

Universitatea "Dunărea de Jos" din Galați
Școala doctorală de Inginerie
Facultatea de Inginerie



TEZĂ DE DOCTORAT

REZUMAT

CERCETĂRI PRIVIND OBȚINEREA UNOR COMPOZITE DE UTILITATE TEHNOLOGICĂ
CU MATRICE METALICĂ DIN ALIAJE DE ALUMINIU ȘI PARTICULE GREU FUZIBILE

RESEARCH REGARDING THE OBTAINING OF SOME TECHNOLOGICAL UTILITY
COMPOSITES WITH ALUMINUM ALLOYS BASE METAL MATRIX AND REFRACTARY
PARTICLES

Doctorand
Ing. Vasile BAȘLIU

Președinte
Conducător științific
Referenți oficiali

Prof.univ.dr.ing. Marian BORDEI
Prof.univ.dr.ing. Maria VLAD
Prof.univ.dr.ing. Ion CONSTANTIN
Prof.univ.dr.ing. Ioan MĂRGINEAN
Prof.univ.dr.ing. Tamara RADU

Seria I 5. Ingineria materialelor Nr. 6

GALAȚI
2016

Seriile tezelor de doctorat susținute public în UDJG începând cu 1 octombrie 2013 sunt:

Domeniul **ȘTIINȚE INGINEREȘTI**

Seria I 1: **Biotehnologii**

Seria I 2: **Calculatoare și tehnologia informației**

Seria I 3: **Inginerie electrică**

Seria I 4: **Inginerie industrială**

Seria I 5: **Ingineria materialelor**

Seria I 6: **Inginerie mecanică**

Seria I 7: **Ingineria produselor alimentare**

Seria I 8: **Ingineria sistemelor**

Domeniul **ȘTIINȚE ECONOMICE**

Seria E 1: **Economie**

Seria E 2: **Management**

Domeniul **ȘTIINȚE UMANISTE**

Seria U 1: **Filologie-Engleză**

Seria U 2: **Filologie-Română**

Seria U 3: **Istorie**

ROMÂNIA
MINISTERUL EDUCAȚIEI NAȚIONALE ȘI CERCETĂRII ȘTIINȚIFICE
UNIVERSITATEA „DUNĂREA DE JOS” DIN GALAȚI



DECIZIA

nr. 1787/25.09.2016

Conform modificărilor aduse Codului studiilor universitare de doctorat prin Hotărârea Guvernului României nr. 134/2016 și de Regulamentul de organizare și funcționare al CNATDCU aprobat prin Ordinul Ministrului Educației Naționale și Cercetării Științifice nr. 3482/24.03.2016; având în vedere referatul conducătorului științific Prof.dr.ing. Maria VLAD nr. 26904/31.08.2016, privind propunerea comisiei de susținere publică a tezei de doctorat; conform aprobării Consiliului pentru studiile universitare de doctorat în data de 01.09.2016; în baza Ordinului Ministrului Educației Naționale și Cercetării Științifice nr. 3174/18.02.2016 privind numirea rectorului;

Rectorul universității decide:

Art. 1. Se numește comisia pentru evaluarea și susținerea publică a tezei de doctorat de către doctorand/a/ul **ing. BAȘLIU M. VASILE**, domeniul **Știința și ingineria materialelor**, în următoarea componență:

- | | |
|----------------------------------|--|
| 1. Președinte | Prof.dr.ing. Marian BORDEI
Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați |
| 2. Conducător de doctorat | Prof.dr.ing. Maria VLAD
Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați |
| 3. Referent oficial | Prof.dr.ing. Ioan MĂRGINEAN
Universitatea POLITEHNICA din București |
| 4. Referent oficial | Prof.dr.ing. Ion CONSTANTIN
Universitatea POLITEHNICA din București |
| 5. Referent oficial | Prof.dr.ing. Tamara RADU
Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați |

Art. 2. Școala doctorală de Inginerie, Secretariatul doctorat, Compartimentul salarizare și Serviciul financiar vor duce la îndeplinire prevederile prezentei decizii.

RECTOR
Prof. dr. ing. **Julian Gabriel BÎRSAN**

Cuvânt înainte

Țin să aduc cele mai calde mulțumiri doamnei prof.dr.ing. Maria VLAD pentru coordonarea în perioada de finalizare a tezei de doctorat, în special pentru sprijinul acordat în vederea prelucrării și interpretării rezultatelor experimentale.

Mulțumesc domnului prof. dr. doc. ing. Florea OPREA pentru că mi-a oferit posibilitatea să-mi desfășor activitatea de cercetare sub directsa coordonare.

Mulțumesc doamnei prof.dr.chim. Olga MITOȘERIU pentru faptul că a fost alături de mine în toată perioada doctorală și mi-a îndrumat pașii în domeniul științei materialelor dar nu numai.

Adresez mulțumiri membrilor comisiei de doctorat pentru onoarea pe care mi-au facut-o de a fi alături de mine la finalizarea tezei de doctorat, respectiv mulțumesc domnului prof.dr.ing. Ion CONSTANTIN, domnului prof.dr.ing. Ioan MĂRGINEAN și domnului prof.dr.ing. Marian BORDEI care a acceptat să fie președintele comisiei.

Mulțumesc domnului prof.dr.ing. Petre Stelian NIȚĂ pentru susținerea continuă pe care mi-a acordat-o cu propuneri de idei și metode practice de cercetare.

Mulțumesc doamnei prof.dr.ing. Tamara RADU și doamnei conf.dr.ing. Lucica BALINT pentru bunăvoința cu care m-au îndrumat pentru formarea mea profesională.

Mulțumesc domnului conf.dr.ing. Nelu CAZACU pentru sfaturile și discuțiile constructive avute în pregătirea și finalizarea experimentelor.

Mulțumesc doamnelor și domnilor profesori: prof.dr.ing. Florentina POTECAȘU, Șef lucrări dr. Petrică ALEXANDRU, Șef lucrări dr.fiz. Alina CANTARAGIU, prof.dr.fiz. Constantin GHEORGHIȘ de la Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați pentru diferitele analize efectuate în cadrul laboratoarelor coordonate de domniile lor.

Mulțumesc doamnei dr.fiz. Simona POP de la ICECHIM București pentru analizele termice efectuate.

Mulțumesc domnului fiz. Alexandru GOARZĂ pentru discuțiile constructive pe care le-am purtat cu privire la tema de doctorat.

În realizarea experimentărilor un sprijin important am primit din partea colegilor din cadrul Facultății de Inginerie, cărora doresc de asemenea să le mulțumesc.

Mulțumesc familiei mele pentru susținerea acordată pe durata activității de doctorat, în vederea finalizării prezentei lucrări.

Ing. Bașliu Vasile

Cuprins

	Pag. teză	Pag. rezumat
Cuvânt înainte	i	I
Cuprins	ii	ii
Content	v	vi
Introducere	viii	x
Introduction	xi	xiii
Notații și abrevieri	xiv	
Listă figuri	xv	
Listă tabele	xxii	
CAPITOLUL 1 STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR CU PRIVIRE LA OBȚINEREA MATERIALELOR COMPOZITE CU MATRICE METALICĂ ȘI PARTICULE GRANULARE GREU FUZIBILE	1	1
1.1. Materiale compozite cu matrice metalică	1	1
1.2. Criterii de selecție a materialelor compozite cu matrice metalică	1	1
1.2.1. Compatibilitatea fazelor constitutive lichid/solid	2	1
1.2.2. Proprietățile termice ale materialelor compozite	2	
1.2.3. Utilizarea materialelor compozite la diverse aplicații	3	
1.2.4. Costul pentru obținerea materialelor compozite	3	1
1.2.5. Proprietățile fizico-chimice și mecanice ale materialelor compozite	3	1
1.2.6. Posibi lități de reciclare a materialelor compozite cu matrice metalică	4	
1.3. Criterii de selecție a materialului matricei metalice	4	1
1.4. Criterii de selecție ale materialelor de adaos	5	2
1.5. Metode de obținere a materialelor compozite cu matrice metalică	7	2
1.5.1. Procese de obținere în stare solidă	7	
1.5.2. Metoda de depunere prin pulverizare Spray Casting	8	
1.5.3. Metode de obținere în stare lichidă	9	2
CAPITOLUL 2 MATERIALE, METODE ȘI PROCEDURI EXPERIMENTALE	31	3
2.1. Materialele utilizate în cadrul experimentelor	31	3
2.1.1. Caracterizarea aliajului de aluminiu utilizat pentru matricea metalică a compozitelor studiate	31	3
2.1.2. Caracterizarea materialelor granulare utilizate în procesul de obținere a materialelor compozite	32	3
2.2. Tehnici de caracterizare a materialelor compozite în stare lichidă și solidă	51	3
2.2.1. Determinarea proprietăților termice ale materialelor compozite		
2.2.2. Determinarea microdurității pentru materialele compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și particule solide în stare granulară greu fuzibile de FeSi45, FeTi30 și SiC	52	
2.2.3. Analize macro și microstructurale realizate prin microscopie optică și microscopie electronică (SEM) și analiza chimică a materialelor compozite (EDX)	53	
2.2.4. Analiza chimică determinată prin fluorescență de raze X (XRF)	54	
2.2.5. Determinarea proprietăților structurale (XRD)	55	
2.3. Concluzii parțiale	57	10
CAPITOLUL 3 CERCETĂRI EXPERIMENTALE PENTRU OBȚINEREA MATERIALELOR COMPOZITE CU MATRICE METALICĂ DIN ALIAJ DE ALUMINIU (A6061) ȘI PARTICULE GRANULARE DE FeSi45, FeTi30 ȘI SiC, PRIN METODA STIR CASTING VORTEX	59	11
3.1. Motivarea și planul experimental	59	11
3.1.1. Influența condițiilor de proces în care se obțin materialele compozite din sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC	62	
3.2. Instalația experimentală pentru obținerea materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și faze disperse	62	12
3.3. Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/FeSi45	66	14

Başliu Vasile - Cuprins

3.4. Caracterizarea materialului compozit din sistemul A6061/FeSi45 obținut prin metoda Stir Casting Vortex	69	14
3.4.1. Analiza chimică efectuată pe suprafața probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin metoda EDX	70	15
3.4.2. Analiza chimică elementală prin fluorescența de raze X (XRF)	71	
3.4.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 obținut prin metoda Stir Casting Vortex	72	16
3.4.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie optică	73	
3.4.5. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)	75	
3.5. Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/FeTi30	76	17
3.6. Analiza materialelor compozite din sistemul A6061/FeTi30	77	17
3.6.1. Analiza chimică a suprafeței probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin metoda EDX	77	18
3.6.2. Analiza chimică elementală prin fluorescență de raze X (XRF)	78	
3.6.3. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin microscopie optică	79	
3.6.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin microscopie electronică SEM	80	18
3.7. Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/SiC	81	19
3.8. Analiza materialelor compozite din sistemul A6061/SiC	82	19
3.8.1. Analiza chimică a suprafeței probelor de material compozit A6061/SiC prin metoda spectrometriei cu raze X (EDX)	82	20
3.8.2. Distribuția elementelor chimice utilizând spectrometria cu raze X (analiza EDX)	83	21
3.8.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit A6061/SiC	84	21
3.8.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/SiC prin microscopie optică	85	
3.8.5. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/SiC prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)	86	22
3.9. Concluzii parțiale privind obținerea materialelor compozite A6061/FeSi45, A6061/FeTi30, A6061/SiC	87	22
CAPITOLUL 4 DETERMINĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND OBȚINEREA ȘI CARACTERIZAREA COMPOZITELOR CU MATRICE DIN ALIAJ DE ALUMINIU (A6061) ȘI PARTICULE GRANULARE, PRIN AMESTECARE MECANICĂ CU VIBRAȚII	89	24
4.1. Motivarea și planul experimental	89	24
4.1.1. Influența condițiilor de proces pentru obținerea materialelor compozite prin metoda cu vibrații	90	25
4.2. Instalația experimentală pentru obținerea materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și particule granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC	91	25
4.3. Obținerea materialelor compozite din sistemul A6061/FeSi45	96	26
4.4. Caracterizarea materialelor compozite din sistemul A6061/FeSi45	100	29
4.4.1. Determinarea compoziției chimice pe suprafața probelor de material compozit A6061/FeSi45, prin metoda EDX	100	29
4.4.2. Distribuția elementelor chimice utilizând metoda spectrometriei cu raze X (EDX)	101	31
4.4.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit de A6061/FeSi45 obținut prin metoda cu vibrații	102	31
4.4.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie optică	105	32
4.4.5. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)	107	32

Başliu Vasile - Cuprins

4.5. Obținerea materialelor compozite din sistemul A6061/FeTi30	108	33
4.6. Caracterizarea materialelor compozite din sistemul A6061/FeTi30	112	36
4.6.1. Analiza chimică pe suprafața probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin metoda EDX	113	36
4.6.2. Distribuția elementelor chimice utilizând metoda spectrometriei cu raze X (EDX)	114	38
4.6.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/FeTi30	114	38
4.6.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/FeTi30 prin microscopie optică	117	
4.6.5. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/FeTi30 prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)	118	39
4.7. Obținerea materialelor compozite din sistemul A6061/SiC	119	39
4.8. Caracterizarea materialelor compozite din sistemul A6061/SiC	122	42
4.8.1. Analiza chimică prin metoda EDX pe suprafața probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC	122	42
4.8.2. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC	124	43
4.8.3. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC prin microscopie optică	125	44
4.8.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)	127	44
4.9. Concluzii parțiale privind obținerea și caracterizarea materialelor compozite din sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC	128	45
4.10. Caracterizarea termică a materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și particule greu fuzibile	129	46
4.10.1. Concluzii parțiale privind efectele termice însoțitoare la obținerea materialelor compozite	138	49
4.11. Determinarea microdurității materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu A6061 și particule granulare greu fuzibile de FeSi45, FeTi30 și SiC	138	50
4.11.1. Concluzii parțiale cu privire la determinarea microdurității materialelor compozite	143	52
4.12. Analiza structurală prin difracție cu raze X a materialelor compozite	144	52
4.12.1. Concluzii parțiale cu privire la analiza prin difracție de raze X a materialelor compozite	149	54
CAPITOLUL 5 CERCETĂRI PRIVIND TENSIUNEA SUPERFICIALĂ ȘI VÂSCOZITATEA DINAMICĂ A MATERIALELOR COMPOZITE A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 ȘI A6061/SiC AFLATE ÎN STARE LICHIDĂ	150	55
5.1. Tensiunea superficială	150	55
5.2. Unghiul de contact dintre aliajul lichid și faza solidă	150	55
5.3. Metoda experimentală pentru determinarea tensiunii superficiale	151	55
5.4. Instalația experimentală proiectată pentru determinarea tensiunii superficiale și a unghiului de contact	153	56
5.5. Determinări experimentale ale tensiunii superficiale și a unghiului de contact	155	57
5.6. Determinarea tensiunii interfazice	161	
5.7. Concluzii parțiale cu privire la determinarea unghiului de contact, a tensiunii superficiale și a tensiunii interfazice	163	61
5.8. Determinarea vâscozității dinamice la obținerea materialelor compozite din sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC	163	62
5.8.1. Concluzii parțiale cu privire la determinarea vâscozității dinamice pentru sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC	174	66
CAPITOLUL 6 CONCLUZII GENERALE, CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI NOI DIRECȚII DE CERCETARE	176	68
6.1. Concluzii generale	176	68

Başliu Vasile - Cuprins

6.2. Contribuții originale	179	71
6.3. Direcții viitoare de cercetare	181	73
Listă de lucrări	182	74
Bibliografie	184	76
Curriculum vitae	196	78

*Numerotarea capitolelor, tabelelor, figurilor, ecuațiilor și cea a indicațiilor bibliografice din rezumat, corespunde celei din teza de doctorat

Content

	Pag Teza	Pag. Rezumat
Foreward	i	i
Content	ii	ii
Content (lb. eng.)	v	vi
Introduction	viii	x
Introduction (lb. eng.)	xi	xiii
Notation and abbreviation	xiv	
Figure list	xv	
Table list	xxii	
CHAPTER 1 CURRENT STATUS OF RESEARCH REGARDING THE OBTAINING OF COMPOSITE MATERIALS WITH METALLIC MATRIX AND REFRACTORY GRANULAR PARTICLES	1	1
1.1. Composite materials with metallic matrix	1	1
1.2. Selection criteria of composite materials with metallic matrix	1	1
1.2.1. Compatibility of phases liquid/solid	2	1
1.2.2. Thermal properties of composite materials	2	
1.2.3. Composite materials used at diverse applications	3	
1.2.4. Costs for obtaining composite materials	3	1
1.2.5. Physico-chemical and mechanical properties of composite materials	3	1
1.2.6. Recycling possibilities of composite materials with metallic matrix	4	
1.3. Selection criteria of materials for metallic matrix	4	1
1.4. Selection criteria of reinforcements	5	2
1.5. Methods for obtaining composite materials with metallic matrix	7	2
1.5.1. Processes for obtaining composite materials with metallic matrix	7	
1.5.2. Methods for obtaining by sputter deposition Spray Casting	8	
1.5.3. Method for obtaining in liquid state	9	2
CHAPATER 2 MATERIALS, METHODS AND EXPERIMENTAL PROCEDURES	31	3
2.1. Materials used in experiments	31	3
2.1.1. Characterization of aluminium alloys used for metallic matrix od studied composites	31	3
2.1.2. Characterization of granular materials used in obtaining process of composite materials	32	3
2.2. Characterization tehnique of composite materials in liquid and solid state	51	3
2.2.1. Determination of thermal properties of composite materials	51	
2.2.2. Determination of micro hardness for composite materials with metallic matrix of aluminium alloy and refractory granular particles of FeSi45, FeTi30 and SiC	52	
2.2.3. Macro and microstructural analysis realized by optical microscopy (SEM) and chemical analysis of composite materials (EDX)	53	
2.2.4. Chemical analysis determined by x-ray fluorecence (XRF)	54	
2.2.5. Determination of structural properties (XRD)	55	
2.3. Partial conclusions	57	10
CHAPTER 3 EXPERIMENTAL RESEARCH FOR OBTAINING COMPOSITE MATERIALS WITH METALLIC MATRIX FROM ALUMINIUM ALLOY (A6061) AND GRANULAR PARTICLES OF FeSi45, FeTi30 AND SiC BY STIR CASTING METHOD	59	11
3.1. Motivation and experimental plan	59	11
3.1.1. Influence of process conditions in which are obtained composite materials from systems A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC	62	
3.2. Experimental installation for obtaining composite materials with metallic matrix of aluminium alloy and dispersed phases	62	12
3.3. Obtaining composite materials from the system A6061/FeSi45	66	14
3.4. Characterization of composite materials from the system A6061/FeSi45	69	14

Başlıu Vasile - Cuprins

obtained by Stir Casting Vortex method		
3.4.1. Chemical analysis made on the sample surface of composite material A6061/FeSi45 by EDX method	70	15
3.4.2. Elemental chemical analysis by X-ray fluorescence (XRF)	71	
3.4.3. Macrostructural analysis of sample of composite materials A6061/FeSi45 obtained by Stir Casting Vortex method	72	16
3.4.4. Microstructural analysis of samples of composite materials A6061/FeSi45 by optical microscopy	73	
3.4.5. Microstructural analysis of sample of composite materials A6061/FeSi45 by electron microscopy (SEM)	75	
3.5. Obtaining composite materials from the system A6061/FeTi30	76	17
3.6. Composite materials analysis from the system A6061/FeTi30	77	17
3.6.1. Chemical analysis made on the sample surface of composite materials A6061/FeTi30 by EDX method	77	18
3.6.2. Elemental chemical analysis by X-ray fluorescence (XRF)	78	
3.6.3. Microstructural analysis of composite materials of sample A6061/FeTi30 by optical microscopy	79	
3.6.4. Microstructural analysis of composite materials probes A6061/FeTi30 by electron microscopy (SEM)	80	18
3.7. Obtaining composite materials from the system A6061/SiC	81	19
3.8. Composite materials analysis from the system A6061/SiC	82	19
3.8.1. Chemical analysis on sample surfaces of composite materials A6061/SiC by X-ray spectrometry method (EDX)	82	20
3.8.2. Chemical elements distribution using X-ray spectrometry (EDX analysis)	83	21
3.8.3. Macrostructural analysis of composite materials samples A6061/SiC	84	21
3.8.4. Microstructural analysis of composite materials probes A6061/SiC by optical microscopy	85	
3.8.5. Microstructural analysis of composite materials probes A6061/SiC by electron microscopy (SEM)	86	22
3.9. Partial conclusions regarding the obtaining of composite materials A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC	87	22
CHAPTER 4 EXPERIMENTAL DETERMINATIONS REGARDING THE OBTAINING AND CHARACTERIZATION OF COMPOSITES WITH MATRIX FROM ALUMINIUM ALLOY (A6061) AND GRANULAR PARTICLES, BY MECHANICAL MIXING WITH VIBRATIONS	89	24
4.1. Motivation and experimental plan	89	24
4.1.1. The influence of process conditions for obtaining composite materials by vibration method	90	25
4.2. Experimental installation for obtaining composite materials with metallic matrix from aluminium alloy and granular particles FeSi45, FeTi30 and SiC	91	25
4.3. Obtaining composite materials from the system A6061/FeSi45	96	26
4.4. Characterization of composite materials from the system A6061/FeSi45	100	29
4.4.1. Determination of chemical composition on sample surfaces of composite material A6061/FS45, by EDX method	100	29
4.4.2. Chemical elements distribution using x-ray spectroscopy method (EDX)	101	31
4.4.3. Macrostructural analysis of composite materials samples A6061/FeSi45 obtained by vibration method	102	31
4.4.4. Microstructural analysis of composite materials samples A6061/FeSi45 by optical microscopy	105	32
4.4.5. Microstructural analysis of composite materials samples A6061/FeSi45 by electron microscopy (SEM)	107	32
4.5. Obtaining composite materials from system A6061/FeTi30	108	33
4.6. Characterization of composite materials from system A6061/FeTi30	112	36
4.6.1. Chemical analysis on samples surfaces of composite material A6061/FeTi30	113	36

by EDX method		
4.6.2. Chemical elements distribution using x-ray spectrometry (EDX)	114	38
4.6.3. Macrostructural analysis of composite materials samples from the system A6061/FeTi30	114	38
4.6.4. Microstructural analysis of composite material samples from the system A6061/FeTi30 by optical microscopy	117	
4.6.5. Microstructural analysis of composite material samples from the system A6061/FeTi30 by electron microscopy (SEM)	118	39
4.7. Obtaining composite materials from the system A6061/SiC	119	39
4.8. Characterization of composite materials from the system A6061/SiC	122	42
4.8.1. Chemical analysis made on sample surfaces of composite materials from the system A6061/SiC by EDX method	122	42
4.8.2. Macrostructural analysis of composite materials probes from the system A6061/SiC	124	43
4.8.3. Microstructural analysis of composite materials probes from the system A6061/SiC by optical microscopy	125	44
4.8.4. Microstructural analysis of composite materials probes from the system A6061/SiC by electronic microscopy (SEM)	127	44
4.9. Partial conclusions regarding the obtaining and characterization of composite materials from systems A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC	128	45
4.10. Thermal characterization of composite materials with metallic matrix of aluminium alloy and refractory particles	129	46
4.10.1. Partial conclusions regarding accompanying thermal effects at obtaining composite materials	138	49
4.11. Determination of microhardness for composite materials with metallic matrix of aluminium alloy A6061 and refractory granular particles of FeSi45, FeTi30 and SiC	138	50
4.11.1. Partial conclusions regarding the determination of microhardness of composite materials	143	52
4.12. Structural analysis by x-ray diffraction of composite materials	144	52
4.12.1. Partial conclusions regarding analysis by x-ray diffraction of composite materials	149	54
CHAPTER 5. RESEARCH REGARDING SUPERFICIAL TENSION AND DYNAMIC VISCOSITY OF COMPOSITE MATERIALS A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 AND A6061/SiC UNDER LIQUID STATE	150	55
5.1. Superficial tension	150	55
5.2. Contact angle between liquid alloy and solid phase	150	55
5.3. Experimental method for determination of superficial tension	151	55
5.4. Experimental installation designed for determination of superficial tension and contact angle	153	56
5.5. Experimental determination of superficial tension and contact angle	155	57
5.6. Determination of interphasic tension	161	
5.7. Partial conclusions regarding the determination of contact angle, superficial tension and interphasic tension	163	61
5.8. Determination of dynamic viscosity at the obtaining of composite materials from systems A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC	163	62
5.8.1. Partial conclusions regarding the determination of dynamic viscosity for the systems A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC	174	66
CHAPTER 6 GENERAL CONCLUSIONS, PERSONAL CONTRIBUTIONS AND FUTURE RESEARCH DIRECTIONS	176	68
6.1. General conclusions	176	68
6.2. Original contributions	179	71
6.3. Future research directions	181	73
List of publications	182	74

Başliu Vasile - Cuprins

Bibliography	184	76
Curriculum vitae	196	78

*Numbering chapters, tables, figures, equations and references from summary, correspond those from doctoral thesis.

