planujemy wymianę informacji z podobnymi pismami na świecie, a wszystko to, by popularyzować wiedzę oraz osiągnięcia polskich naukowców w zakresie badań nad szkłem i ceramiką.

Być może z czasem zwiększymy objętość pisma lub nawet przekształcimy je w miesięcznik. Wiele zależy od Państwa. Państwo współtworzycie pismo – jako Autorzy, Recenzenci i Czytelnicy. Zachęcamy do nadsyłania artykułów. Czekamy na uwagi. Dziękujemy za zgłaszanie gotowości do recenzowania tekstów przychodzących do redakcji. Państwa wiedza, którą się z nami dzielicie, jest bezcenna dla rozwoju pisma.

Zapraszamy na stronę internetową: www.szklo-ceramika.pl, na której znajdą Państwo wszystkie potrzebne informacje (m.in. wytyczne edytorskie i zasady recenzowania).

Prosimy jednocześnie o wykupienie prenumeraty, która zapewni pismu stabilność finansową i umożliwi pracę nad kolejnymi numerami.

Artykuły oraz informacje nt. gotowości współpracy w charakterze recenzenta prosimy przysyłać na adres: e.micyk@szklo-ceramika.pl.

Z wyrazami szacunku,

Zespół redakcyjny