Cuvinte cheie

Material compozit	Composite material
Matrice metalică	Metallic matrix
Particule granulare	Granular particles
Feroaliaje	Ferroalloys
Rol tehnologic	Technological role
Metoda Stir Casting Vortex	Stir Casting Vortex method
Metoda de amestecare mecanică prin vibrații	Method of mechanical mixing by vibrations
Metoda de dezoxidare prin precipitare	Deoxidation method by precipitation
Tensiunea superficială	Surface tension
Metoda picăturii pe plăcuță	Sessile drop method
Unghi de contact	Contact angle
Vâscozitatea dinamică	Dynamic viscosity
Distribuție uniformă	Uniform distribution
Reactivitate chimică la interfață	Chemical reactivity at interface
Înglobare	Embedding
Analiză macrostructurală	Macrostructural analysis

Introducere

Materialele compozite alcătuite din matrice de aliaj de aluminiu cu fază dispersă reprezentată de particule greu fuzibile de FeSi45, FeTi30 sau SiC, au fost proiectate pentru scopul tehnologic de dezoxidare prin precipitare a topiturilor de oțel, combinând sinergic efectele pozitive ale celor două elemente componente, reprezentate de aliajul A6061 și de particulele granulare.

Teza de doctorat a avut ca scop obținerea și caracterizarea materialelor compozite cu matrice metalică și particule greu fuzibile disperse, utilizând o metodă în fază lichidă cunoscută, metoda Stir Casting Vortex (SCV) și o nouă metodă de amestecare mecanică, respectiv amestecarea mecanică cu ajutorul vibrațiilor. Accentul a fost pus pe minimizarea unor probleme cum ar fi reacția chimică între matrice și faza dispersă și realizarea unei distribuții cât mai uniforme a materialelor granulare de FeSi45, FeTi30 sau SiC în matricea metalică. O parte importantă a acestei teze a presupus proiectarea și realizarea unor instalații speciale care au permis obținerea materialelor compozite cu matrice metalică și cercetarea influenței parametrilor de proces precum și a proprietăților fizico-chimice ale acestora.

Practica metalurgică din cadrul secțiilor de elaborare a oțelurilor nu prevede sortarea pe clase granulometrice ci doar excluderea folosirii de la elaborarea oțelurilor a particulelor granulare cu dimensiuni sub standard, care devin în acest fel deșeuri și poluează mediul.

Mărunțirea feroaliajelor de tipul FeSi45, FeTi30, apare în urma manipulărilor succesive pe traseul: producere – ambalare – încărcare – transport – descărcare magazie – transport secție (baza de materii prime) – transport platformă.

Standardul actual SR ISO 5445/1995 impune o granulație cu limita inferioară a diametrului particulei de 3,5 mm pentru folosirea feroaliajelor la elaborarea oțelurilor în etapa de dezoxidare prin precipitare. Ca urmare a existenței materialelor solide cu granulație mică, se pot produce următoarele efecte:

- economice, în sensul creșterii costurilor;
- ecologice, în sensul poluării spațiilor de producție.

În industria extractivă au apărut mai multe metode de recuperare a unor astfel de materiale prin compactare și brichetare, tehnologii care necesită utilaje specializate cu un consum de energie mare fără a garanta compactitatea materialului. Mai mult, este posibilă impurificarea oțelului tratat în vederea dezoxidării prin intermediul lianților organici utilizați în special în procesul de brichetare.

Obiectivul cercetării a fost acela de a realiza cercetări experimentale care nu sunt menționate în literatura de specialitate și anume de a găsi o metodă prin care se pot valorifica feroaliajele (FeSi45, FeTi30) granulare cu dimensiuni sub standard, printr-o metodă eficientă care să nu producă modificări ale compoziției chimice. De asemenea, s-au făcut cercetări pentru a folosi carbura de siliciu, SiC, în stare granulară, la dezoxidarea și recarburarea oțelurilor cu ajutorul unor compozite ce conțin SiC sub formă de particule înglobate într-o matrice metalică.

Aluminiul și unele aliaje de aluminiu sunt folosite în mod curent pentru dezoxidarea oțelurilor, prin urmare, aliajul A6061 a fost considerat o matrice bună pentru înglobarea deșeurilor de feroaliaje și a carburii de siliciu. S-au obținut astfel materiale compozite cu matrice metalică din aliaj de aluminiu marca A6061 și faze disperse granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC.

Obținerea materialelor noi a fost făcută din necesitatea de a răspunde unor cerințe de valorificare a feroaliajelor și a carburii de siliciu sub formă de particule cu diametre medii mai mici de 3,5 mm.

Materialele compozite nou create au utilitate tehnologică, fiind indicate pentru folosirea lor la elaborarea oțelurilor. Ambele componente ale materialului compozit, aluminiu din aliaj și faza dispersă sunt folosite în etapa tehnologică de dezoxidare prin precipitare, în acest caz utilizându-se dezoxidarea combinată. Această metodă de dezoxidare are un efect sinergic, spre deosebire de dezoxidarea în secvență, deoarece cele două materiale dezoxidante sunt prezente în același timp și în același loc.

Materialul compozit de utilitate tehnologică este constituit dintr-o matrice metalică de aliaj de aluminiu marca 6061 și particule cu diverse forme și dimensiuni de feroaliaj tip FeSi45, FeTi30 și SiC.

Particulele granulare (FeSi45, FeTi30 și SiC) au fost supuse clasării granulometrice determinându-se diametrul mediu al acestora, pentru studiul comportamentului particulelor granulare la contactul cu matricea de aliaj de aluminiu în funcție de diametrul mediu al particulelor (d_{mp}) și a posibilităților de obținere a unor dezoxidanți complecși, precum și pentru obținerea unui material cu rol dublu de dezoxidare-recarburare, respectiv materialul compozit A6061/SiC.

Din întreg spectrul de dimensiuni s-au ales pentru studiu trei clase granulometrice reprezentative: $d_{mp} = 0.04$ mm, $d_{mp} = 0.4$ mm, $d_{mp} = 0.8$ mm.

Feroaliajele granulare de dimensiuni foarte mici nu pot fi folosite ca atare în procesul de elaborare deoarece nu pot pătrunde în baia metalică regăsindu-se, de regulă, în zgură.

Înglobarea particulelor granulare în faza lichidă de aliaj de aluminiu care în urma solidificării va forma matricea metalică, face ca procesele de la interfață (topitură – particule granulare) să fie determinante în obținerea materialelor compozite.

Cercetările asupra fenomenelor de la interfață au pus în evidență rolul tensiunii superficiale, tensiunii interfazice și a unghiului de contact asupra umectării și a adeziunii fazelor componente. De asemenea, s-au evidențiat formarea unor faze noi cum ar fi compușii intermetalici sau chimici ca urmare a proceselor de difuzie și de interacțiune chimică dintre aluminiu și anumite elemente care intră în compoziția chimică a particulelor greu fuzibile, în condițiile de temperatură, timp și mod de amestecare impuse.

Metoda folosită pentru determinarea tensiunii superficiale în sistemele cercetate a fost metoda picăturii așezate pe plăcuță, "sessile drop", iar în acest scop s-a proiectat o instalație.

Vâscozitatea dinamică este o proprietate importantă în sistemele lichid - particule granulare deoarece aceasta descrie reologia sistemelor eterogene analizate.

Pentru realizarea cercetărilor experimentale privind obținerea materialelor compozite au fost studiate două metode de amestecare mecanică: metoda Stir Casting Vortex și metoda de amestecare prin vibrații.

Condițiile experimentale au permis obținerea unor materiale compozite cu matrice metalică din aliaj de aluminiu și particule greu fuzibile granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC.

Materialele compozite pot fi elaborate utilizând tehnologii diverse, iar dintre toate, cele de procesare în stare lichidă, respectiv tehnologiile de amestecare Stir Casting Vortex și cea prin vibrare, sunt considerate a fi cu cel mai mare potențial din punctul de vedere al capacității de producție și al eficienței costurilor pentru diferite aplicații cum ar fi: aplicațiile în domeniul tehnologic, la elaborarea oțelului sau pentru domeniul construcției de mașini, etc.

Principalii factori care controlează proprietățile materialelor metalice compozite, obținute folosind tehnologiile de elaborare aplicate, includ: distribuția cât mai uniformă a particulelor granulare, procesul de umectare a materialului granular de adaos de către matricea metalică, reactivitatea chimică la interfața material de adaos/matrice și conținutul de porozități rezultate în urma procesului de obținere. Înglobarea într-o cantitate mare, a unor particule granulare de materiale refractare în matricea lichidă reprezentată de aliajul de aluminiu A6061, este dificilă din cauza umectării insuficiente a particulelor de către topitură.

Creșterea temperaturii aliajului de aluminiu lichid [1], oxidarea particulelor în stare granulară, adăugarea în aliajul topit a unor elemente superficial active cum ar fi magneziu sau litiu [2] și amestecarea topiturii matricei pentru un timp adecvat încorporării, sunt câteva modalități de îmbunătățire a umectării particulelor granulare pe de o parte, iar pe de altă parte face ca amestecarea și reținerea în matrice a particulelor să fie mai ușoară.

Feroaliajele de FeSi45, FeTi30 și SiC precum și aliajele de aluminiu sunt utilizate ca materiale de adaos și respectiv matrice metalică, datorită compatibilității dintre aceste materiale, precum și pentru proprietățile lor potențiale, atunci când sunt combinate.

Pentru găsirea condițiilor optime necesare realizării materialelor compozite cu matrice metalică și particule greu fuzibile s-au desfășurat mai multe cercetări privind: măsurarea unghiului de umectare, determinarea tensiunii superficiale, măsurarea vâscozității dinamice, determinarea proprietăților termice, analiza chimică, analiza macro și microstructurală,

determinarea microdureții precum și analiza de faze a probelor din materialele compozite studiate.

Rezultatele experimentale au arătat că, prin tehnologiile propuse se obțin în mod rentabil, cu destinații speciale, materiale compozite cu matrice metalică. Metodele de elaborare propuse permit rezolvarea problemelor de umectare asociate acestor tehnologii de elaborare. Analizele macrostructurale și microstructurale arată că distribuția particulelor în matricea metalică este relativ bună.

Pentru realizarea dezideratelor acestei teze, s-au utilizat instalațiile și aparatele existente în laboratoarele Universității „Dunărea de Jos” din Galați, instalațiile proiectate și realizate de autorul tezei de doctorat în cadrul laboratorului de elaborare de la Facultatea de Inginerie, precum și aparatura de la ICECHIM S.A. București pentru analizele termice.

Studiul cercetărilor din domeniul abordat în cadrul tezei de doctorat, descrierea metodelor, proiectarea și realizarea instalațiilor de obținerea a materialelor compozite cu matrice metalică, studiul proprietăților fazei lichide (tensiunea superficială, vâscozitatea dinamică) de la elaborarea materialelor compozite, prezentarea metodelor de investigare a materialelor, a rezultatelor și concluziile generale aferente acestei lucrări sunt organizate în 6 capitole principale, după cum urmează:

- În capitolul 1 este prezentat stadiul actual privind materialele utilizate și metodele de obținere a compozitelor cu matrice metalică. De asemenea, sunt prezentate unele din criteriile importante care stau la baza deciziei de a produce materiale compozite. Se face o descriere a materialelor granulare introduse în matricea metalică, a tehnologiilor actuale utilizate în obținerea materialelor compozite precum și a cercetărilor întreprinse în sisteme similare cu cele studiate în cadrul temei tezei de doctorat.

- În capitolul 2 sunt analizate și caracterizate materialele utilizate în procesul de obținere a compozitelor, din punct de vedere al proprietăților fizico-mecanice, al proprietăților macro și microstructurale (microscopie optică și microscopie electronică), precum și analiza chimică și a fazelor materialelor compozite.

- În capitolul 3 se prezintă cercetările experimentale pentru obținerea materialelor compozite cu matrice metalică din aliaj de aluminiu marca A6061 și particule granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC, prin metoda Stir Casting Vortex (SCV).

Având în vedere principiul metodei SCV, autorul tezei a proiectat și realizat instalația care a fost utilizată la obținerea materialelor compozite ce au la bază sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC. Compozitele obținute au fost investigate și s-a determinat compoziția chimică, s-au analizat din punct de vedere macro și microstructural și de asemenea s-a calculat randamentul de înglobare al particulelor granulare în matricea metalică.

- În capitolul 4 sunt prezentate rezultatele cercetărilor experimentale privind obținerea prin metoda de amestecare mecanică cu vibrații a compozitelor cu matrice metalică și particule granulare. Sunt caracterizate compozitele obținute din matrice metalică (aliaj de aluminiu A6061) și particule granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC. Sunt prezentate caracteristicile și principiul de funcționare al instalației de elaborare a compozitelor, instalație proiectată și realizată de autorul tezei de doctorat.

Materialele compozite, elaborate conform planului experimental au fost analizate în vederea determinării randamentului de înglobare al particulelor granulare, a evaluării compoziției chimice, a macrostructurii și microstructurii, caracterizarea termică a compozitelor, determinarea microdureții materialelor investigate și analiza structurală prin difracție cu raze X.

- Capitolul 5 prezintă rezultatele experimentale și modul de realizare al cercetărilor privind determinarea tensiunii superficiale și a vâscozității dinamice a compozitelor aflate în stare lichidă, corespunzătoare sistemelor A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

Instalația, proiectată și realizată de autor pentru determinarea unghiului de contact dintre aliajul lichid și faza solidă a permis calcularea tensiunii superficiale, iar pentru determinarea vâscozității dinamice a topiturilor de aliaj de aluminiu, cu sau fără particule granulare utilizate la obținerea compozitelor studiate, s-a realizat o altă instalație.

- Capitolul 6 prezintă concluziile generale, contribuțiile originale precum și direcțiile viitoare de cercetare.

Introduction

Composite materials composed from an aluminium alloy as matrix and a dispersed phase represented by refractory particles of FeSi45, FeTi30 and SiC, have been designed for the technological purpose of deoxidation by precipitation of steels melts, combining synergistic the positive effects of the two component elements, represented by alloy A6061 and granular particles.

The doctoral thesis has the purpose of obtaining and characterization of composite materials with metallic matrix and disperse refractory particles, using a liquid phase method known as Stir Casting Vortex (SCV) and a new mechanical mixing method, respectively mechanical mixing with the aid of vibrations.

Emphasis is laid on minimizing some problems such as chemical reactions between matrix and dispersed phase and achieving a distribution as uniform as possible of granular materials FeSi45, FeTi30 and SiC in metallic matrix.

An important part of this thesis consists in the design and achievement of a special equipment which has allowed obtaining composite materials with metallic matrix and researching the influence of the process parameters, as well as research of their physical-chemical properties.

Metallurgical practice from steels mills does not provide sorting on granulometric classes but only the excluding of the use from the steel development of granular particles with substandard dimensions, which thus become waste and pollute the environment.

Grinding ferroalloys FeSi45, FeTi30 appears after the successive manipulations on route: production – packing – loading – transport – unloading warehouse – transport section (raw materials) – transport platform.

The present standard SR ISO 5445/1995 imposes an inferior limit for granulation of 3.5 mm particle diameter for ferroalloy use on steel making in the deoxidation by precipitation stage. As a result of being solid materials with low granulation, the following effects may occur:

- economic, in the sense of rising costs;
- ecological, in the sense of polluting industrial spaces.

In extractive industry there have appeared several methods of recovery of such materials by briquetting and compacting, technologies which require specialized equipment with high energy consumption without guaranteeing the material compactness. Furthermore, the treated steel contamination in view of deoxidation through organic binders used especially in briquetting process is possible.

The research objective is that of achieving experimental research not mentioned in literature and namely to find a way by which granular ferroalloy (FeSi45, FeTi30) with substandard dimensions can be valorized, by an efficient method which does not produce chemical changes in the chemical composition. Also, research has been conducted for the use of silicon carbide SiC, in granular state, at steel deoxidation and recarburizing with the aid of composites containing SiC under the form of embedded particles into an metallic matrix.

Aluminium and some aluminium alloys are used currently for deoxidation steels, therefore, alloy A6061 was considered a good matrix for embedding waste of ferroalloys and silicon carbide. Thus, we obtained composite materials with metallic matrix from aluminium alloy A6061 and dispersed granular phase of FeSi45, FeTi30 and SiC.

Obtaining new materials was determined by the necessity of responding to some requirements of valorification of ferroalloys and silicon carbide as particles with medium diameters lower of 3,5 mm.

Newly created composite materials present technological utility, being suitable for use in steel making. Both components of composite materials, aluminium alloys and dispersed phase, are used into technological stage of deoxidation by precipitation, combined deoxidation being used in this case. This method of deoxidation has a synergistic effect, unlike deoxidation in sequence, because the two deoxidizing materials are present at the same time and place. Composite materials with technological utility are made of a metallic matrix of aluminium alloy A6061 and particles in various forms and dimensions of ferroalloys FeSi 45, FeTi30 and SiC.

Granular particles (FeSi45, FeTi30 and SiC) have been subjected to granulometric ranking, their average diameter being determined for the study of the granular particles behaviour at contact with matrix of aluminium alloy according to medium diameter of particles (d_{mp}) and to the possibilities of obtaining of some complex deoxidants, as well as obtaining of a material with double purpose deoxidation-recarburation, respectively A6061/SiC.

From all spectra of dimensions, three representative granular sizes: $d_{mp} = 0.04$ mm, $d_{mp} = 0.4$ mm, $d_{mp} = 0.8$ mm have been chosen for the present study. Granular ferroalloys in very small dimensions cannot be used as such in the steel making process because they cannot penetrate the slag.

Embedding granular particles into liquid phase of aluminium alloy which after solidification will form metallic matrix, makes that interface processes (melt – granular particles) to be decisive in obtaining composite materials.

The research on the interface phenomena have highlighted the purpose of superficial tension, interphasic tension and contact angle on wetting and of component adhesion phase. Also, there are highlighted the formation of new phases such as intermetallic compounds or chemical as a result of diffusion processes and chemical interaction between aluminium and certain elements falling within the chemical composition of refractory particles, temperature condition, time and blending mode imposed.

The method used for the determination of the superficial tension in the systems researched was "sessile drop", and a piece of equipment was designed for this purpose.

Dynamic viscosity is an important property in the systems liquid-granular particles because it describes the rheology of analysed heterogeneous systems.

For pursuing experimental research regarding obtaining of composite materials two method of mechanical mixing have been studied: the Stir Casting Vortex method and the mechanical mixing by vibrations.

Experimental conditions allowed for the obtaining of some composite materials with metallic matrix of aluminium alloy and refractory granular particles of FeSi45, FeTi30 and SiC.

Composite materials can be obtained by using various technologies, chief among which processing in liquid state, respectively the technologies by mixing Stir Casting Vortex and by vibration, are considered as having the greatest potential in point of production capacities and cost efficiency for different applications such as: applications in the technological field, in steels making and for the machines constructions field, etc.

The main factors which control the properties of metallic composites, obtained using elaboration technology, include: the distribution as uniform as possible of the granular particles, the wetting process of granular materials toward metallic matrix, chemical reactivity at interface particle/matrix and the content of porosities resulted from the obtaining process. Embedding of some granular particles of refractory materials in liquid matrix represented by aluminium alloy A6061 in a large quantity is difficult because of the poor wetting of particles by the melt.

Rising temperature of aluminium alloy liquid [1], oxidation particle in granular state, adding into melted alloy of some active superficial elements such as magnesium and lithium [2] and blending of melt matrix for an adequate time, are some of the ways of improvement wetting of granular particles on one hand, and on the other hand the mixing and the retaining in matrix of particles to be as easy as possible.

Ferroalloys FeSi45, FeTi30 and SiC as well as aluminium alloys are used as reinforcement materials and respectively metallic matrix, because of the compatibility between these materials, as well as for the potential properties, when are combined.

For finding the optimal conditions necessary for realizing composite materials with metallic matrix and refractory particles further research has been conducted in the following directions: contact angle measurements, determination of surface tension, measuring dynamic viscosity, determining the thermal properties, chemical analysis, macro and microstructural analysis, determination of micro hardness and phase analysis of samples from composite materials studied. Experimental results have shown that, by proposed technologies, composite materials with metallic matrix for special purposes were obtained in a profitable way. The proposed elaboration methods allow solving the wetting problems

associated with these obtaining technologies. Macro and microstructural analyses show that the particles distribution in the metallic matrix is relatively good.

For accomplishing the purposes of this thesis, equipment and apparatus available in the laboratories of “Dunărea de Jos” University of Galați have been used. The equipment has been designed and realized by the author of the doctoral thesis in the laboratory of elaboration from Faculty of Engineering, as well as the apparatus from ICECHIM S.A. Bucharest for thermal analysis.

The research studies in the field approached in the doctoral thesis, the methods description, designing and achievement of equipment for obtaining composite materials with metallic matrix, the study of liquid phases properties (superficial tension, dynamic viscosity) from the development of composite materials, presentation of the investigation methods of materials, results and general conclusions from this paper are organized into 6 chapters as follows:

- Chapter 1 presents the current state of research regarding the used materials and methods of obtaining of composites with metallic matrix. Also, some of the major criteria underlying decision of producing composite materials are presented. A description of granular materials introduced in metallic matrix is provided, the current technologies used in obtaining composite materials as well as the research undertaken in similar systems with those studied within the framework of the thesis.

- Chapter 2 analyses and characterises the materials used in the process of obtaining composites, from the point of view of physical-mechanical properties, macro and microstructural properties (optical microscopy and electronic microscopy), as well as chemical analysis and of phases of composite materials.

- In chapter 3 we present the experimental research for obtaining composite materials with metallic matrix from aluminium alloy A6061 and granular particles FeSi45, FeTi30 and SiC, by Stir Casting Vortex method (SCV).

With consideration to the principles of SCV method, the author of the thesis has designed and made the plant used for obtaining composite materials from the systems A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC. The composites obtained have been investigated and their chemical composition was determined, being analysed from the macro and microstructural point of view. The yield embedding of granular particles in metallic matrix has also been calculated.

- Chapter 4 presents the results of the experimental research results regarding the method mechanical mixing with vibrations of composites with metallic matrix and granular particles. The composites obtained from metallic matrix (aluminium alloy A6061) and granular particles FeSi 45, FeTi30 and SiC are characterised. The characteristics and the working principle of elaboration plant are, the plant is designed and produced by the author of the doctoral thesis.

- Composite materials, elaborated according to the experimental plan have been analysed in order to determine the embedding yield of granular particles, to evaluate the chemical composition, macro and microstructure, and the thermal characterization of composites, determination of microhardness and structural analysis by x-ray diffraction.

- Chapter 5 displays the results of the experimental research and the research mode regarding surface tension determination and the dynamic viscosity of composites in liquid state, corresponding to the systems A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 and A6061/SiC.

The equipment was designed and produced by the author for the determination of the contact angle between liquid alloy and solid phase allowing the calculus of surface tension, and for the determination of dynamic viscosity of melted aluminium alloy, with and without granular particles used to composites obtained, was realized another equipment.

- Chapter 6 presents the general conclusions, the original contributions and future directions for research.

CAPITOLUL 1

STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR CU PRIVIRE LA OBTINEREA MATERIALELOR COMPOZITE CU MATRICE METALICĂ ȘI PARTICULE GRANULARE GREU FUZIBILE

1.1. Materiale compozite cu matrice metalică

Materialele compozite sunt o combinație realizată din cel puțin două materiale diferite cu o interfață de separare a celor doi constituenți. Realizarea acestor materiale compozite pentru o anumită aplicație, se bazează pe selectarea rațională a tehnologiei de obținere, a matricei și a materialului de adaos.

Materialele compozite sunt proiectate și pentru alte scopuri decât cel clasic prezentat, și anume de materiale tehnologice noi combinând proprietățile intrinseci ale părților constitutive, respectiv aliaj de aluminiu și particule de feroaliaje FeSi45, FeTi30 și SiC, pentru obținerea unor dezoxidanți complecși utilizați la elaborarea oțelurilor.

1.2. Criterii de selecție a materialelor compozite cu matrice metalică

Scopurile proiectării materialelor compozite cu matrice metalică sunt de a combina proprietățile dezirabile ale metalelor și materialelor de adaos, unul dintre ele, fiind de a servi ca mijloc de transport al particulelor granulare de feroaliaje FeSi45, FeTi30 și SiC în topitura de oțel în etapa tehnologică de dezoxidare prin precipitare a oțelurilor.

1.2.3. Utilizarea materialelor compozite cercetate

Dacă materialul compozit utilizat pentru aplicații tehnologice este obținut în scopul valorificării ridicate a particulelor granulare de feroaliaje FeSi45, FeTi30 și SiC este important ca la interfață să nu se producă compușii intermetalici în concentrație ridicată precum și defecte cum ar fi pori.

1.3. Criterii de selecție a materialului matricei metalice

Pentru materialele compozite cu matrice metalică pot fi utilizate diverse metale și aliajele. Pentru materialele compozite cu utilitate tehnologică, matricea metalică poate fi un aliaj de aluminiu. În acest caz, importante sunt proprietățile de suprafață (tensiunea superficială și unghiul de contact) ale acesteia pentru favorizarea unui randament de înglobare cât mai ridicat.

1.4. Criterii de selecție ale materialelor de adaos

Scopul tehnologic al materialelor de adaos în matricea metalică este de a facilita transportul acestora într-o topitură metalică, dacă materialul compozit va fi folosit pentru dezoxidarea oțelurilor sau carburarea acestora, sau de a prelua forțe exterioare.

În prezenta lucrare s-au testat și alte particule cum sunt feroaliajele FeSi45 și FeTi30 în scop tehnologic. Studiarea acestor materiale granulare privind proprietățile de suprafață (tensiunea superficială și unghiul de contact) ajută la explicarea unor procese care determină randamentele de înglobare în matricea metalică.

1.5. Metode de obținere a materialelor compozite cu matrice metalică

Obținerea în stare lichidă a materialelor compozite, când particulele granulare rămân un timp îndelungat în contact cu aliajul topit al matricei și local poate rezulta o reacție între cele două. Metoda Stir Casting Vortex nu este o tehnologie potrivită materialelor de adaos fibre sau filamente deoarece amestecarea produce ruperea acestora [34].

Pentru obținerea materialelor compozite cu particule granulare de dimensiuni nano s-au efectuat cercetări cu ajutorul tehnologiilor ce utilizează amestecarea mecanică cu ultrasunete pentru a se forma efectul de tip “cavitație ultrasonică” [43].

1.5.3. Metode de obținere în stare lichidă

La metoda Stir Casting Vortex, particulele granulare sunt încorporate în matricea topită folosind diverse tehnologii urmată de amestecarea mecanică sau presarea și turnarea, rezultând materialul compozit. În acest proces, o legătură puternică între matrice și materialul de adaos este realizată la temperaturi de obținere ridicate.

În cazul metodei Stir Casting Vortex [50], descrisă în figura 1.2. materialul de adaos este introdus în vârtejul creat de materialul metalic lichid prin amestecarea mecanică. Materialul de adaos este uniform distribuit în topitură după care materialul compozit rezultat poate fi turnat.

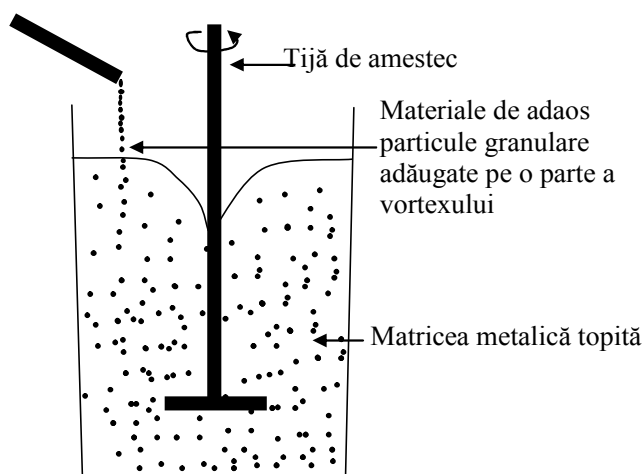


Figura 1.2. Schema metodei Stir Casting Vortex [50]

Pentru obținerea unui material compozit prin metoda Stir Casting Vortex se impune cunoașterea următorilor factori care influențează realizarea: domeniul de temperatură (peste temperatura lichidus sau sub temperatura lichidus); introducerea anumitor cantități de particule granulare în topitura metalică; tratarea particulelor granulare (fie prin preîncălzire fie prin oxidare superficială); mediul de obținere presurizat/depresurizat sau în mediu inert; pregătirea suprafeței lingoului metalic; utilizarea diferitelor forme de palete pentru amestecarea mecanică; stabilirea unor viteze de rotație pentru realizarea unor randamente superioare de înglobare a particulelor granulare.

CAPITOLUL 2 MATERIALE, METODE ȘI PROCEDURI EXPERIMENTALE

În prezentul capitol se analizează pe larg caracteristicile fizice, chimice și mecanice ale matricei metalice, aliaj de aluminiu A6061, precum și ale particulelor granulare de feroaliaje de FeSi45, FeTi30 și SiC. Descrierea în extenso a proprietăților materialelor utilizate are rolul de a cunoaște și proiecta tehnologiile de obținere în stare lichidă a materialelor compozite prin metodele de amestecare mecanică, prin metoda Stir Casting Vortex și metoda de amestecare mecanică cu vibrații.

2.1. Materialele utilizate în cadrul experimentelor

Materialele utilizate în procesul de obținere a materialelor compozite cu matrice metalică și particule greu fuzibile sunt:

- Aliajul de aluminiu, marca A6061 [185] cu compoziția chimică prezentată în tab. 2.1 și
- Particule greu fuzibile de FeSi45, FeTi30 și SiC.

2.1.1. Caracterizarea aliajului de aluminiu utilizat pentru matricea metalică a compozitelor studiate

În tabelul 2.1 se prezintă unele proprietăți specifice ale mărcii de aliaj A6061. Aceste proprietăți reflectă câteva din condițiile impuse pentru obținerea materialelor compozite de tipul A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

Tabel 2.1. Compoziția chimică a aliajului de aluminiu A6061 [185]

Aliaj de aluminiu	Compoziția chimică (%)								
	Si	Mg	Cr	Cu	Fe	Mn	Ti	Zn	Al
A6061	0.4 – 0.8	0.8 – 1.2	0.04 – 0.35	0.15 – 0.4	Max 0.7	Max 0.15	Max 0.15	Max 0.25	95.8 – 98.6

2.1.2. Caracterizarea materialelor granulare utilizate în procesul de obținere a materialelor compozite

Materialele greu fuzibile în stare granulară, de feroaliaj sunt deșeuri rezultate în general pe traseul de obținere – transport – manipulare - utilizare. Aceste materiale (FeSi45, FeTi30 și SiC) sunt recunoscute [186], [187], [188], [189], [190], [191], [192] ca fiind dure dar și friabile (se sfărâmă foarte ușor). Se poate preciza faptul că, odată cu creșterea concentrației de element de aliere în feroaliaj, se reduce friabilitatea la tipurile de feroaliaje utilizate în prezenta cercetare [192].

2.1.2.1. Determinarea proprietăților fizice ale materialelor sub formă granulară

a. Stabilirea formei particulei solide

Forma granulelor este determinată în general, de procesul de mărunțire în urma manipulărilor succesive a materialelor granulare de feroaliaje și SiC. Particulele granulare pot avea forme diverse cum ar fi: sferice, alungite, lamelare, lenticulare, aciculare, poliedrice sau spongioase, dendritice și altele așa cum se pot observa în figura 2.2.

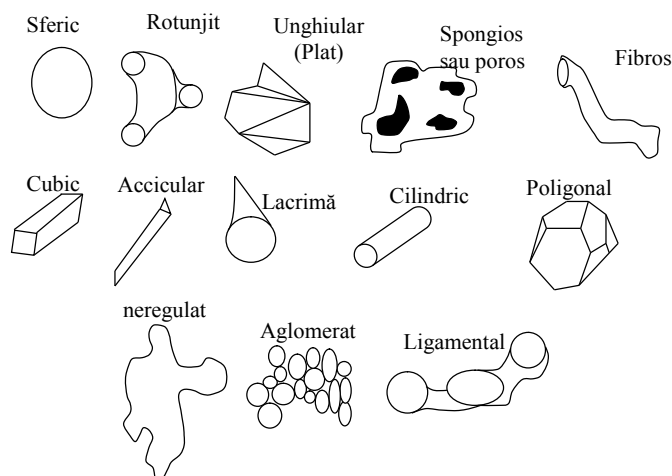


Figura 2.2. Particule granulare în diferite forme

Tabel 2.4. Imagini ale particulelor de FeSi45, FeTi30 și SiC pe un caroiaj milimetric cu diviziunea unitară de 1 mm

Nr crt	Granulația mm	Tipuri de materiale granulare		
		FeSi45	FeTi30	SiC
1	$d_{mp} = 0,80$			
2	$d_{mp} = 0,40$			
3	$d_{mp} = 0,04$			

Analizând macrografiile prezentate în tabelul 2.4 se observă că, în ceea ce privește forma particulelor din materiale greu fuzibile utilizate pentru obținerea compozitelor cu matrice din aliaj de aluminiu, respectiv cele de FeSi45 și FeTi30 sunt preponderent poligonale și sferice datorită caracterului ruperii fragile a acestora în urma procesului de fărâmițare, iar cele de SiC sunt acciculare.

b. Determinarea mărimii particulelor granulare și a fracției granulometrice

În cadrul experimentelor efectuate, mărimea particulelor respectiv repartiția granulometrică a acestora, s-a determinat prin cernere printr-un set de site alese în

conformitate cu SR EN 24497:1994, de mărime cunoscută a ochiurilor sitei, apoi s-au cântărit fracțiile separate și s-au calculat masele lor procentuale. În figura 2.3 se prezintă distribuția granulometrică obținută prin cernere pentru particulele granulare de FeSi45.

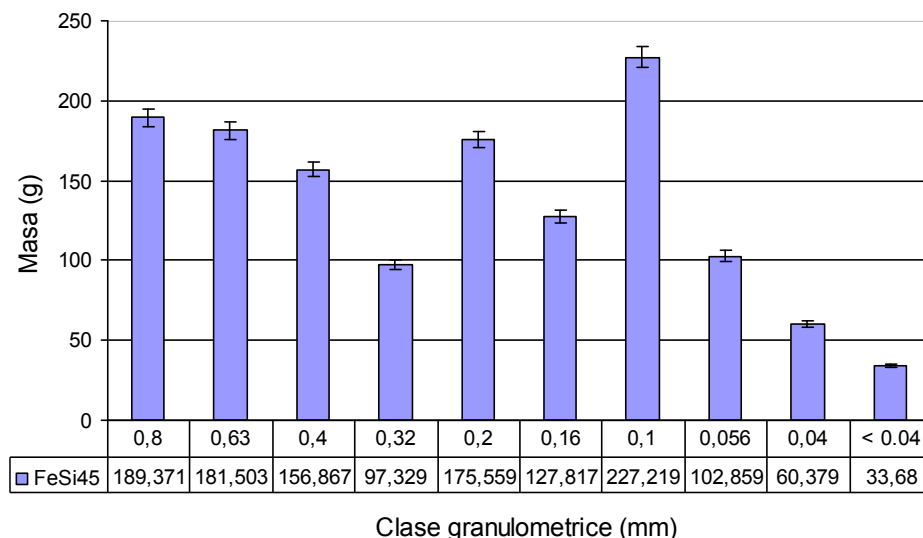


Figura 2.3. Distribuția granulometrică a particulelor granulare de FeSi45 obținută prin cernere

Analizând distribuția granulometrică a particulelor granulare de FeSi45 din figura 2.3, se observă că particulele cu $d_{mp} = 0,8$ mm și $d_{mp} = 0,4$ mm sunt o fracții importante a materialului analizat, ceea ce justifică necesitatea cunoașterea comportării acestora la obținerea materialelor compozite.

În figura 2.4 se prezintă distribuția granulometrică pentru particulele granulare de FeTi30.

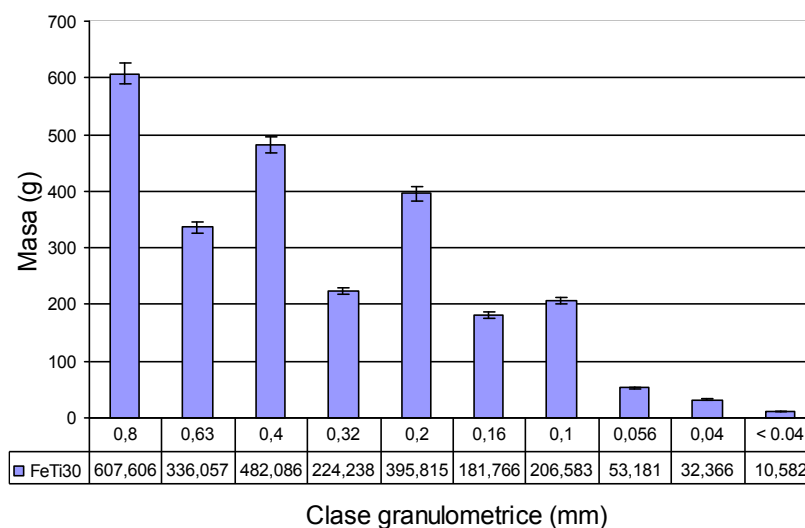


Figura 2.4. Distribuția granulometrică a particulelor granulare de FeTi30

Analizând distribuția granulometrică a particulelor granulare de FeTi30 din figura 2.4, se observă că proprietatea de friabilitate a acestora determină crearea particulelor ce aparțin la mai multe clase granulometrice și rezultă că nu sunt preferințe pentru o dimensiune anume. Această consecință este datorată și energiei mecanice de impact aplicată bucăților mari de particule.

În figura 2.5 se prezintă distribuția granulometrică pentru particulele granulare de SiC.

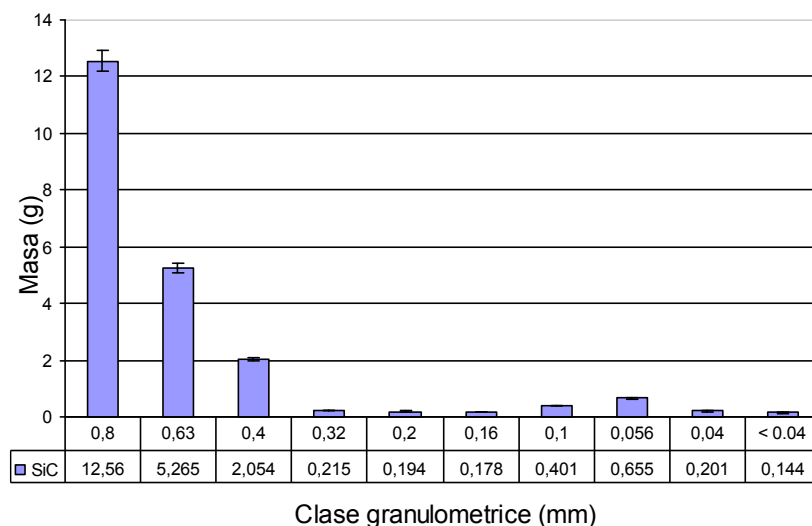


Figura 2.5. Distribuția granulometrică a particulelor granulare de SiC

Analizând distribuția granulometrică a particulelor granulare de SiC din figura 2.5 se observă că există o diversitate de dimensiuni ca urmare a condițiilor locale de lucru consecință a sfărâmării mecanice (din bucățile de material grosier dislocă bucăți cu dimensiuni reduse).

c. Influența permeabilității p particulelor în stare granulară asupra infiltrării aliajelor în stare lichidă

Permeabilitatea este definită ca proprietatea unui fluid de a se infiltra printr-un strat de particule. De o importanță deosebită este dimensiunea fizică a spațiului intergranular, cu cât spațiul intergranular este mai mare cu atât mai facilă este infiltrarea lichidului prin strat.

Cunoașterea diametrului spațiului interparticule (pentru cazul forme sferice), figura 2.15, reprezintă o evaluare foarte utilă deoarece se poate determina cu o bună aproximație volumul minim de aliaj lichid care trebuie să umple aceste goluri și se poate determina presiunea minimă impusă pentru ca spațiile dintre particule să fie umplute cu aliaj.

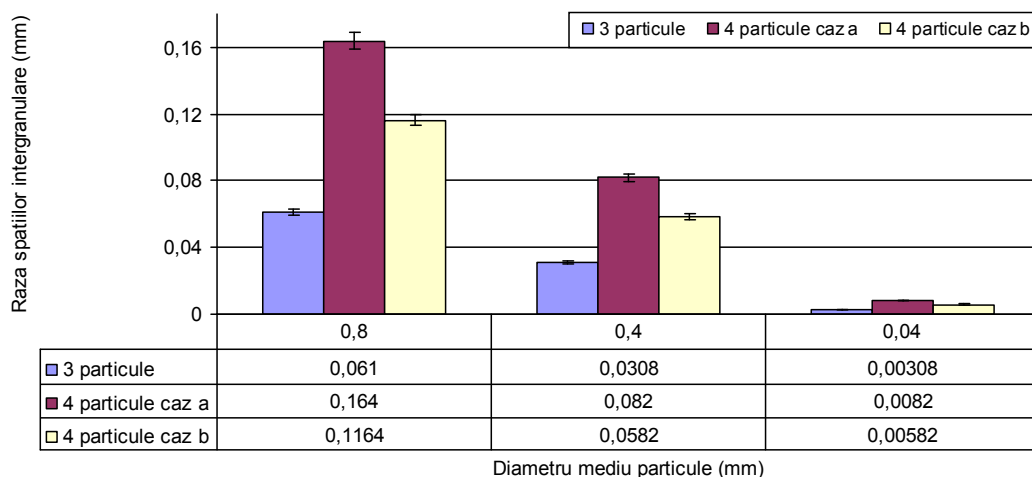


Figura 2.15. Variația dimensiunii spațiilor intergranulare funcție de dimensiunile particulelor

Se poate determina astfel existența unei dependențe liniare sau de altă natură între goluri – particule. Spațiul intergranular este golul inițial, în condiții statice fără aplicarea vibrațiilor mecanice, pe care aliajul de aluminiu lichid trebuie să-l umple parțial spre total.

2.1.2.2. Determinarea compoziției chimice

Metodele pentru determinarea compoziției chimice au fost metoda spectrometriei de fluorescență cu raze X (XRF) pentru care s-a utilizat spectrometrul de marcă Innov-X System existent în laboratorul Facultății de Inginerie și microsonda electronică EDX de la microscopul electronic SEM de marcă Fei Quanta 200 din cadrul laboratorului de la Facultatea de Științe și Mediu a Universității „Dunărea de Jos” din Galați. Rezultatele obținute, prin aplicarea celor două metode, pentru tipurile de particule cercetate, sunt prezentate în tabelul 2.5 comparativ cu datele din standard.

Tabel 2.5. Compoziția chimică a particulelor granulare solide

Nr. crt.	Tipul particulelor granulare	Compoziția chimică a particulelor (%)		
		Metoda EDX	Metoda XRF	Standard
1	FeSi45	Si – 43,46; Fe – 13,35; O – 22,15; C – 7,49; Al – 3,47; Na – 3,66; W – 1,85; P – 0,09; S – 0,27	Si - 43,6; Fe - 55,53; Mn - 0,54; Cr - 0,33	SR ISO 5445/1995 Si 40 – 47; Mn _{max} - 1; Cr _{max} – 0,6; P _{max} – 0,04; S _{max} – 0,04; C _{max} – 0,5; Al _{max} – 2;
2	FeTi30	Ti – 19,90; Fe – 24,4; O – 27,79; C – 7,07; Al – 10,25; Si – 5,15; P – 0,42; S – 0,65	Ti 34,87; Fe - 53,67; Si -6,24; Al - 4,55; Mn - 0,67	SR ISO 5445/1995 Ti – 35; C _{max} – 0,15; P _{max} – 0,08; S _{max} – 0,05; Cu – 2;
3	SiC	C – 30; Si – 69,99	-	SR ISO 5064:1997 C – 30; Si – 69,99

În figura 2.23. este prezentată o microzonă prin microscopie electronică (SEM) pe care s-a realizat analiza EDX precum și rezultatul acestei analize pentru particulele de FeSi45.

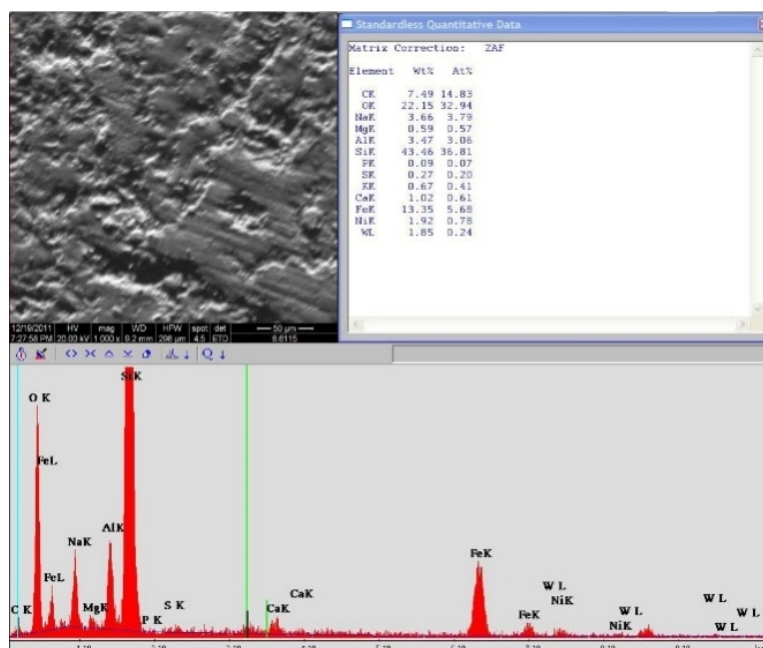


Figura 2.23. Spectrul privind compoziția chimică determinată prin metoda de analiză EDX a particulelor de FeSi45

În figura 2.24 se prezintă rezultatul analizei SEM și EDX pentru o probă de FeTi30.

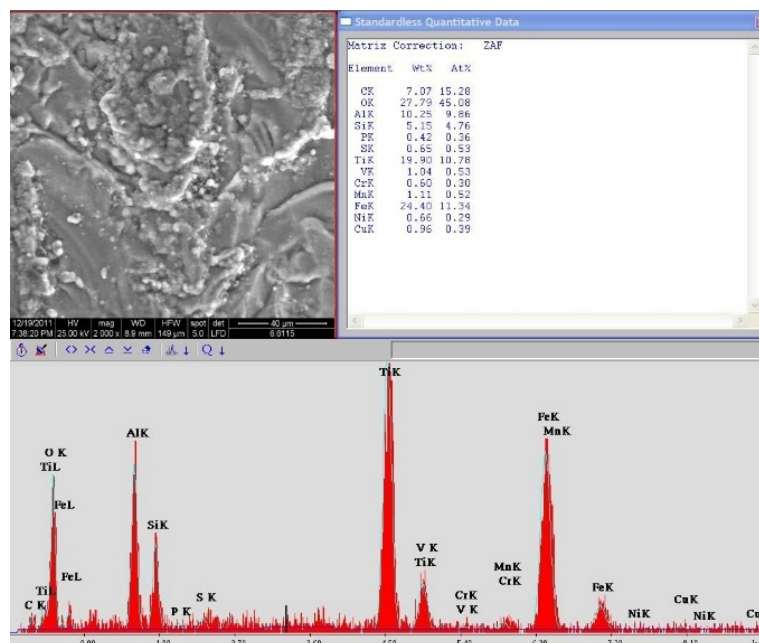


Figura 2.24. Spectrul privind compoziția chimică determinată prin metoda de analiză EDX a particulelor de FeTi30

În urma analizei EDX pentru determinarea compoziției chimice se poate observa că particulele în stare granulară de feroaliaje conțin carbon în concentrații ridicate (C aproximativ 7%) și suprafața este puternic oxidată (conținut ridicat de oxigen, aproximativ 28%).

2.1.2.3. Determinarea proprietăților tehnologice

Proprietățile tehnologice ale materialelor granulare sunt :

- Friabilitatea;
- Densitatea aparentă de umplere;
- Fluiditatea.

- Friabilitatea materialelor granulare

Proprietatea intrinsecă de friabilitate este specifică materialelor solide supuse proceselor mecanice de amestecare, rostogolire, frecare mecanică care se concretizează prin pierderea în greutate și formarea de mărunț care devine deșeu și dacă nu se valorifică reprezintă pierdere pentru producător și/sau utilizator.

Producătorii vând feroaliajele pe clase granulometrice: 15 – 20 mm; 35 – 40 mm și 50 – 100 mm. Practica industrială a arătat faptul că pentru feroaliajele cu granulația mai mică, mărunțul rezultat este în cantitate mai mare iar pentru cele sub formă de bulgări mai mari, mărunțul rezultat este mai redus – tabel 2.6.

Tabel 2.6. Pierderi prin sfărâmarea bucăților de feroaliaje

Nr. crt.	Friabilitate	Granulație materialele granulare, [mm]	
		15 - 20	35 - 40
1	Pierdere prin sfărâmare pe traseul producție-transport pentru FeSi45, FeTi30	< ~ 8 %	< ~ 2%

În cadrul standardelor internaționale, pentru materialele din domeniul procesării metalurgice, sunt prevăzute teste de friabilitate care evidențiază pe o scară de la 1 la 6 capacitatea materialelor de a se fărâmița.

Standardele internaționale ASTM, Euronorm, SR ISO includ, pentru fiecare material supus procesului de manipulare – transport, un ghid pe care utilizatorul final (oțelăria) al materialelor solide îl poate consulta.

a. Densitatea aparentă de umplere

Densitatea aparentă ρ_a , în g/cm^3 , se calculează făcând raportul între masa M a particulelor din recipient, în g , și volumul recipientului, de 25 cm^3 . Se calculează media aritmetică a trei determinări.

Pentru cele trei tipuri de materiale FeSi45, FeTi30 și SiC, așa cum se observă din figura 2.25, rezultă o variație normală a masei în raport cu diametrul particulelor granulare.

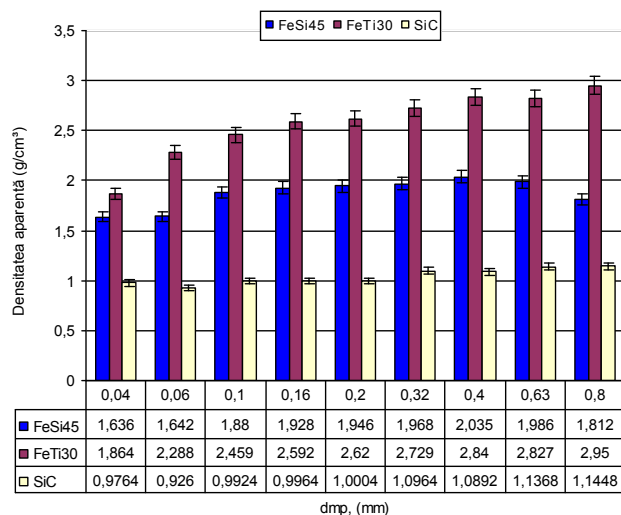


Figura 2.26. Variația densității aparente în funcție de dimensiunile particulelor granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC

Densitatea aparentă prezintă o creștere proporțională cu creșterea diametrelor medii ale particulelor. Așa cum se observă în figura 2.26 cea mai mare densitate o au particulele de FeTi30 cu $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$, deoarece densitatea cea mai mare o are FeTi30 = $6,2 \text{ g/cm}^3$ iar cea mai mică densitate o au particulele granulare de SiC cu $d_{mp} = 0,04 \text{ mm}$.

c. Fluiditatea particulelor solide în stare granulară

Fluiditatea particulelor granulare se apreciază prin capacitatea de curgere cu ajutorul unei pâlnii calibrate (SR ISO 4490:2000) [299]. Fluiditatea este caracterizată prin timpul, în secunde, în care o anumită cantitate de particule trece printr-un orificiu calibrat, de o anumită dimensiune, al unei pâlnii standardizate (aparatură Hall).

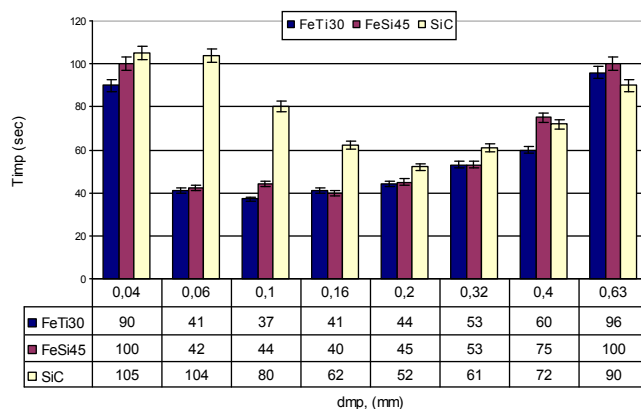


Figura 2.29. Variația timpului de curgere a particulelor granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC

Pentru particulele granulare de FeSi45 și FeTi30 se poate observa o creștere progresivă a timpului de scurgere datorată formelor particulelor apropiate de tipul poligonal

sau sferic. Pentru particulele granulare de SiC se pot observa diferențe semnificative între diametrele medii deoarece formele alungite sau acciculare induc un comportament aleatoriu.

2.2. Tehnici de caracterizare a materialelor compozite în stare lichidă și solidă

Pentru caracterizarea proprietăților materialului compozit elaborat s-au utilizat următoarele metode:

- determinarea proprietăților termice (analiza DSC cu Calorimetrul DSC823e Mettler Toledo);
- determinarea microdureții cu microdurimetrul Vickers PMT3;
- determinarea aspectelor morfologice prin microscopie optică și microscopie electronică (SEM) și analiza chimică a materialelor compozite (EDX) de marcă FEI QUANTA 200;
- analiza chimică elementală cu spectrometrul cu fluorescență de raze X (XRF) de marcă Innov-X System;
- determinarea proprietăților structurale (XRD) cu difractometrul DRON 3.
- măsurarea vâscozității dinamice aparente (metoda rotativă cu vâscozimetrul Brookfield);
- măsurarea tensiunii superficiale și a unghiului de contact (metoda picăturii așezate pe plăcuță);

2.3. Concluzii parțiale

1. S-a determinat compoziția chimică a materialelor solide FeSi45, FeTi30 și SiC pentru a aprecia influența unor elemente din compoziția chimică a acestor materiale granulare asupra matricei metalice (aliaj de aluminiu A6061) la temperatura de elaborare a compozitelor, care poate influența înglobarea particulelor în această matrice metalică, precum și distribuția lor în materialul solidificat.

2. Conform standardelor aferente în vigoare cu privire la friabilitatea materialelor FeSi45, FeTi30 și SiC, acestea au fost încadrate în clasa materialelor cu friabilitate ridicată și cu pierderi corespunzătoare.

3. Din diversitatea de forme ale particulelor granulare se poate trage concluzia că feroaliajele FeSi45 și FeTi30 sunt preponderent poligonale și sferice, iar SiC prezintă o formă aciculară.

4. Dintre toate clasele granulometrice determinate, de interes pentru prezenta temă de cercetare au fost cele corespunzătoare diametrului mediu al particulelor de 0.8 mm, 0.4 mm și 0.04 mm pentru FeSi45, FeTi30 și SiC.

5. S-a realizat o clasificare a particulelor în funcție de spațiile libere dintre granule și permeabilitatea acestora, ținând cont de influența deosebită asupra capacității de infiltrare a aliajului lichid prin aceste spații intergranulare.

6. Determinarea grosimii stratului de particule este necesară pentru predicția posibilității de infiltrare a aliajului de aluminiu. A rezultat că cu cât stratul de particule granulare este mai mare și dimensiunea lor este mai redusă, cu atât mai greu este să se realizeze un randament de înglobare satisfăcător (peste 50%).

7. S-au determinat suprafața și volumul particulelor, numărul de particule pe gram și lungimea canalului ce trebuie umplut cu aliaj lichid în scopul aprecierii randamentului de infiltrare a aliajului de aluminiu printre particule.

8. Pentru cazul ideal al formei sferice a unei particule, s-a determinat pentru cele trei situații diferite diametrul golului interparticule: aranjament cu trei particule – prin două metode, aranjament cu patru particule tangente și aranjament cu patru particule distanțate.

9. S-a determinat densitatea aparentă de umplere, compactitatea de umplere și porozitatea de umplere ținând cont de natura particulelor și de diametrul particulelor granulare, și a rezultat că cea mai bună infiltrare a aliajului topit se realizează printre particulele de SiC deoarece au și cea mai mică porozitate de umplere la $d_{mp} = 0,8$ mm a particulelor. Toate aceste proprietăți se pot explica prin forma plată și aciculară a particulelor.

CAPITOLUL 3

CERCETĂRI EXPERIMENTALE PENTRU OBȚINEREA MATERIALELOR COMPOZITE CU MATRICE METALICĂ DIN ALIAJ DE ALUMINIU (A6061) ȘI PARTICULE GRANULARE DE FeSi45, FeTi30 ȘI SiC, PRIN METODA STIR CASTING VORTEX

În cadrul cercetărilor experimentale, pornind de la tehnologiile actuale de obținere a materialelor compozite, s-a proiectat și realizat o instalație cu amestecare mecanică numită Stir Casting Vortex, în vederea realizării unor randamente de înglobare ridicate a particulelor granulare greu fuzibile în sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

Particulele granulare utilizate ca faze disperse în materialele compozite au avut dimensiuni diferite, de la cele mai fine cu $d_{mp} = 0,04$ mm la cele cu $d_{mp} = 0,8$ mm.

3.1. Motivarea și planul experimental

În programul experimental pentru obținerea materialelor compozite prezentat în tabelul 3.1, se regăsesc principalele caracteristici ale probelor de materiale compozite și parametri de lucru aplicați în procesul de obținere a compozitelor din sistemele analizate.

Aliajul de aluminiu A6061, în timpul încălzirii la 700°C, a condus la formarea unei cantități de zgură ca urmare a oxidării topiturii, dar zgura respectivă, formată în partea superioară, s-a solidificat odată cu materialul compozit și a rămas la suprafață în proporția cea mai mare iar parțial a fost antrenată în topitura de aliaj (matrice) în timpul amestecării mecanice. S-a aproximat că la toate probele a rezultat o cantitate de zgură aproximativ egală deoarece elaborare a avut loc în aceleași condiții: temperatură, timp, instalație de elaborare și cantitate de aliaj de aluminiu.

Calculul de șarjă a avut în vedere o cantitate totală de materiale de 200 g din care 33% (procente de masă), respectiv 50 g au fost particulele granulare.

S-a luat în calcul cantitatea de particule pierdute și neînglobate în proba de compozit pentru determinarea randamentului de înglobare η , cu formula de mai jos:

$$\eta = \frac{m_{pi} - m_{pp}}{m_{pi}} \cdot 100, (\%) \quad (3.1.)$$

unde: η – randament de înglobare, (%); m_{pi} – masă particule inițiale, (g); m_{pp} – masă particule pierdute, (g)

Tabel 3.1. Program experimental pentru obținerea materialelor compozite

Material compozit	Cod probă	Compunere încărcătură				Randament de înglobare η (%)	Temperatura T (°C)	Timp t (min.)	Viteza de rotație v (rot/min)
		Masă de aliaj A6061 m (g)	Masă particule inițiale m_{pi} (g)	Diametrul mediu al particulelor d_{mp} (mm)	Masă particule pierdute m_{pp} (g)				
A6061/FeSi45	A ₁	150	50	0,8	-	-	700	10	420
	A ₂	150	50	0,63	-	-	700	10	420
	A ₃	150	50	0,40	-	-	700	10	420
	A ₄	150	50	0,32	-	-	700	10	420
	A ₅	150	50	0,20	-	-	700	10	420
	A ₆	150	50	0,16	-	-	700	10	420
	A ₇	150	50	0,10	-	-	700	10	420
	A ₈	150	50	0,056	-	-	700	10	420
	A ₉	150	50	0,04	-	-	700	10	420
	A ₁₀	150	50	<0,04	-	-	700	10	420
A6061/FeTi30	B ₁	150	25	0,8	-	-	700	15	170
	B ₂	150	50	0,8	-	-	700	30	170
	B ₃	150	50	0,4	-	-	700	30	170
	B ₄	150	50	0,04	-	-	700	30	170
A6061/SiC	C ₁	150	50	0,8	-	-	700	15	150
	C ₂	150	50	0,4	-	-	700	15	150

3.2. Instalația experimentală pentru obținerea materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și faze disperse

Metoda de amestecare mecanică denumită Stir Casting Vortex s-a aplicat folosind instalația proiectată și realizată de autorul tezei, prezentată în figura 3.1, care a permis introducerea materialelor de adaos (particule greu fuzibile) cum ar fi feroaliaje (FeSi45 și FeTi30) și carbura de siliciu alimentate în zona de vârtej creată în topitură lichidă.

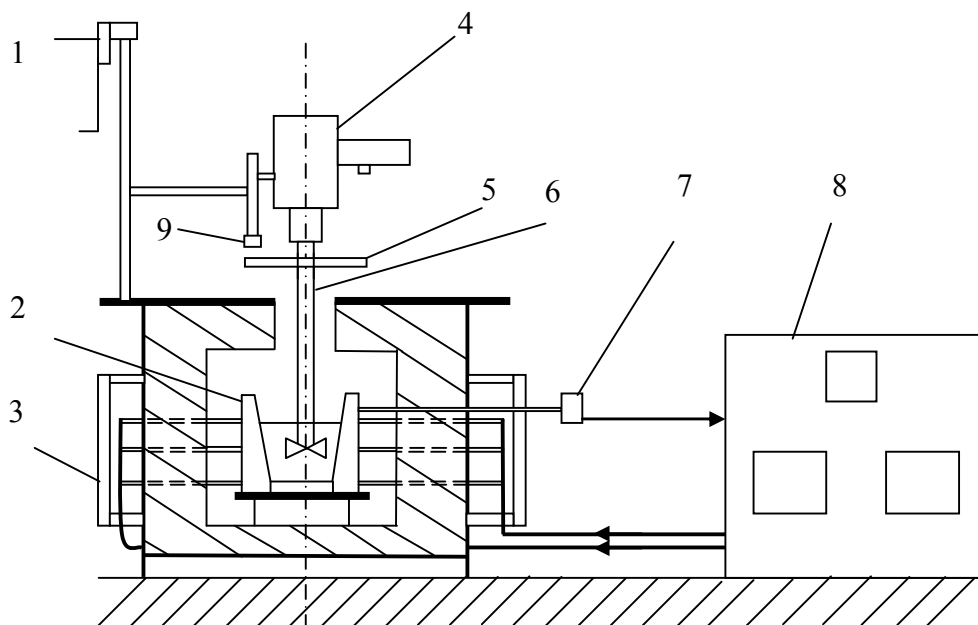


Figura 3.1. Schema instalației de amestecare mecanică, metoda Stir Casting Vortex [291]
1 – sistem de manevrare a dispozitivului de agitare a băii metalice; 2 – creuzet metalic; 3 – cuptor cu bare de silită; 4 – dispozitiv de amestecare; 5 – disc prevăzut cu senzor magnetic; 6 – tijă port-elice; 7 – sistem de măsurare a temperaturii (termocuplu Cr-Al); 8 – sursă de alimentare prevăzută cu regulator de temperatură; 9 – dispozitiv de măsurare a turației

Datele tehnice privind instalația de elaborare cu amestecare mecanică prin metoda Stir Casting Vortex sunt:

- Sistem de agitare: $P_{\max} = 1100 \text{ W}$
 $n = 0 \dots 800 \text{ rpm}$
- Încălzire electrică: elemente de încălzire reprezentate de bare de silită
 $R = 4 \Omega$
Putere = $0 \dots 3,6 \text{ kW}$
- Sistem de reglare a temperaturii
 - PID – 1RT96;
 - senzor de temperatură, sondă K (Cromel - Alumel);
 - domeniu de temperatură $0 \dots 900^\circ\text{C}$,
- Sistem de măsurare a vitezei de rotație a agitatorului: microcontroller cu senzor Hall
- Șarjă: volum max. $1,05 \text{ dm}^3$, masa max. $0,7 \text{ kg}$.

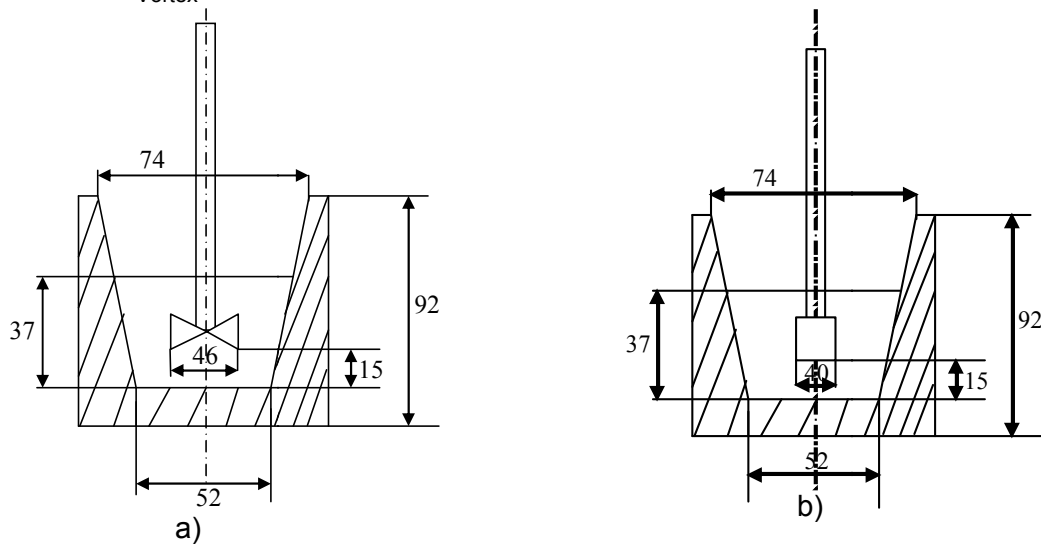


Figura 3.3.a), b) Dimensiunile de gabarit ale creuzetului metalic și ale agitatorului

În cadrul cercetărilor au fost testate două tipuri de palete cu forme și dimensiuni diferite (vezi figura 3.3). În figura 3.4 se prezintă tipurile de palete utilizate pentru obținerea materialelor compozite, iar în figura 3.5 se prezintă măsurarea unghiului de atac al elicei de antrenare. De asemenea, dispozitivul de măsurare a turației cu senzor magnetic este prezentat în figura 3.6.

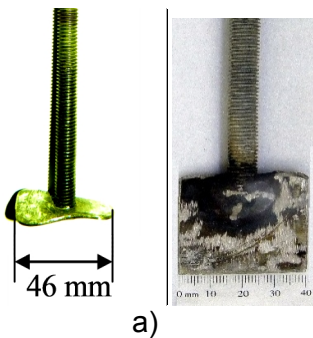


Figura 3.4. Paletă de amestecare: a) tip elice (amestecător), b) dreaptă

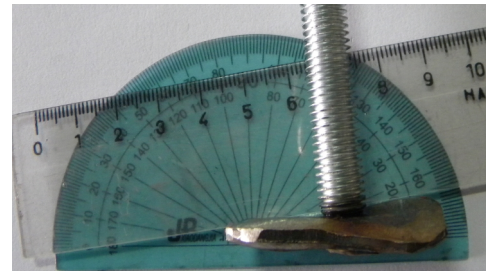


Figura 3.5. Dispozitiv de măsurare a unghiului de atac al elicei de antrenare



Figura 3.6. Dispozitiv de măsurare cu senzor magnetic a turației

Modul de funcționare a instalației experimentale Stir Casting Vortex este prezentată schematic în figura 3.7.

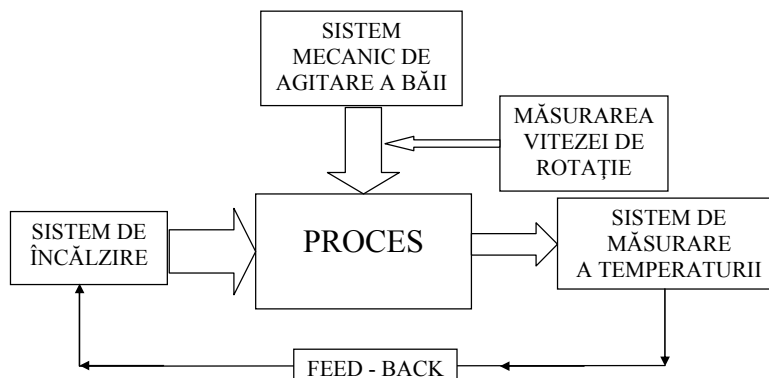


Figura 3.7. Schema de funcționare a instalației Stir Casting Vortex [291]

3.3. Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/FeSi45

Proiectarea și realizarea experimentelor a urmărit punerea în evidență a înglobării în matricea metalică de aliaj de aluminiu marca A6061 a particulelor greu fuzibile, în special feroaliaje, cu diametre medii cuprinse în diferite clase granulometrice. Astfel, s-au variat dimensiunile particulelor de feroaliaje FeSi45, FeTi30 și SiC, menținând constanți ceilalți parametri: temperatură, durata de amestecare, viteză de rotație, forma paletii și compoziția chimică a aliajului de aluminiu.

Tabel 3.2. Condițiile de obținere a materialului compozit din sistemul A6061/FeSi45

Cod probă	Compunere încărcătură				Randament de înglobare η (%)	Temperatura T (°C)	Timp t (min.)	Viteza de rotație v (rot/min)
	A6061	FeSi 45						
	Masă aliaj de A6061 m (g)	Masă particule inițiale m_{pi} (g)	Diametrul mediu al particulelor d_{mp} (mm)	Masă particule pierdute m_{pp} (g)				
A ₁	150	50	0,8	30	40	700	10	420
A ₂	150	50	0,63	30,5	39	700	10	420
A ₃	150	50	0,40	31	38	700	10	420
A ₄	150	50	0,32	31,25	37,5	700	10	420
A ₅	150	50	0,20	32	36	700	10	420
A ₆	150	50	0,16	32,15	35,7	700	10	420
A ₇	150	50	0,10	32,75	34,5	700	10	420
A ₈	150	50	0,056	33,5	33	700	10	420
A ₉	150	50	0,04	33,6	32,8	700	10	420
A ₁₀	150	50	<0,04	34,50	31	700	10	420

Cercetările experimentale prezentate în literatura de specialitate au arătat că la materialele compozite elaborate prin metoda de amestecare mecanică Stir Casting Vortex regimurile de înglobare au fost corespunzătoare.

3.4. Caracterizarea materialului compozit din sistemul A6061/FeSi45 obținut prin metoda Stir Casting Vortex

Pentru caracterizarea materialului compozit cu particule granulare de FeSi45 obținut prin amestecarea mecanică prin metoda Stir Casting Vortex s-au folosit următoarele metode de investigare:

- Analizele chimice EDX și XRF, care pun în evidență modificarea compoziției chimice la interfața matrice metalică și particule granulare. Acest tip de analiză s-a făcut selectiv pentru probe reprezentative;
- Metoda metalografică, care evidențiază în câmpul probei aspecte cum ar fi: dispersia particulelor, influența metodei de amestecare asupra procesului de obținere al materialelor compozite și porii care se formează.
- Analiza structurii prin microscopie electronică (SEM) pentru a evidenția microstructura compozitelor studiate.

3.4.1. Analiza chimică efectuată pe suprafața probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin metoda EDX

Pentru proba de material compozit, în figura 3.12 și în tabel 3.3 se prezintă rezultatul analizei compoziției chimice efectuată cu ajutorul microscopului electronic cu baleiaj (SEM), metoda EDX.

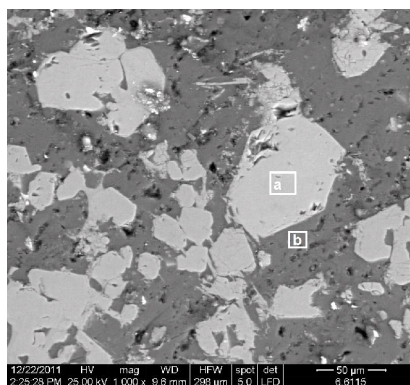


Figura 3.13. Imagine SEM a materialului compozit A6061/FeSi45 cu $d_{mp} = 0,4 \text{ mm}$

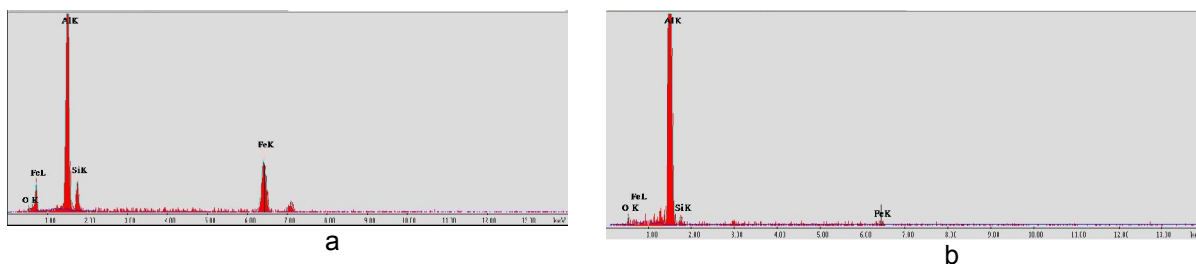


Figura 3.14. Spectrele a, b care redau rezultatele analizelor elementale EDX, pentru materialul compozit A6061/FeSi45

Tabel 3.4. Compoziția chimică a materialului compozit A6061/FeSi45

Nr. crt.	Zona analizată	Compoziția chimică (%)			
		Al	Fe	Si	O
1	Particulă (a)	60,88	26,57	10,6	1,95
2	Matrice metalică (b)	90,36	1,43	3,55	4,65

Din figurile 3.13, 3.14 și tabelul 3.4 se observă următoarele: la compoziția chimică de pe particulă se pune în evidență prezența aluminiului în concentrație de 60,88% (procente de masă). Amestecarea mecanică prin metoda Stir Casting Vortex, la temperatura de lucru (700°C) și timpul de amestecare de 10 min. a favorizat umectarea totală a particulelor

granulare de către aliajul de aluminiu iar prin mecanismul difuziei bidirecționate se poate explica concentrația ridicată a aluminiului în zona particulei. De asemenea, se observă prezența oxigenului în concentrație de 1,95% (procente de masă), o concentrație redusă, rezultând o peliculă de oxid de aluminiu cu grosime redusă la marginea particulei.

3.4.2. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 obținut prin metoda Stir Casting Vortex

Analiza macrostructurală își propune să pună în evidență la scară macro aspecte legate de distribuția particulelor în matricea metalică, formele diverse ale particulelor, evidențierea defectelor inerente procesului de obținere, în speță porii, difuzia ca mecanism de formarea a legăturilor matrice – particule.

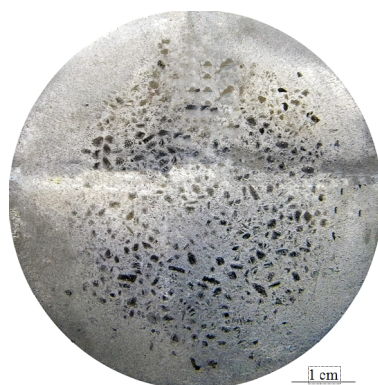


Figura 3.15. Macrostructura probei A₁ de material compozit A6061/FeSi45 cu $d_{mp} = 0,8$ mm

În figura 3.15 se prezintă o secțiune transversală prin proba A₁ (A6061/FeSi45 cu particule având $d_{mp} = 0,8$ mm). Masa de particule a fost înglobată prin metoda Stir Casting Vortex, secțiunea a fost pregătită prin tăiere mecanică, șlefuire și lustruire. Se observă distribuția neuniformă a particulelor pe secțiunea transversală. Amestecarea particulelor este dificil de realizat la margine datorită vâscozității mari a topiturii metalice și a efectului de perete de la amestecare.

În zona centrală se observă o distribuție uniformă a particulelor și o orientare a particulelor după sensul turbionului, pe baza minimei rezistențe la amestecarea mecanică a lichidului și ca urmare a faptului că particulele sunt împinse spre centrul probei de frontul de solidificare. În cazul structurii dendritice particulele sunt prinse între ramurile secundare sau terțiare ale dendritelor. De asemenea, în zona centrală se observă o ușoară scădere a densității particulelor datorită efectului centrifugal.

3.4.3. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie optică

Pentru analiza microstructurală s-au prelevat eșantioane din compozitele A6061/FeSi45, și s-au pregătit prin șlefuire și lustruire în laboratorul de pregătire a probelor din Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați. S-au evidențiat grăunți poligonali de culoare gri de soluție solidă α (de Si în Al) sau pot fi, la interfețe, posibil compuși intermetalici de FeAl₃ și particule de FeSi45 care au aspect poligonal s-au sferic și cristale cu aspect acicular care pot fi de Si sau de eutectic ($\alpha + Si$).

Analizele microstructurale prezintă faptul că, deși particulele au avut inițial anumite dimensiuni unele dintre ele s-au fărâmițat și micșorat până la dimensiuni apropiate.

În figurile 3.16 – 3.21 sunt puse în evidență microstructurile și micrografiile materialului compozit A6061/FeSi45 la care particulele granulare de FeSi45 cu $d_{mp} = 0.04$ mm, 0.4 mm și 0,8 mm au fost înglobate în matricea metalică de aliaj de aluminiu.

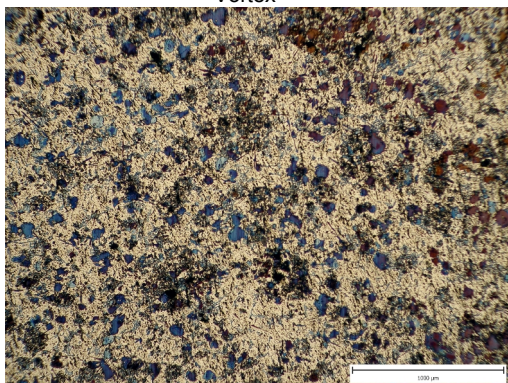


Figura 3.16. Microstructura materialului compozit A6061/FeSi45, metoda Stir Casting Vortex (10 min) și $d_{mp} = 0,04$ mm (atac 10% HF)

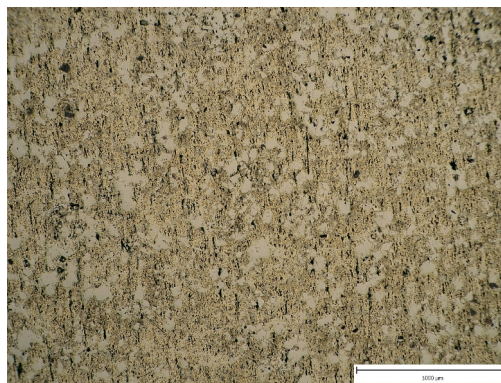


Figura 3.17. Micrografia materialului compozit A6061/FeSi45, metoda Stir Casting Vortex (10 min) și $d_{mp} = 0,04$ mm (fără atac)

Particulele granulare fine de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,04$ mm înglobate în matricea metalică a materialelor compozite obținute prin metoda Stir Casting Vortex, prezintă următoarele aspecte: distribuție omogenă pe toată suprafața, prezența particulelor cu forme poligonale, omogenitatea dimensiunii granulelor, lipsa clusterilor locali și un grad redus de pori pe suprafață dovadă a unei omogenizări rapide.

3.5. Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/FeTi30

Cercetările privind obținerea și caracterizarea compozitului A6061/FeTi30 sunt similare cu cele pentru A6061/FeSi45. Materialul compozit a fost obținut folosind energie mecanică exterioară.

Compunerea încărcăturii și regimurile experimentale la obținerea materialului compozit din sistemul A6061/FeTi30 sunt prezentate în tabelul 3.6.

Tabel 3.6. Condiții de obținere a materialului compozit A6061/FeTi30

Cod probă	Compunere încărcătură				Randament de înglobare η (%)	Temperatură T ($^{\circ}C$)	Timp t (min)	Viteza de rotație v (rpm)
	A6061	FeTi30						
	Masă de aliaj A6061 m (g)	Masa particule inițiale m_{pi} (g)	Diametrul mediu al particulelor d_{mp} (mm)	Masă particule pierdute m_{pp} (g)				
B ₁	150	25	0,8	20	20	700	15	170
B ₂	150	50	0,8	31,5	37	700	30	170
B ₃	150	50	0,4	32,5	35	700	30	170
B ₄	150	50	0,04	35,5	29	700	30	170

În urma procesului de obținere prin metoda Stir Casting Vortex la toate regimurile de lucru s-a format material compozit. Pentru particulele granulare de FeTi30, cu $d_{mp} = 0,8$ mm și timpul de menținere a topiturii în vederea înglobării particulelor de 15 minute, respectiv 30 minute, s-a observat modificarea semnificativă a compoziției chimice. Timpul de amestecare mărește timpul de contact dintre particule și aliajul de aluminiu, deci mărește și suprafața unde poate avea loc procesul de difuzie a aluminiului în particule.

3.6. Analiza materialelor compozite din sistemul A6061/FeTi30

Pentru a analiza materialul compozit s-au folosit următoarele metode de investigare:

- Analiza chimică EDX și XRF, pentru evidențierea neomogenității compoziției chimice.
- Analiza microscopică, pentru evidențierea în câmpul probei a diverselor aspecte: distribuția omogenă, apariția porilor, dispersia particulelor, influența semnificativă a metodei de obținere a materialului compozit.

- Analiza microscopică SEM, pentru evidențierea compușilor chimici nou formați.

3.6.1. Analiza chimică a suprafeței probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin metoda EDX

Pentru proba de material compozit din figura 3.24 (tabel 3.7), s-a făcut analiza compoziției chimice.

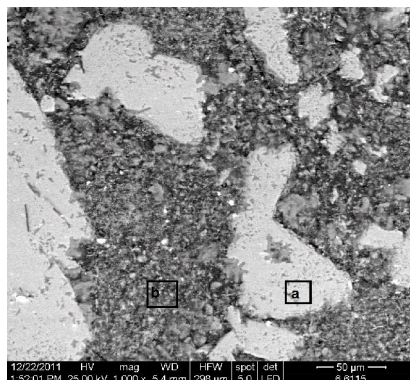


Figura 3.25. Imagine SEM a materialului compozit A6061/FeTi30 cu $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$

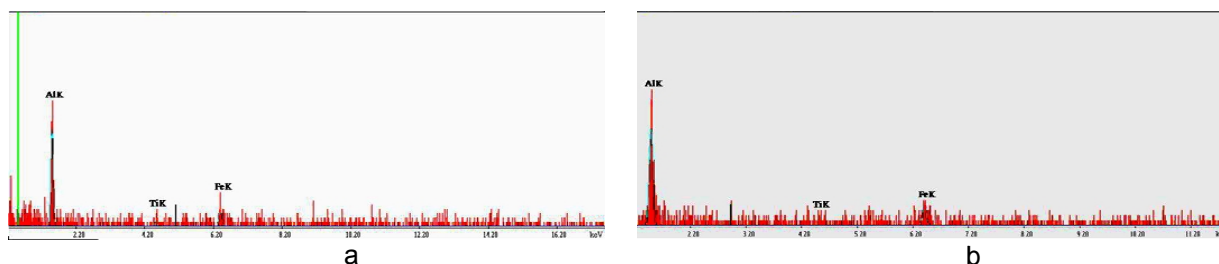


Figura 3.26. Spectrele a, b care redau analizele EDX, în două puncte, pentru materialul compozit A6061/FeTi30

Tabel 3.8. Analiză chimică a zonelor analizate de A6061/FeTi30

Nr. crt.	Zona analizată	Compoziția chimică (%)		
		Al	Fe	Ti
1	Particulă (a)	61,75	30,13	8,13
2	Matrice metalică (b)	63,96	29,81	6,23

Din figurile 3.25, 3.26 și tabelul 3.8 se observă variația compoziției chimice pentru elementele chimice aluminiu, fier și titan, prezente în zonele analizate de pe particulă și din zona matricei. În zona de pe particulă, pentru aluminiu se observă o concentrație ridicată de 61,75% (procente de masă) datorită procesului de amestecare mecanică prin metoda Stir Casting Vortex, care a creat condițiile pentru umectarea totală și pentru difuzia bidirecționată la margine. De asemenea, se observă valori apropiate ale concentrației aluminiului, fie datorită metodei de analiză – efectuată pe o zonă foarte redusă, fie deoarece timpul de elaborare a fost suficient pentru difuzia să se producă în profunzime (valori apropiate ale aluminiului pe matrice și pe particulă).

3.6.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin microscopie electronică SEM

Pentru analiză s-a folosit microscopul electronic SEM Fei Quanta 200. Determinarea a urmărit evidențierea unor detalii ale suprafeței probei care nu se pot observa prin microscopia optică. Suprafața analizată a fost pregătită prin șlefuire și lustruire. O atenție deosebită a fost acordată pregătirii probei în vederea evitării smulgerilor de particule și a formării unor zgărituri pe suprafața probei.

Pregătirea suprafeței s-a făcut cu o grijă deosebită pentru a nu distruge detaliile unei structuri caracteristice unei matrice de aliaj de aluminiu cu deformabilitate ridicată și particule dispersate dure cu forme și dimensiuni caracteristice.

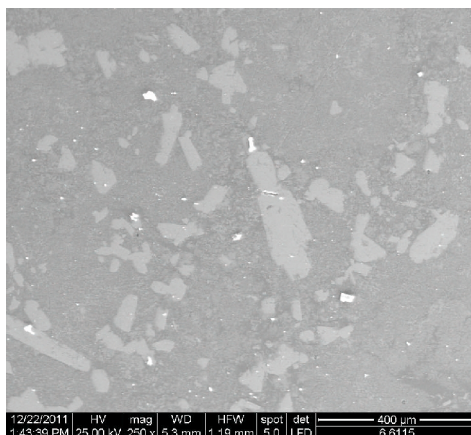


Figura 3.29. Imagine SEM a materialului compozit A6061/FeTi30, metoda Stir Casting Vortex, $t = 30 \text{ min}$ și $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$

În figura 3.29 se observă distribuția particulelor granulare de FeTi30. Chiar dacă în figură ele se găsesc într-o cantitate restrânsă totuși, nu se observă formarea de aglomerări de particule și nici porozități.

3.7. Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/SiC

Obținerea materialului compozit din sistemul A6061/SiC s-a făcut prin înglobarea unei mase cunoscute de particule granulare în matricea metalică. Cu ajutorul unei forțe exterioare de natură mecanică s-a indus în topitura lichidă particule care s-au înglobat în aceasta.

Programul experimental pentru obținerea materialului compozit din sistemul A6061/SiC cuprinde datele și condițiile de lucru din tabelul 3. 10.

Tabel 3.10. Condiții de obținere a materialului compozit A6061/SiC

Cod probă	Compunere încărcătură				Randament de înglobare η (%)	Temperatura T ($^{\circ}\text{C}$)	Timp t (min.)	Viteza de rotație v (rpm)
	A6061	SiC						
	Masă de aliaj A6061 m (g)	Masa particule inițiale m_{pi} (g)	Diametrul mediu al particulelor d_{mp} (mm)	Masa particule pierdute m_{pf} (g)				
C ₁	150	50	0,8	32,5	35	700	15	150
C ₂	150	50	0,4	34,5	31	700	15	150

Randamentul de înglobare a particulelor granulare cu $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$ a fost de 35 % iar pentru particulele cu $d_{mp} = 0,4 \text{ mm}$ de 31%.

Aceste randamente mici sunt consecința unui proces de elaborare complex în care se conjugă mai mulți factori suprapuși: factori geometrici, rugozitatea pereților (efectul de perete), forma paletei amestecatorului mecanic, distanța de la paletă la perete, distanța de la fundul creuzetului la perete (efectul de fund); factori termodinamici funcție de temperatura, care variază în timpul procesului, de la perete spre centru. Prin mărirea suprafeței de contact, urmare a generării vârtejului (vortex), pe baza diferenței de temperatură, generarea curenților convectivi în interiorul topiturii, efectul atmosferei (umiditatea) asupra aliajului de aluminiu; efectul preîncălzirii formei și tipul marginilor, rugozitatea suprafeței particulelor la contactul cu topitura supraîncălzită, randamentul de înglobare poate fi influențat.

3.8. Analiza materialelor compozite din sistemul A6061/SiC

Pentru a analiza materialul compozit s-au folosit următoarele metode de investigare:

- Analiza chimică EDX, pentru evidențierea neomogenității compoziției chimice;
- Distribuția elementelor chimice utilizând metoda spectrometriei cu raze X (EDX);
- Analiza microscopică care pune în evidență în câmpul probei următoarele detalii: distribuția omogenă, apariția porilor, dispersia particulelor, influența semnificativă a metodei de obținere asupra materialului compozit;
- Analiza microscopică cu baleiaj (SEM) pentru analiza detaliată a zonelor compuşilor chimici nou formați.

3.8.1. Analiza chimică a suprafeței probelor de material compozit A6061/SiC prin metoda spectrometriei cu raze X (EDX)

S-au efectuat analize chimice în zona matricei metalice, zona de la interfață și pe particule (tabelul 3.11). În figura 3.33 (a, b, c) sunt prezentate spectrele care arată variația compoziției chimice în cele trei zone investigate ale materialului compozit A6061/SiC.

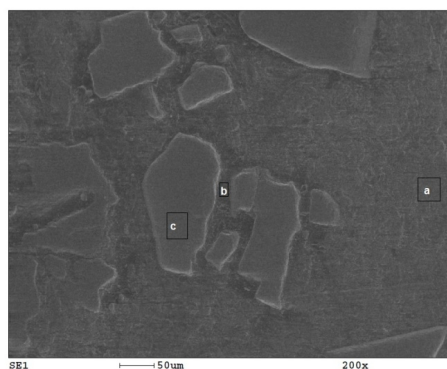


Figura 3.32. Imaginea SEM a materialului compozit A6061/SiC cu $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$

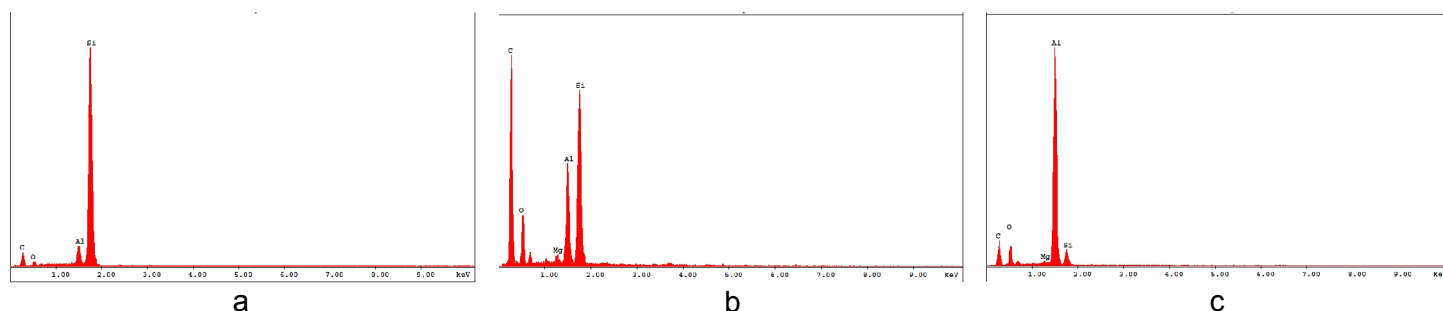


Figura 3.33. Spectrele a, b, c privind analizele EDX în trei puncte pentru materialul compozit A6061/SiC

Tabel 3.11. Compoziția chimică în trei zone diferite a materialului compozit A6061/SiC

Nr. crt.	Zona analizată	Compoziția chimică (%)				
		Al	Si	C	O	Mg
1	Matrice metalică A6061 (a)	43,71	4,38	40,83	10,42	0,56
2	Interfață (b)	6,48	13,96	68,15	10,96	0,45
3	Particulă SiC (c)	4,38	52,17	40,40	2,84	0,21

Din figura 3.33 se observă următoarele: la compoziția chimică de pe particulă se pune în evidență prezența aluminiului în concentrație de 4,38% (procente de masă) conținut posibil datorită condițiilor de elaborare prin metoda Stir Casting Vortex (700°C) și a timpului de amestecare mecanică (15 min.) când se crează posibilitatea transferului bidirecțional și există posibilitatea formării compusului Al_4C_3 ca urmare a procesului de difuzie a C din

particulele de SiC, în topitura de aluminiu care umectează particulele, deci favorizează înglobarea acestora.

Compusul Al_4C_3 se poate regăsi în zona de interfață atunci când sunt asigurate condiții pentru formarea lui, respectiv temperatură și timp de menținere corespunzător.

3.8.2. Distribuția elementelor chimice utilizând spectrometria cu raze X (analiza EDX)

Distribuția elementelor chimice s-a realizat utilizând facilitățile microscopului electronic Fei Quanta 200 cu ajutorul unui program prin care s-a trasat o hartă bazată pe tonuri de culoare. Astfel, s-a putut evidenția omogenitatea prezenței elementelor chimice pe suprafața analizată.

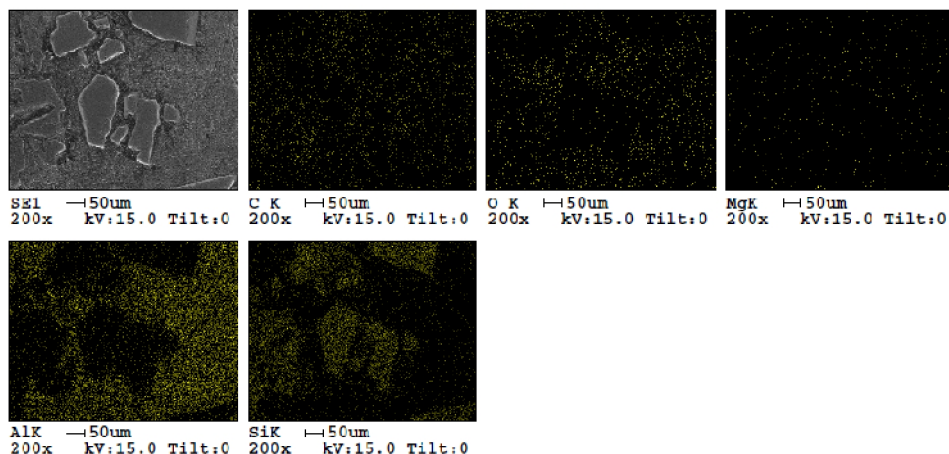


Figura 3.34. Distribuția elementelor chimice pentru materialul compozit A6061/SiC

Materialul compozit prezintă zone unde aluminiul se găsește în concentrație ridicată și zone unde elementele chimice ale particulelor de SiC sunt preponderente, conform figurii 3.34.

Siliciul este prezent atât în matricea metalică (în concentrație de 0,8% procente de masă, conform compoziției chimice a A6061) cât și pe particule (70% procente de masă conform compoziției chimice a SiC), iar distribuția elementelor chimice a pus în evidență siliciul în toată zona analizată dar cu o concentrație ridicată pe particule.

Oxigenul are o distribuție relativ uniformă în matricea metalică de aliaj de aluminiu, ca urmare a prezenței Al_2O_3 , și mai puțin uniformă pe particule, unde oxigenul se poate găsi sub formă de SiO_2 .

3.8.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit A6061/SiC

Analiza macrostructurală este o metodă uzuală pentru studiul macrostructurii materialelor compozite cu particule de dimensiuni micrometrice obținute prin amestecare mecanică. În figura 3.35 se prezintă o secțiune verticală prin proba materialului compozit A6061/SiC.

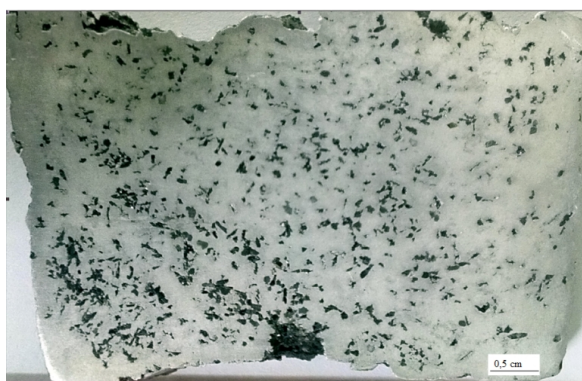


Figura 3.35. Macrostructura probei de material compozit A6061/SiC, pentru $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$

Macrostructura din figura 3.35 pune în evidență o imagine de ansamblu a distribuției neuniforme a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,8$ mm, în masa de aliaj de aluminiu, datorită formei elicei și vitezei periferice. Amestecarea mecanică continuă determină formarea unor zone cu un număr ridicat de particule, zone cu o concentrație mai redusă dar și zone cu o distribuție mai uniformă. De asemenea, se poate observa în partea inferioară prezența defectelor, în special, prezența porilor rezultați ca urmare a efectului de fund unde procesul de amestecare mecanică a fost minim.

3.8.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/SiC prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)

Analiza microstructurală s-a realizat pe probe de material compozit obținute prin metoda Stir Casting Vortex conform programului experimental, iar în figura 3.38 este prezentată imaginea probei analizate.

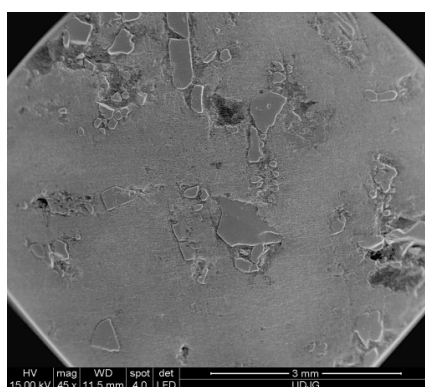


Figura 3.38. Imagine SEM a probei de material compozit A6061/SiC, pentru $d_{mp} = 0,8$ mm

Analizând microstructura probei din figura 3.38 se pot face următoarele observații: distribuția particulelor este neuniformă, se pun în evidență aglomerări de particule. Cu ajutorul scalei imprimată pe imagine s-au estimat dimensiunile particulelor, acestea variind de la valori $< 0,2$ mm și până la 0,8 mm. Pe lângă determinarea dimensiunilor, această metodă este esențială pentru observarea formelor particulelor care se pot modifica în timpul procesului de elaborare, în special datorită amestecării mecanice, când unele particule se pot fărâmița sau se pot aglomera, așa cum este pus în evidență și în imaginea din figura 3.38.

3.9. Concluzii parțiale privind obținerea materialelor compozite A6061/FeSi45, A6061/FeTi30, A6061/SiC

1. Metoda de obținere a materialelor compozite cu rol tehnologic, prin înglobarea unor particule granulare într-o matrice metalică prin metoda Stir Casting Vortex, este o metodă promițătoare de elaborare, cu costuri reduse, care nu necesită investiții importante. Această metodă poate reprezenta și o soluție alternativă față de alte metode costisitoare de ecologizare a spațiilor de producție și depozitare.

2. A fost proiectată și realizată instalația de obținere a materialelor compozite prin metoda Stir Casting Vortex care se bazează pe amestecarea mecanică a aliajului de aluminiu topit și introducerea porționată de particule granulare greu fuzibile în vortexul creat de un amestecător. Forma elicei amestecătorului și viteza de rotație favorizează semnificativ randamentul de înglobare prin crearea vârtejului (vortex) în zona centrală a creuzetului care este și locul unde se asigură efectul maxim al energiei mecanice.

3. S-au făcut cercetări experimentale prin testarea a două tipuri de palete respectiv paletă tip elice cu unghi de 10° și tip paletă dreaptă. Fiecare din cele două prezintă avantaje specifice.

4. Pentru o înglobare corespunzătoare s-au testat trei timpi de elaborare: 10 min pentru A6061/FeSi45, 30 min pentru A6061/FeTi30 și 15 min pentru A6061/SiC. Temperatura de obținere s-a stabilit la 700°C cu o supraîncălzire de aproximativ 40°C față de temperatura de topire a aliajului de aluminiu. În cazul vitezei de rotație, s-au testat trei viteze de rotație 150, 170 și 420 rpm, observându-se că viteza de rotație cea mai ridicată, de 420 rpm, creează condițiile cele mai potrivite pentru o înglobare bună.

5. În condițiile de temperatură, timp, viteză de rotație și formă a elicei cunoscute (fixe) s-au obținut randamente de înglobare pentru particule cu diametre medii: 0.8 mm, 0.4 mm și 0.04 mm între $30 \pm 40\%$ pentru A6061/FeSi45, între $20 \pm 39\%$ pentru A6061/FeTi30 și între $32 \pm 35\%$ pentru A6061/SiC. Aceste randamente de înglobare reduse sunt rezultate ale unui proces de obținere complex în care se suprapun următorii factori: variația temperaturii de obținere de la peretele creuzetului spre amestecător, mărirea suprafeței de contact prin crearea vârtejului și creșterea cantității de zgură, diferența de temperatură matrice/particule, datorită conductivității termice reduse, a formei și tipul marginilor, rugozitatea suprafeței particulelor; factorii geometrici, rugozitatea pereților și forma paletelor amestecătorului.

6. Determinarea compoziției chimice prin metoda XRF pune în evidență o variație semnificativă a compoziției chimice în funcție de aria efectuării analizei și de numărul mare de particule granulare prezente în condițiile unei arii de 10 mm.

7. Determinarea compoziției chimice prin metoda EDX a arătat că: cu cât cantitatea de particule granulare este mai mare cu atât se modifică compoziția chimică; aflându-se în zona valorilor intermediare ale matricei și a particulelor granulare.

8. Determinarea compoziției chimice prin metoda EDX pe arii reduse pe particule, la interfața particulă/matrice și în zona matricei metalice arată o variație a compoziției chimice datorită proceselor fizico-chimice care au loc la obținerea prin amestecare mecanică și a difuziei localizate în jurul particulelor.

9. La nivel macrostructural se observă dispersia particulelor pe suprafața materialului compozit, corelat cu tipul amestecătorului imersat în topitură, observându-se efectul centrifugal al acestuia. Astfel, se pun în evidență zone cu un număr ridicat de particule, zone cu o concentrație mai redusă dar și zone cu o distribuție mai uniformă.

10. Microstructurile probelor de materiale compozite, obținute prin metoda Stir Casting Vortex, prezintă aspecte care depind de distribuția particulelor, de starea acestora datorită condițiilor de obținere, sau de aglomerarea lor. Pe suprafața lor se găsește o concentrație ridicată de gaze adsorbite care pot diminua efectul pozitiv al dezoxidării complexe prin creșterea concentrației de hidrogen în oțelul elaborat. Pentru ca materialul compozit să fie util și eficient în procesul de dezoxidare, la interfața matrice metalică/particule granulare nu este de dorit să se formeze faze intermediare noi.

11. Procesul de obținere al materialelor compozite prin metoda Stir Casting Vortex trebuie să fie dirijat astfel încât să se asigure o amestecare rapidă pentru a se evita segregarea pronunțată pe înălțimea materialului compozit solidificat.

CAPITOLUL 4

DETERMINĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND OBȚINEREA ȘI CARACTERIZAREA COMPOZITELOR CU MATRICE DIN ALIAJ DE ALUMINIU (A6061) ȘI PARTICULE GRANULARE, PRIN AMESTECARE MECANICĂ CU VIBRAȚII

În acest capitol sunt prezentate rezultatele determinărilor experimentale privind obținerea și caracterizarea materialelor compozite cu matrice metalică cu ajutorul unei metode noi de amestecare mecanică și anume prin vibrații, precum și caracterizarea acestor materiale din punct de vedere al compoziției chimice, structurale și a proprietăților tehnologice.

Pentru aceasta, autorul a proiectat și realizat o instalație și tehnologia de obținere prin amestecare mecanică cu ajutorul vibrațiilor a topiturii de aliaj cu particule așezate în straturi.

Tehnologia de elaborare a fost utilizată pentru obținerea materialelor compozite cu matrice metalică din sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC și s-au înglobat particule cu $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$, $0,4 \text{ mm}$, $0,04 \text{ mm}$.

4.1. Motivarea și planul experimental

Cercetările experimentale au avut drept scop studiul înglobării unei cantități cât mai ridicate de materiale granulare greu fuzibile de FeSi45, FeTi30 și SiC în matrice de aliaj de aluminiu. Astfel, s-a stabilit un raport procentual matrice/particule de 23% cantitate înglobată prin metoda de obținere cu ajutorul vibrațiilor.

Au fost fixate condițiile experimentale, respectiv temperatura de lucru de 730°C și timpul de elaborare 10 minute, determinat prin teste preliminare. Duratele de timp mai mici nu influențează favorabil omogenitatea iar durate de timp mai mari conduc la apariția transportului de masă prin difuzie și apariția compușilor chimici, situație practică nedorită deoarece aceștia se pot distribui la limita particulelor, împiedicând astfel o bună înglobare a particulelor în matricea metalică.

Vibrațiile mecanice induc în sistemul compus din aliaj de aluminiu A6061 în stare lichidă și particule granulare așezate în straturi, o deplasare verticală controlată (prin amplitudinea și frecvența vibrațiilor), ceea ce creează condițiile pentru înglobarea lor.

Metoda folosită pentru amestecarea mecanică a avut la baza realizarea unui aranjament spațial de tip sandwich. Acest aranjament se compune din trei straturi suprapuse (figura 4.1). Stratul de sus și de jos sunt din aliaj de aluminiu iar cel de-al treilea strat de la mijloc este format din particule solide în stare granulară de material de FeSi45, FeTi30 sau de SiC.

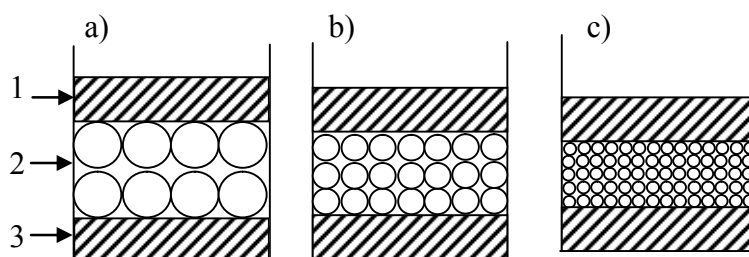


Figura 4.1. (a,b,c) Straturile așezate succesiv tip sandwich

1. Strat compact de A6061;
2. Strat de particule format de un singur tip de particule greu fuzibile, respectiv de FeSi45, FeTi30 și SiC;
3. Strat compact de A6061

Topitura metalică a fost supraîncălzită până la temperatura de 730°C , după care a urmat procesul de amestecare mecanică a aliajului topit cu particulele solide, prin vibrarea masei suport.

Infiltrarea aliajului de aluminiu topit printre particulele solide granulare este favorizată de procesul de vibrare a creuzetului cu amestecul heterogen. Amplitudinea și frecvența au fost stabilite în funcție de condițiile experimentale.

La început stratul de particule este compact iar aliajul de aluminiu se infiltrează prin spațiile intergranulare. Particule de la interfața solid-lichid sunt umectate, deci suprafețele lor

sunt spălate de oxizi. Straturile de particule granulare se lovesc pe înălțime unele de altele și se măresc spațiile intergranulare. Diametrul spațiilor intergranulare poate avea dimensiunea minimă, echivalentă cu valoarea amplitudinii de vibrație a masei instalației, sau poate avea o valoare mai mare. În aceste spații intergranulare aliajul de aluminiu lichid se poate infiltra conducând la omogenizarea amestecului format de aliajul de aluminiu lichid și particule.

4.2. Instalația experimentală pentru obținerea materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și particule granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC

Obținerea materialului compozit prin această metodă presupune topirea aliajului de aluminiu în prezența particulelor, urmată de o amestecare mecanică intensă a încărcăturii din creuzet prin vibrare.

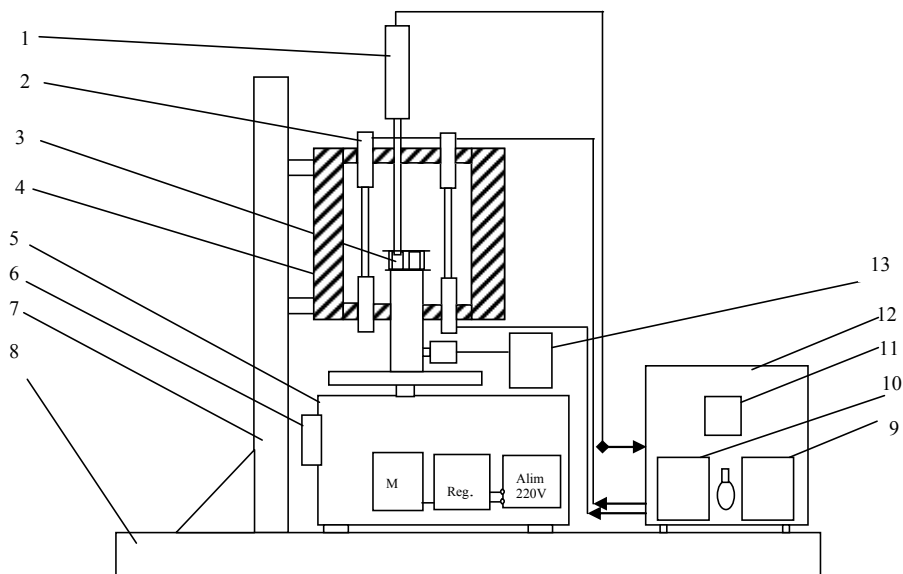


Figura 4.4. Schema simplificată a instalației de obținere a materialelor compozite cu particule greu fuzibile folosind vibrațiile

1 – termocuplu pentru măsurarea temperaturii; 2 – elemente de încălzire; 3 – creuzet din oțel; 4 – cuptor de încălzire; 5 – echipament de vibrație; 6 – sistem de reglare a amplitudinii și a frecvenței; 7 – coloană de susținere cuptor; 8 – placă; 9 – indicator amperaj; 10 – indicator tensiune; 11 – regulator de temperatură; 12 – sursă de încălzire (transformator); 13 – aparat de măsură a vibrației (amplitudine și frecvență) X – Viber [206]

Date tehnice privind funcționarea instalației:

- Încălzirea electrică se realizează cu elementele de încălzire reprezentate de bare de silită, cu următoarele caracteristici: $R = 4 \Omega$; Putere = 0 ...3,6 kW
- Sistem reglare temperatură compus din PID – 1RT96; senzor temperatură – K cromel alumel; domeniu de reglare: 0 ... 900 °C
- Echipament pentru generarea vibrațiilor:
 - Greutatea totală pe platan: 20 kg;
 - Frecvența vibrațiilor: 0 – 80 Hz;
 - Amplitudinea vibrațiilor: 0 – 5 mm;
- Sistem de măsurare a frecvenței și amplitudinii X-viber VMI 199-28.
Sensibilitate - 100 mV/g max. măsurată; domeniu $\pm 50g$; Frecvență domeniu ($\pm 3db$) - 0,5-15000 Hz;
- Șarjă: masa max. = 40 g

În figura 4.6 se prezintă schema bloc de funcționare a instalației de obținere a materialelor compozite.

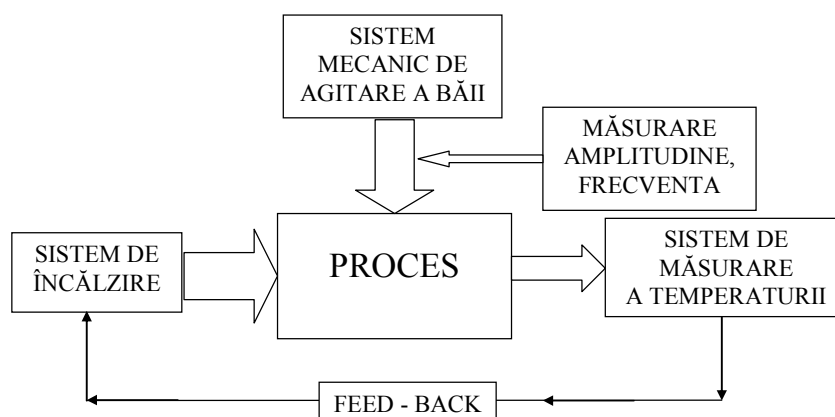


Figura 4.6. Schema bloc de funcționare a instalației experimentale bazată pe agitare mecanică prin vibrație în timpul solidificării [206]

4.3. Obținerea materialelor compozite din sistemul A6061/FeSi45

Aliajul de aluminiu A6061 în timpul încălzirii la 730°C a condus și la formarea unei cantități de zgură ca urmare a oxidării topiturii, dar zgura respectivă formată în partea superioară s-a solidificat odată cu materialul compozit rezultat în urma elaborării.

S-a determinat randamentul de înglobare η cu formula 3.1.

Calculul de șarjă a avut în vedere o cantitate de materiale pentru elaborare de 32,5 g din care 23% (procente de masă), respectiv 7,5 g au fost particule granulare.

Tabel 4.2. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,8 \text{ mm}$ în aliajul A6061, funcție de parametri de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m_{pp} (g)	FeSi45		Amplitudine ($m \times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)	Viteza V_E (mm/s)	Temperatura T (°C)	Timp t (min)
		Randament de înglobare η (%)						
A ₁	7,5	0		vibrații 0	vibrații 0	0	730	10
A ₂	4,62	38,4		0,02	70	7,07	730	10
A ₃	3,91	47,82		0,12	70	16,06	730	10
A ₄	0,18	97,52		0,45	62	59,28	730	10
A ₅	0,43	94,25		0,95	63	125,2	730	10
A ₆	0,28	96,25		1,1	72	159,57	730	10
A ₇	0,3	96		3,2	35	245	730	10

Cantitatea maximă de fază dispersă înglobată în matricea metalică de aliaj de aluminiu este de 97,52% pentru o amplitudine de 0,45 mm și o frecvență de 62 Hz, figura 4.11.

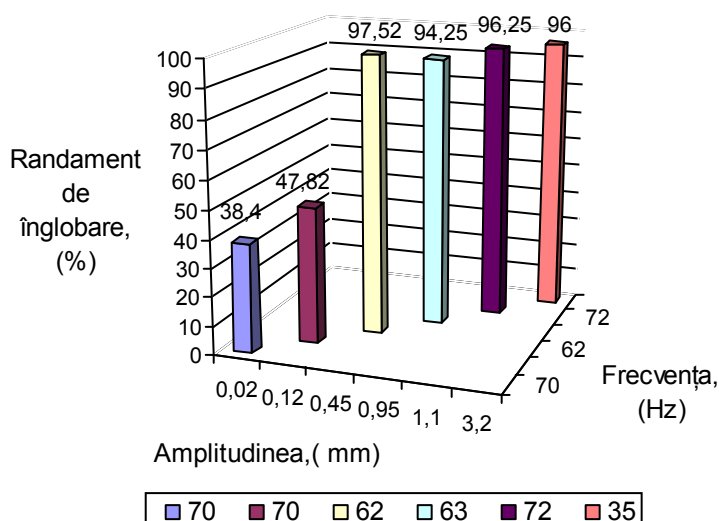


Figura 4.11. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeSi 45 cu $d_{mp} = 0,8$ mm, funcție de frecvență și amplitudine

Din tabelul 4.2 și figura 4.11, se observă un randament de înglobare ridicat, începând de la o amplitudine a vibrațiilor de 0,45 mm, ceea ce sugerează că spațiul inter-granular favorabil unei bune înfiltrări a aliajului se formează relativ repede determinând o bună omogenizare a aliajului cu particulele granulare.

Odată cu creșterea amplitudinii se observă menținerea valorilor ridicate ale randamentului de înglobare (94,25%, 96,25%, 96%) în matricea metalică, valori ce susțin și confirmă faptul că amplitudinea este un parametru fundamental la înglobarea unei cantități cât mai ridicate de particule greu fuzibile de FeSi45. Aceste fenomene se explică prin faptul că straturile de particule sunt mai puțin compacte și porozitatea aparentă este mai mare.

Se poate trage concluzia că, acesta este domeniu de amplitudini și frecvențe la care înglobarea particulelor are loc.

Pentru metoda de elaborare cu vibrații s-a stabilit domeniul amplitudinilor vibrațiilor și al frecvențelor pentru înglobarea corespunzătoare a particulelor de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,4$ mm.

Tabel 4.3. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,4$ mm în aliajul A6061, funcție de parametrii de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m_{pp} (g)	FeSi45			Viteza V_E (mm/s)	Temperatura T (°C)	Timp t (min)
		Randament de înglobare η (%)	Amplitudine ($m \times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)			
B ₁	0,2	97,32	0,45	62	59,28	730	10
B ₂	1,47	80,38	0,7	61	83,85	730	10
B ₃	0,25	96,59	0,95	63	125,2	730	10
B ₄	0,24	96,72	1,1	72	159,57	730	10
B ₅	0,15	97,95	3,2	35	245	730	30

Cantitatea maximă de particule înglobate în matricea metalică de aliaj de aluminiu ($\eta = 97,95\%$), este la amplitudinea de 3,2 mm și 35 Hz, iar reprezentarea grafică este dată în figura 4.12.

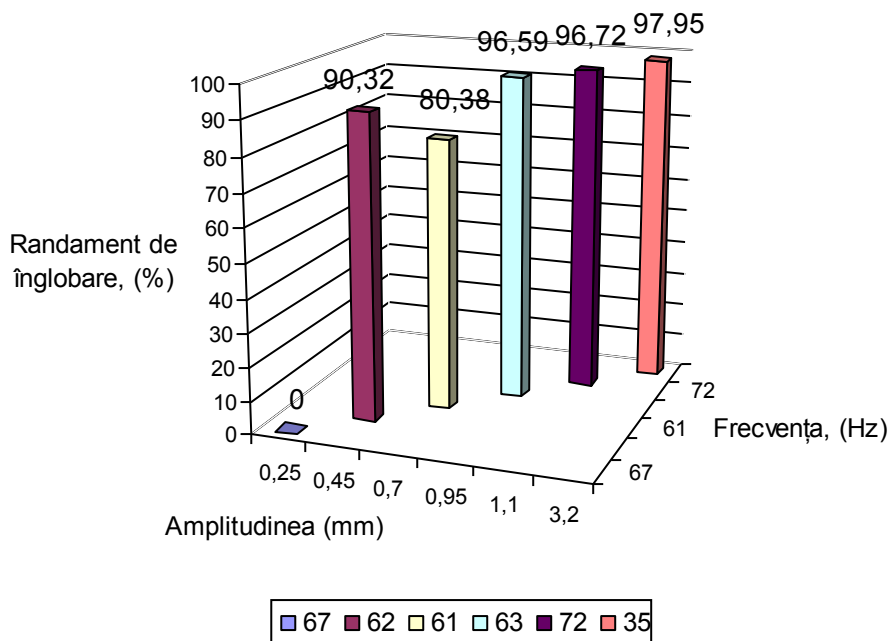


Figura 4.12. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,4$ mm, funcție de frecvență și amplitudine

Din tabelul 4.3 și figura 4.12 rezulta că domeniul de amplitudini și frecvențe pentru care randamentul de înglobare are valori mari este de 0,7 mm – 3,2 mm.

Aceasta poate arăta că spațiul inter-granular va asigura o infiltrare bună a aliajului topit de la o diferență mai mare a amplitudinii.

Saturarea topiturii lichide de aliaj de aluminiu cu particule solide prin formarea inițială a punților dintre particule și ulterior creșterea lor, fac ca amplitudinea să prezinte un rol important.

Randamentele de înglobare ridicate încep de la o amplitudine mai redusă în cazul particulelor cu diametrul mediu de 0,8 mm, respectiv de la valori ale amplitudinii de 0,7 mm și 70 Hz, ceea ce confirmă importanța spațiului inter-granular inițial redus, dar cu potențial ridicat în favorizarea infiltrării aliajului lichid.

Experimentul la care amplitudinea a fost și mai redusă – 0,45 mm iar frecvența 62 Hz arată că domeniul la care particulele cu d_{mp} de 0,4 mm pot fi înglobate în matricea metalică poate începe pentru amplitudini mai mici, totodată putându-se observa proporționalitatea dintre amplitudine și dimensiunea particulei.

Tabel 4.4. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,04$ mm în aliajul A6061, funcție de parametrii de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m_{pp} (g)	FeSi45		Amplitudine ($m \times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)	Viteza V_E (mm/s)	Temperatura T ($^{\circ}C$)	Timp t (min)
		Randament de înglobare η (%)						
C ₁	4,11	45,2		0,55	62,6	62,14	730	10
C ₂	4,23	43,52		0,9	62,5	119,63	730	10
C ₃	6,76	9,85		1,15	56	137,5	730	10
C ₄	5,67	24,28		2,1	46,9	221,2	730	10
C ₅	6,92	7,7		2,7	44,5	289,63	730	10
C ₆	1,50	79,9		3,2	35	245	730	10
C ₇	6,52	12,95		3,6	31,9	240,66	730	10

Din tabelul 4.4 și graficul din figura 4.13 se observă o înglobare mai redusă comparativ cu celelalte clase granulometrice de FeSi45, respectiv de până la un maxim de

80% randament de înglobare. Acest fenomen poate fi explicat prin înălțimea mare a stratului de particule care trebuie parcurs de aliajul lichid.

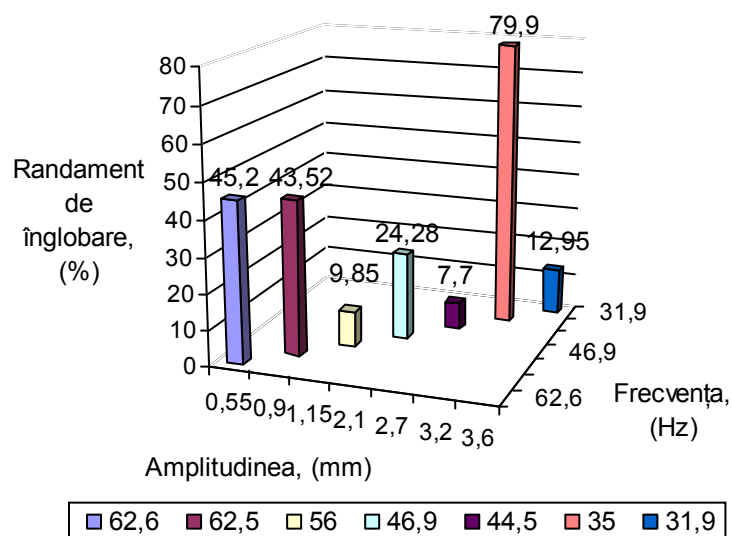


Figura 4.13. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeSi45 cu $d_{mp} = 0,04$ mm, funcție de frecvența și amplitudine

De asemenea, numărul ridicat de particule din șarjele de elaborare micșorează cantitatea de particule înglobată, urmare a faptului că $d_{mp} = 0,04$ mm este foarte mic, iar randamentul de înglobare scade foarte mult. Acest lucru evidențiază importanța diametrului particulelor care poate influența randamentul de înglobare. Cea mai mare valoare a randamentului fiind de 79,9%, la amplitudini maxime și frecvențe maxime a vibrațiilor aplicate. Totodată randamentele de înglobare de 45,2%, pentru o amplitudine relativ redusă de 0,55 mm și 62,6 Hz, relevă posibilitatea ca și aceste particule să poată fi înglobate și utilizate în materialele compozite cu rol tehnologic.

4.4. Caracterizarea materialelor compozite din sistemul A6061/FeSi45

Pentru caracterizarea materialului compozit cu particule de FeSi45 obținut prin amestecarea mecanică cu vibrații s-au folosit următoarele metode de investigare:

- Analiza chimică EDX, care pune în evidență modificarea compoziției chimice la interfața matricea metalică - particule granulare.
- Distribuția elementelor chimice, utilizând metoda spectrometriei cu raze X (EDX);
- Metoda metalografică, care evidențiază în câmpul probei aspecte cum ar fi: dispersia particulelor, porii care se formează, mărimea și forma particulelor, cantitatea particulelor înglobate.
- Analiza microscopică electronică (SEM), pentru a evidenția microstructura compozitelor studiate

4.4.1. Determinarea compoziției chimice pe suprafața probelor de material compozit A6061/FeSi45, prin metoda EDX

Pentru proba de material compozit prezentată în figura 4.14 s-a făcut analiza compoziției chimice cu microscopul electronic cu baleiaj (SEM), metoda EDX. Rezultatele analizelor sunt prezentate în figurile 4.14, 4.15 și 4.16.

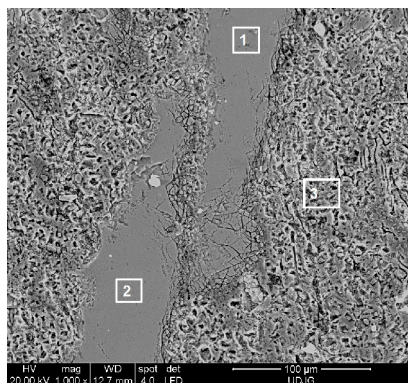


Figura 4.14. Imagine SEM pentru materialul compozit A6061/FeSi45

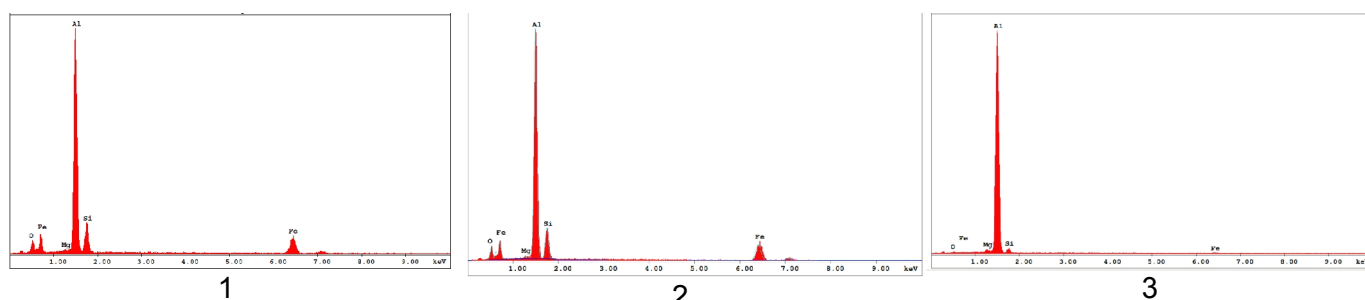


Figura 4.15. Spectrele 1, 2, 3, privind compoziția chimică elementală pentru materialul compozit A6061/FeSi45

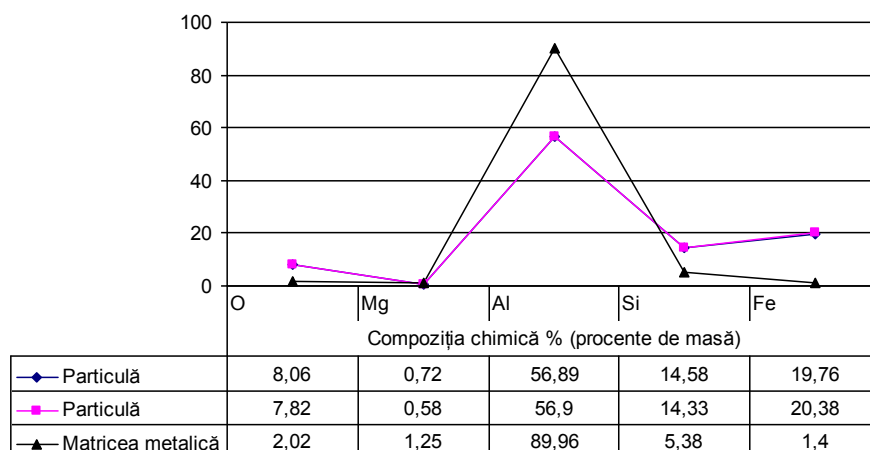


Figura 4.16. Compoziția chimică determinată prin analiza EDX a compozitului A6061/FeSi45

Datele prezentate în figurile 4.14 – 4.16 pun în evidență următoarele aspecte: compoziția chimică determinată pe particulă arată că concentrația aluminiului este de 56,89 % (procente de masă), la temperatura de 730°C pentru un timp de amestecare de 10 minute. Concentrația aluminiului în matricea metalică a fost de 89,96 % (procente de masă).

Oxigenul în concentrație de 8 % (procente de masă) pe particulă arată o suprafață oxidată care poate înrăutății randamentul de înglobare.

Fierul în concentrație de 1,4 % (procente de masă) pune în evidență doar amestecarea mecanică specifică procesului de obținere prin vibrații cu o difuzie redusă și localizată la interfața particulă/matrice.

4.4.2. Distribuția elementelor chimice utilizând metoda spectrometriei cu raze X (EDX)

Elementele chimice distribuite pe suprafața probei metalografice au fost puse în evidență cu ajutorul microsondei electronice atașate la microscopul electronic utilizând un program pentru trasarea unor hărți folosind diferite culori pentru elementele chimice.

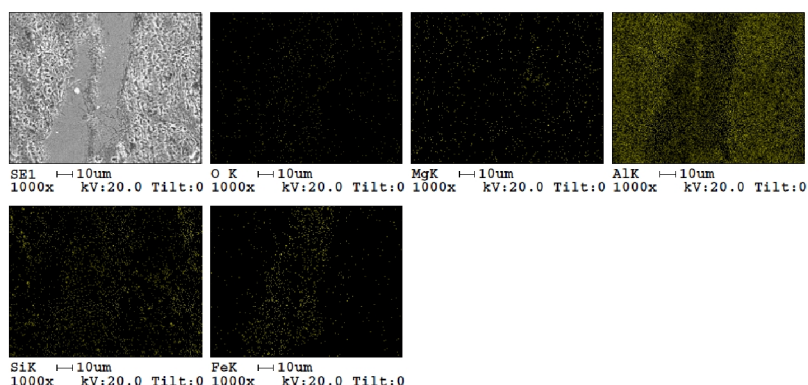


Figura 4.17. Distribuția elementelor chimice pentru materialul compozit A6061/FeSi45

Materialul compozit prezintă zone unde aluminiul are concentrația ridicată și zone unde elementele Fe și Si corespunzătoare FeSi45 sunt preponderente, așa cum se vede în figura 4.17.

Se constată că siliciul, este prezent atât în zona particulei cât și în zona matricei metalice, observându-se o distribuție neomogenă și într-o concentrație mai ridicată pe particulă.

Fierul se regăsește în zona particulei și foarte puțin în zona matricei arătând că procesul de obținere nu a fost însoțit de formarea în cantitate mare a noii faze ce conține fier, compusul $FeAl_3$, doar a avut loc o difuzie localizată la interfața.

Oxigenul este prezent atât pe particulă cât și în zona matricei, observându-se că în zona particulei este o concentrație mai ridicată, posibil datorită oxidării acesteia.

4.4.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit de A6061/FeSi45 obținut prin metoda cu vibrații

Analiza macrostructurală este o metodă uzuală pentru studiul suprafețelor materialelor compozite obținute din faza lichidă prin turnare, cu particule de dimensiuni micrometrice. Această analiză se impune deoarece aspecte importante privind distribuția și apariția defectelor de turnare (porozitatea), pot fi evidențiate.

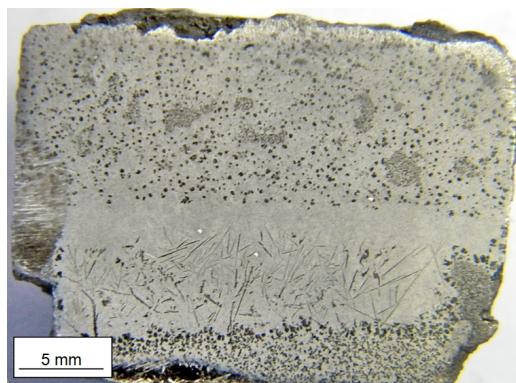


Figura 4.21. Macrostructură probei B_1 de compozit din sistemul A6061/FeSi45 obținut prin metoda cu vibrații, $t = 10 \text{ min}$, și $d_{mp} = 0,4 \text{ mm}$

În figura 4.21 se prezintă o secțiune verticală prin proba B₁ de material compozit A6061/FeSi45 elaborată prin metoda vibrațiilor. În această macrostructură se observă următoarele aspecte: neuniformitatea probei pe înălțime iar pe orizontală se observă o uniformitate locală. Pe înălțime, la partea inferioară, se observă un strat de particule separat de metalul lichid care s-a așezat la baza creuzetului, cu înălțimea de 7 mm.

4.4.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie optică

Pentru analiza microstructurală s-au prelevat eșantioane din materialul compozit A6061/FeSi45 și s-au pregătit prin șlefuire și lustruire în laboratorul de pregătire a probelor metalografice din cadrul Facultății de Inginerie. Analiza microstructurală a suprafețelor a pus în evidență detalii precum: dispersia, forma și mărimea particulelor granulare înglobate, prezența defectelor – porii de pe suprafețele analizate, inițierea procesului de difuzie la interfață.

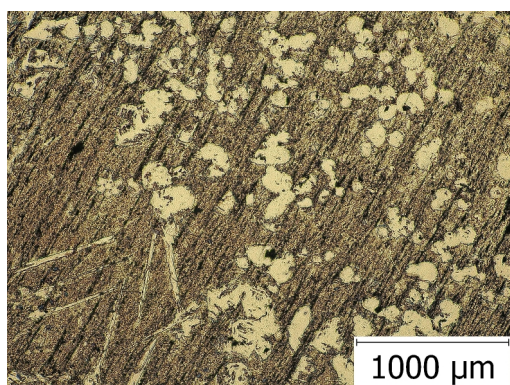


Figura 4.24. Microstructura compozitului A6061/FeSi45 obținut prin metoda cu vibrații, $t = 10 \text{ min}$ și $d_{mp} = 0,04 \text{ mm}$ (atac 10%HF)

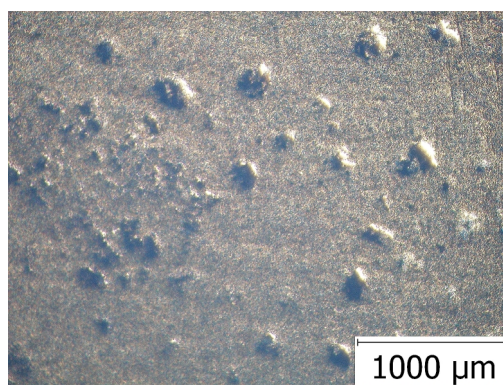


Figura 4.25. Micrografia compozitului A6061/FeSi45 obținut prin metoda cu vibrații, $t = 10 \text{ min}$ și $d_{mp} = 0,04 \text{ mm}$ (fără atac)

Microstructurile din figurile 4.25 și 4.26 pun în evidență particulele fine înglobate în matricea metalică a materialelor compozite obținute prin metoda cu vibrații prezintă următoarele aspecte: distribuție omogenă în masa aliajului, prezența particulelor cu forme poligonale; neomogenitatea dimensiunii granulelor, lipsa clusterilor locali, înglobare bună și un număr redus de pori ca urmare a unei omogenizări rapide și a asigurării condițiilor de evacuare a unei cantități însemnate a gazelor aflate între spațiile intergranulare.

4.4.5. Analiza microstructurală a probelor de material compozit A6061/FeSi45 prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)

Analiza microstructurală a probelor de compozit cu particule de FeSi45 înglobate în matricea de aliaj de aluminiu obținut prin metoda amestecării mecanice cu vibrații s-a realizat cu microscopul electronic SEM Fei Quanta 200. Analizele au urmărit evidențierea unor detalii ale suprafeței care nu se pot observa cu ajutorul microscopiei optice. Suprafața a fost pregătită prin șlefuire și lustruire.

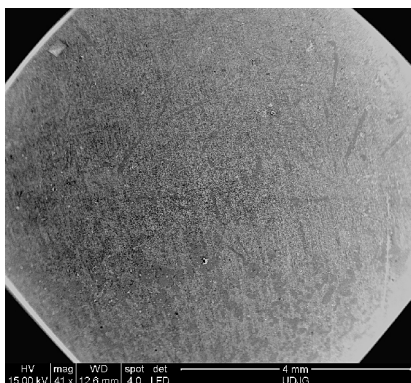


Figura 4.30. Imagine SEM a probei C_4 , material compozit A6061/FeSi45 obținut prin metoda cu vibrații, timp 10 min și $d_{mp} = 0,4$ mm (fără atac)

În microstructura din figura 4.30 se observă o densitate mare de particule FeSi45 în matricea metalică de aliaj de aluminiu. De asemenea, formele particulelor variază de la poligonale la rotunjite. Variația dimensiunii particulelor depinde de fracția granulometrică utilizată. Pe suprafața probei prezența porilor este redusă. Transferul de masă prin difuzie este redus datorită timpului mic de elaborare al materialului compozit și ca urmare a temperaturii de lucru de 730°C. La interfață matrice metalică și particulă s-a pus în evidență prin analiza EDX conținuturi de aluminiu care justifică procesul de difuzie al aluminiului din aliaj la interfața particulelor și a atomilor de Fe în topitura aliajului ducând la formarea compusului $FeAl_3$.

4.5. Obținerea materialelor compozite din sistemul A6061/FeTi30

Obținerea și caracterizarea materialului compozit A6061/FeTi30 este asemănătoare cu a materialului compozit A6061/FeSi45 elaborat prin aceeași metodă.

Tabel 4.5. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeTi30 cu $d_{mp} = 0,8$ mm în aliajul A6061, funcție de parametri de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m (g)	FeTi30		Amplitudine ($m \times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)	Viteza V_E (mm/s)	Temperatura ($^{\circ}C$)	Timp (min)
		Randament de înglobare η (%)						
D ₁	7,5	0		Fără vibrații	Fără vibrații	0	730	10
D ₂	0	100		0,45	62	59,28	730	10
D ₃	0	100		0,95	63	125,2	730	10
D ₄	0,3	96		1,1	72	159	730	10
D ₅	0,33	95,6		2,1	46,9	221	730	10
D ₆	0,3	95,99		3,2	35	245	730	10

Pe baza datelor din tabelul 4.5 s-a trasat graficul din figura 4.35.

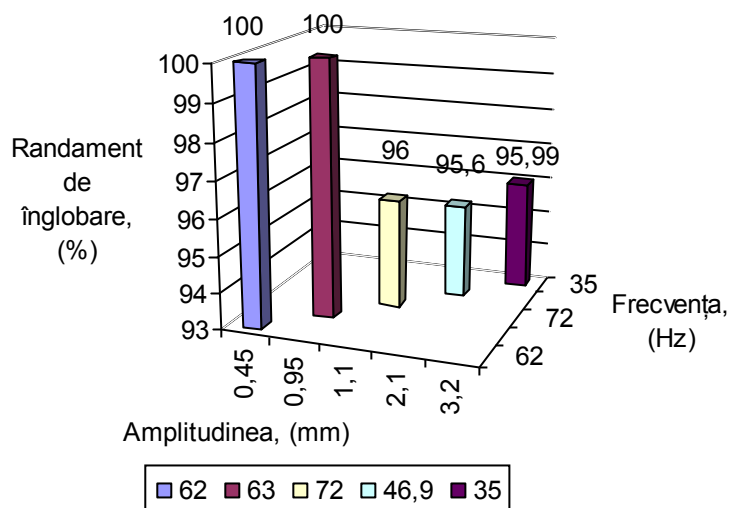


Figura 4.35. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeTi30 cu $d_{mp} = 0,8$ mm, funcție de amplitudinea și frecvența vibrației

Analizând datele din tabelul 4.5 și graficul din figura 4.35 se observă că există un domeniu de amplitudini între 0,45 mm și 3,2 mm în care înglobarea este apropiată de 100% datorită îndeplinirii condițiilor de amplitudine și frecvență a vibrațiilor.

Înglobarea maximă începe de la amplitudini mici 0,45 mm și frecvența de 62 Hz iar raportul amplitudine/diametru particulă este de aproximativ 0,5. Analizând spectrul de amplitudini (0,45 ÷ 3,2 mm) și frecvențe (35 ÷ 62 Hz) al vibrației în corelație cu diametrul mediu al particulelor $d_{mp} = 0,8$ mm se observă randamente de înglobare ridicate.

Tabel 4.6. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeTi30 cu $d_{mp} = 0,4$ mm în aliajul A6061, funcție de parametri de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m (g)	FeTi30		Amplitudine ($m \times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)	Viteza V_E (mm/s)	Temperatura ($^{\circ}C$)	Timp (min)
		Randament de înglobare η (%)						
E ₁	2,38	68,24		0,25	67	41,7	730	10
E ₂	3,82	48,94		0,45	62	59,28	730	10
E ₃	9,47	53,65		0,5	70	76,61	730	10
E ₄	0	100		0,7	61	83,85	730	10
E ₅	0	100		0,95	63	125,2	730	10
E ₆	0,1	98,61		3,2	35	245	730	10

În tabelul 4.6 și figura 4.36 sunt prezentate randamentele de înglobare obținute pentru materialul compozit A6061/FeTi30 cu $d_{mp} = 0,4$ mm.

Analizând graficul din figura 4.36 se observă o diversitate de amplitudini și frecvențe la care înglobarea se produce. Domeniul cu un η mare de înglobare a particulelor de FeTi30 se observă la mărimile amplitudinilor vibrațiilor din domeniul 0,7 ÷ 3,2 mm.

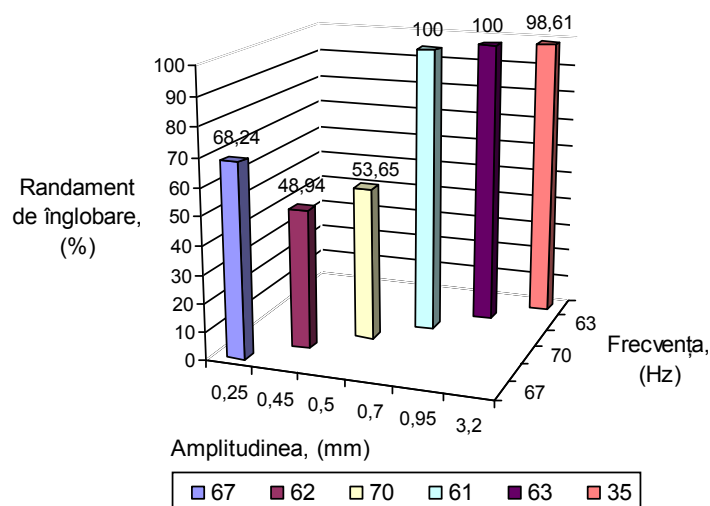


Figura 4.36. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeTi30 cu $d_{mp} = 0,4$ mm, funcție de amplitudinea și frecvența vibrației

Tot din graficul din figura 4.36 se observă o diversitate de amplitudini și frecvențe la care înglobarea se produce. Din experimentele efectuate, domeniul cu randamente de înglobare ridicate începe de la amplitudinea $0,7 \div 3,2$ mm și frecvențe $63 \div 70$ Hz.

Procesul de înglobare al particulelor de FeTi30 începe de la o amplitudine redusă, respectiv $0,25$ mm și frecvența 67 Hz, rezultând că influența diametrului redus al spațiilor intergranulare este semnificativă ducând la un randament de înglobare a particulelor satisfăcător de $68,24\%$ când $d_{mp} = 0,4$ mm.

Tabel 4.7. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeTi30 cu $d_{mp} = 0,04$ mm în aliajul A6061, funcție de parametrii de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m (g)	FeTi30		Amplitudine ($m \times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)	Viteza V_E (mm/s)	Temperatura ($^{\circ}C$)	Timp (min)
		Randament de înglobare η (%)						
F ₁	3,39	54,75		0,55	62,6	62,14	730	10
F ₂	7,09	5,42		0,9	62,5	119,63	730	10
F ₃	7,36	1,74		1,15	56	137,5	730	10
F ₄	7,24	3,4		2,1	46,9	221,2	730	10
F ₅	7,17	4,31		2,7	44,5	289,63	730	10
F ₆	2,09	72,03		3,2	35	245	730	10

Pe baza datelor din tabelul 4.7 s-a trasat graficul din figura 4.37 și sunt prezentate randamentele de înglobare obținute pentru materialul compozit A6061/FeTi30 cu $d_{mp} = 0,04$ mm. Din analiza graficului prezentat în figura 4.37, se observă că s-au realizat randamente reduse de înglobare în domeniul de amplitudine $0,9 \div 2,7$ mm. Aceasta se poate datora grosimii stratului, numărului mare de particule, spațiilor intergranulare foarte mici, densități aparente mici ale particulelor comparativ cu cea a particulelor cu diametre mai mari, diversității formei particulelor, unghiului de umectare mare, stratului de oxid de aluminiu format la suprafața lichidului și a particulelor.

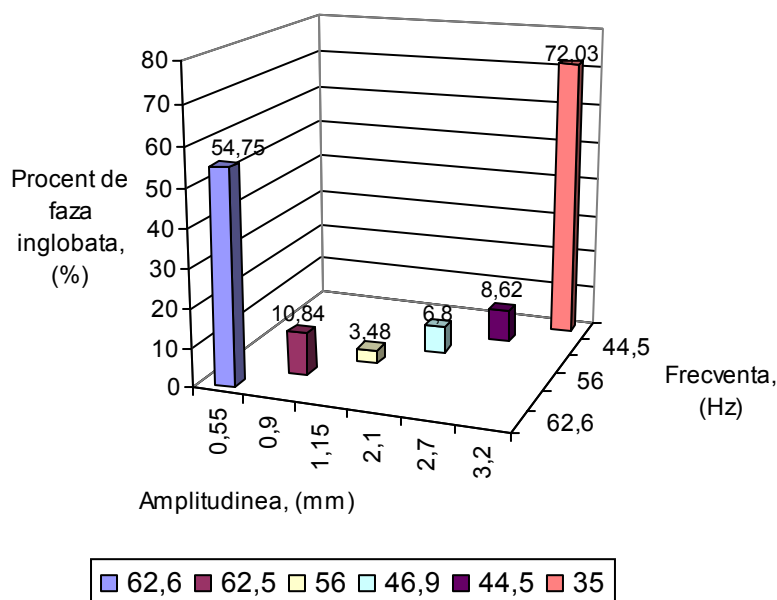


Figura 4.37. Variația randamentului de înglobare a particulelor de FeTi 30 cu $d_{mp} = 0,04$ mm, funcție de amplitudinea și frecvența vibrației

Deoarece diametrele medii ale particulelor sunt de 0,04 mm, relativ reduse, stratul gros de particule poate fi aproximat cu un material compact poros. Astfel, divizarea stratului presupune crearea unor condiții diferite pentru ca acestea să poată fi înglobate într-o cantitate mai mare, respectiv amplitudine și frecvență mult mai mari decât în cazurile precedente analizate. Peste 3,2 mm se observă creșterea înglobării ca urmare a amplitudinii mari.

4.6. Caracterizarea materialelor compozite din sistemul A6061/FeTi30

Pentru caracterizarea materialului compozit s-au folosit următoarele metode de investigare:

- Analiza chimică cu ajutorul microsondei electronice, metoda EDX, care pune în evidență modificarea compoziției chimice pe interfață între matricea metalică și particulele solide în stare granulară.
- Distribuția elementelor chimice utilizând metoda spectrometriei cu raze X;
- Metoda metalografică, care evidențiază în câmpul probei aspecte cum ar fi: dispersia particulelor, porii care se formează, distribuția, cantitatea de particule înglobate. S-a făcut șlif metalografic pentru a evidenția apariția de noi faze, datorită difuziei aluminiului din topitură la interfața particulei aliaj de aluminiu și a elementelor Fe și Ti din particule în topitura aliajului, când la temperatura de 730°C se poate forma compușii $FeAl_3$ și $TiAl_3$ la marginea particulelor de FeTi30, influența procesului de răcire asupra materialului compozit, apariția structurilor specifice la răcirea rapidă sau lentă;
- Analiza microscopică electronică (SEM), pentru a evidenția morfologia materialului compozit;

4.6.1. Analiza chimică pe suprafața probelor de material compozit A6061/FeTi30 prin metoda EDX

În cadrul procesului de obținere a materialelor compozite în stare lichidă, între matricea metalică și particulele în stare granulară pot avea loc reacții chimice localizate la marginea particulei, urmare a difuziei atomilor de Al din baia metalică la suprafața particulei și prin difuzia Fe și Ti din particula de FeTi30. La temperatura de 730°C și în mod deosebit la temperaturi mai mari pot apărea compușii $FeAl_3$ și $TiAl_3$ care se distribuie în jurul particulelor și care, ca urmare a vibrațiilor ajung în matricea metalică.

Başliu Vasile – Determinări experimentale privind obținerea și caracterizarea compozitelor cu matrice din aliaj de aluminiu (A6061) și particule granulare, prin amestecare mecanică cu vibrații

Datele privind analiza chimică și structurală sunt redată în figurile 4.38 ÷ 4.40 care pun în evidență, prin metoda spectrometriei cu raze X (EDX), aceste modificări chimice.

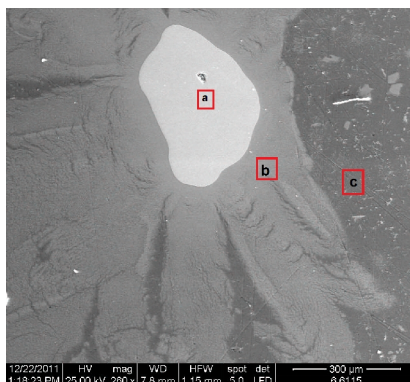


Figura 4.38. Imagine SEM pentru materialul compozit A6061/FeTi30

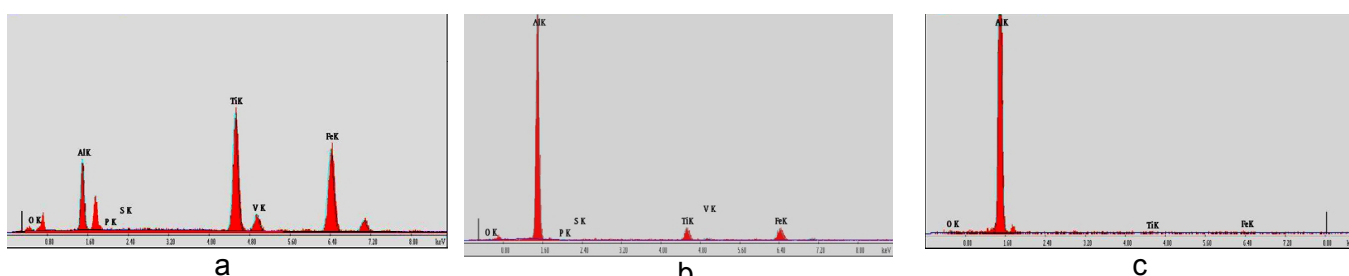


Figura 4.39. Spectrele a,b și c privind compozițiile chimice elementale în trei puncte de pe suprafața probei de material compozit A6061/FeTi30

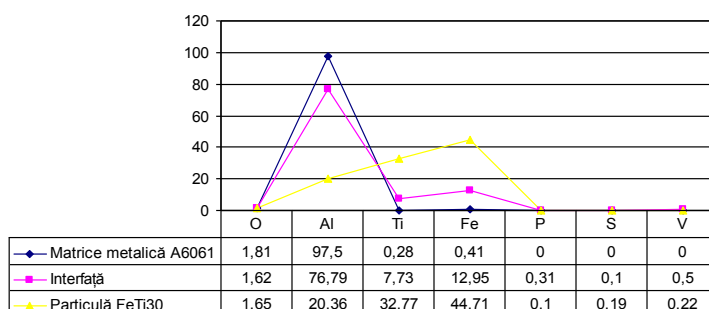


Figura 4.40. Compoziția chimică determinată prin analiza EDX a compozitului A6061/FeTi30

Datele prezentate în figurile 4.38 ÷ 4.40 scot în evidență următoarele: compoziția chimică determinată pe particulă pentru Al este de 20,36 % (procente de masă), în condițiile de obținere prin metoda de amestecare mecanică cu vibrații, la temperatura de 730°C și timp de amestecare 10 min.

La interfață conținutul de aluminiu este de 76,79 % (procent de masă), o valoare între cea corespunzătoare conținutului de aluminiu din matricea metalică și anume de 97,5 % (procente de masă) și cea determinată pe particulă, 20,36 % (procente de masă). Aceste valori ale conținutului de aluminiu, determinat în cele 3 puncte, sunt datorate transferului de masă a aluminiului din matricea de bază către celelalte 2 zone și a difuziei Fe și Ti în aliajul topit când se formează compușii intermetalici în urma interacțiunii topiturii de aliaj cu particulele granulare, a prezenței oxidului de aluminiu și a umectării parțiale a particulei de către aliajul lichid cu baza aluminiu care determină și o dizolvare superficială.

4.6.2. Distribuția elementelor chimice utilizând metoda spectrometriei cu raze X (EDX)

Distribuția elementelor chimice s-a determinat prin spectrometrie cu raze X și este evidențiată în hărțile prezentate în figura 4.41, unde prin diferite culori se evidențiază prezența și cantitatea elementelor chimice.

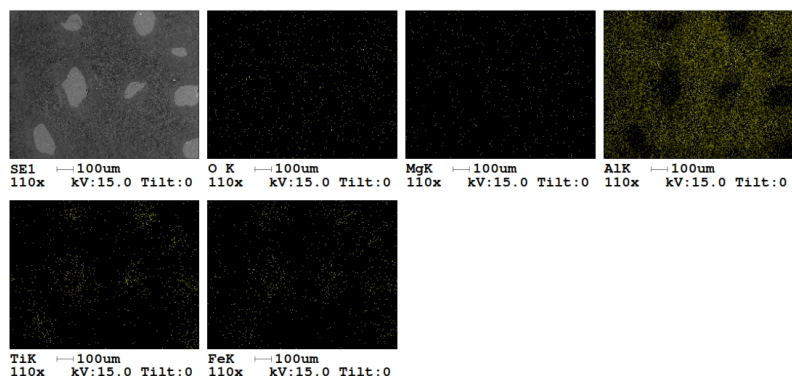


Figura 4.41. Distribuția elementelor chimice pentru materialul compozit A6061/FeTi30

Aluminiul din matricea metalică se găsește în concentrație ridicată iar în zona particulelor este prezent dar în concentrație redusă conform figurii 4.41.

Titanul este prezent doar în zona aferentă particulelor, arătându-se astfel că procesul de elaborare a compozitului a avut loc într-un timp redus și difuzia a fost limitată.

Fierul, de asemenea, se găsește doar în zonele unde sunt prezente particulele și foarte redus în matricea metalică, rezultat al unui timp redus al procesului de obținere.

Oxigenul se găsește într-o concentrație redusă atât pe particulă cât și în matricea metalică, aspect pozitiv deoarece procesul de oxidare înrăutățește randamentul de înglobare.

4.6.3. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/FeTi30

Analiza macrostructurală este o metodă uzuală pentru studiul suprafețelor materialelor compozite, cu particule de dimensiuni micrometrice.

Aceasta analiză se impune deoarece aspecte importante privind distribuția particulelor în matrice și prezența defectelor pot fi evidențiate.

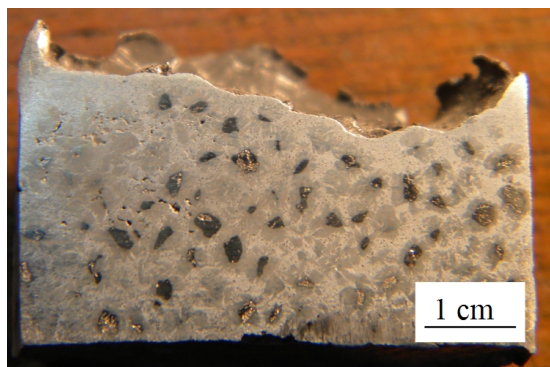


Figura 4.42. Macrostructura probei D₂, compozit A6061/FeTi30 obținut prin metoda cu vibrații, timp = 10 min și $d_{mp} = 0,8$ mm

În figura 4.42., în zona din dreapta se observă că a avut loc o răcire mai rapidă ca urmare a existenței (înglobării) într-o cantitate mai mare a particulelor de FeTi30 în matricea metalică.

Dispersia uniformă de particule atât pe orizontală cât și pe verticală poate fi observată, în special, în această zonă din dreapta probei analizate.

4.6.5. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/FeTi30 prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)

Analiza microstructurală s-a efectuat pe probe de material compozit obținut prin metoda cu vibrații. În figurile 4.50. – 4.53. sunt prezentate imagini SEM ale materialului compozit cu particule în stare granulară cu $d_{mp} = 0,8$ mm, 0,4 mm și 0,04 mm.

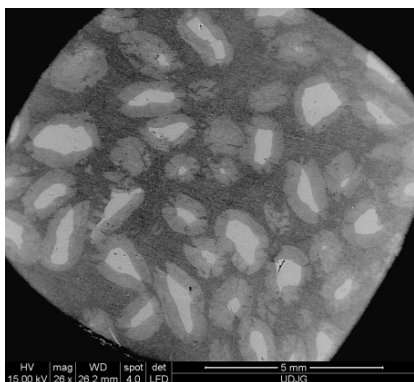


Figura 4.50. Imagine SEM a compozitului A6061/FeTi30 cu particule având $d_{mp} = 0,8$ mm

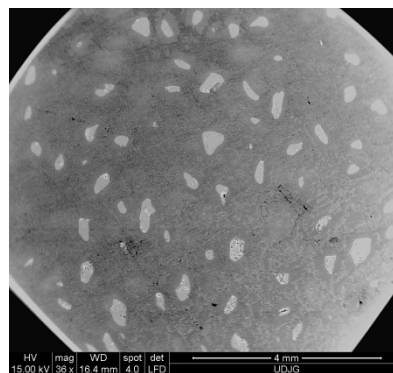


Figura 4.51. Imagine SEM a compozitului A6061/FeTi30 cu particule având $d_{mp} = 0,4$ mm

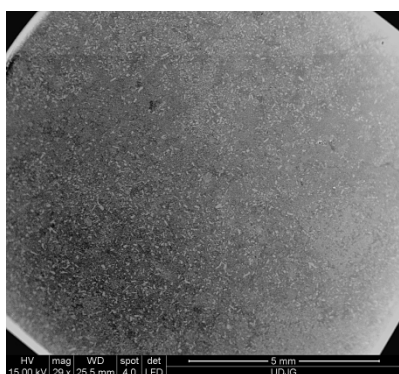


Figura 4.52. Imagine SEM a compozitului A6061/FeTi30 cu particule având $d_{mp} = 0,04$ mm

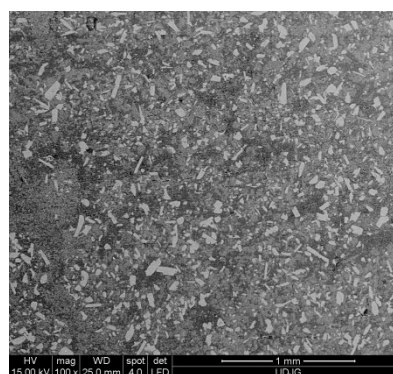


Figura 4.53. Imagine SEM a compozitului A6061/FeTi30 cu particule având $d_{mp} = 0,04$ mm

Analizând microstructural probele din figurile 4.50 ÷ 4.53 se constată că distribuția particulelor în matricea metalică este mai uniformă decât la particulele mai mari, și se observă lipsa aglomeratelor datorită efectului pozitiv al amplitudinii și frecvenței vibrațiilor cu care s-a lucrat, deci s-au creat condițiile optime pentru ca mare parte dintre particule să se deplaseze pe verticală în matricea metalică. Un rol important în acest sens îl are timpul de vibrare și alegerea momentului pentru răcirea topiturii.

4.7. Obținerea materialelor compozite din sistemul A6061/SiC

Analiza modului de obținere a materialului compozit A6061/SiC și caracterizarea lui este asemănătoare cu cea a compozitelor A6061/FeSi45 și A6061/FeTi30. Astfel, se respectă metodologia de lucru prezentată anterior, și anume formarea structurii de tip sandwich și modul de lucru aferent.

Tabel 4.8. Variația randamentului de înglobare a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,8$ mm în aliajul A6061, funcție de parametrii de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m (g)	SiC	Amplitudine (m x10 ⁻³)	Frecvența (Hz)	Viteza V _E (mm/s)	Temperatura (°C)	Timp (min)
		Randament de înglobare η (%)					
G ₁	7,5	0	Fără vibrații	Fără vibrații	0	730	10
G ₂	3,54	52,74	0,45	62	59,28	730	10
G ₃	0,02	99,64	0,95	63	125,2	730	10
G ₄	0,1	97,08	3,2	35	245	730	10

Analizând datele din tabelul 4.8 și graficul din figura 4.54 se observă că domeniul valorilor amplitudinii vibrațiilor care este favorabil înglobării în topitura metalică a particulelor de SiC, este între 0,95 mm și 3,2 mm. Din graficul prezentat în figura 4.54 se poate observa că randamentul de înglobare este peste 50% la o amplitudine mică de 0,45 mm și frecvența 62 Hz.

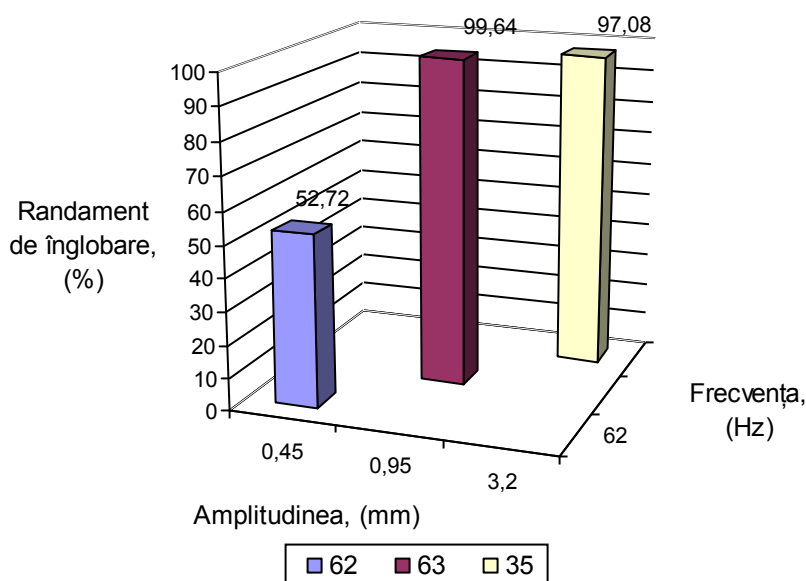


Figura 4.54. Variația randamentului de înglobare a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,8$ mm, funcție de amplitudinea și frecvența vibrației

Raportul amplitudinea vibrației/diametrul particulelor este de 0,5 și aceasta arată că spațiile intergranulare nou create și reducerea unghiului de umectare favorizează obținerea materialelor compozite.

Tabel 4.9. Variația randamentului de înglobare a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,4$ mm în aliajul A6061, funcție de parametrii de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m (g)	SiC	Amplitudine (m x10 ⁻³)	Frecvența (Hz)	Viteza V _E (mm/s)	Temperatura (°C)	Timp (min)
		Randament de înglobare η (%)					
H ₁	5,76	23,15	0,25	67	41,7	730	10
H ₂	0,11	98,49	0,45	62	59,28	730	10
H ₃	1,69	77,46	0,5	70	76,61	730	10
H ₄	0,06	99,12	0,7	61	83,85	730	10
H ₅	0,10	98,63	0,95	63	125,2	730	10
H ₆	4,35	41,9	3,2	35	245	730	10

Analizând tabelul 4.9 și graficul din figura 4.55 se poate observa că în domeniul amplitudinii 0,45 – 3,2 mm rezultatele sunt diverse: la 0,45 mm amplitudine, randamentul de înglobare este de 98,49 % iar la 3,2 mm amplitudine randamentul de înglobare este de 41,9 %.

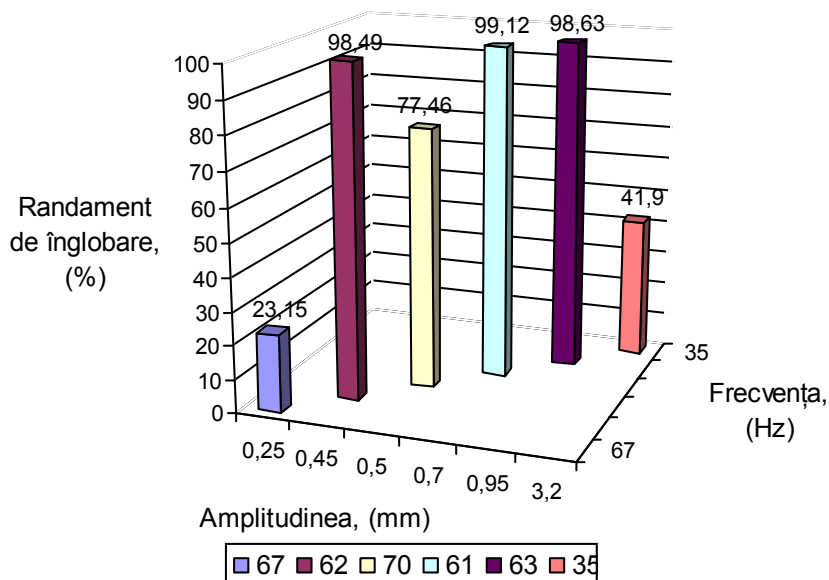


Figura 4.55. Variația randamentului de înglobare a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,4 \text{ mm}$, funcție de amplitudinea și frecvența vibrației

Din cercetările efectuate se observă că domeniul amplitudinilor și frecvențelor testate poate prezenta un domeniu extins. Acest fenomen este posibil datorită faptului că particulele granulare au forme diferite cum ar fi: aciculare, poligonale, sferice etc. iar comportamentul lor ține de condițiile locale, de poziționare a lor.

Tabel 4.10. Variația randamentului de înglobare a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,04 \text{ mm}$ în aliajul A6061, funcție de parametrii de lucru corespunzători metodei de amestecare prin vibrație

Denumire probă	Masă particule pierdute m (g)	SiC		Amplitudine (m $\times 10^{-3}$)	Frecvența (Hz)	Viteza V_E (mm/s)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Timp (min)
		Randament de înglobare η (%)						
I_1	7,41	1,14		0,55	62,6	62,14	730	10
I_2	7,40	1,32		0,9	62,5	119,63	730	10
I_3	7,36	1,75		1,15	56	137,5	730	10
I_4	7,29	2,77		2,1	46,9	221,2	730	10
I_5	7,5	0		2,7	44,5	289,63	730	10
I_6	5,76	23,18		3,2	35	245	730	10
I_7	7,5	0		3,35	47	339,82	730	10

Din tabelul 4.10 și graficul din figura 4.56 se poate observa că domeniul ales în cadrul experimentelor nu a reușit să pună în evidență o înglobare bună, ceea ce demonstrează că particulele fine de SiC, fără un tratament de acoperire suplimentar nu sunt înglobate.

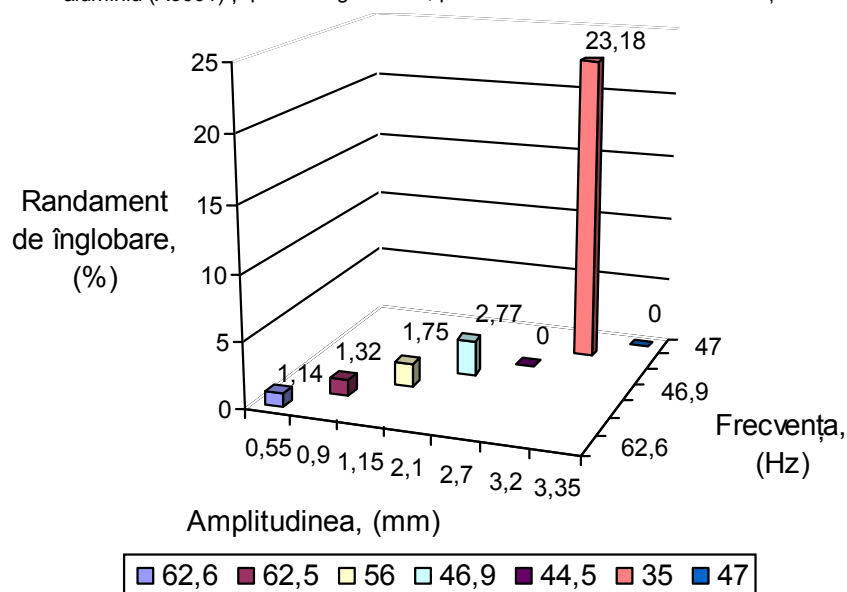


Figura 4.56. Variația randamentului de înglobare a particulelor de SiC cu $d_{mp} = 0,04$ mm, funcție de amplitudinea și frecvența vibrației

Pentru creșterea procentului de particule înglobate este necesară proiectarea unei tehnologii suplimentare de acoperire. O soluție viitoare poate fi dată de extinderea domeniului de amplitudini și frecvențe.

4.8. Caracterizarea materialelor compozite din sistemul A6061/SiC

Pentru a caracteriza materialul compozit s-au folosit următoarele metode de investigare:

- Analiza chimică EDX, care pune în evidență modificarea compoziției chimice la interfața matricea metalică - particulele solide în stare granulară;
- Metoda metalografică, care evidențiază în câmpul probei aspecte cum ar fi: dispersia particulelor, porii care se formează, randament de înglobare, influența metodei de amestecare asupra procesului de obținere a materialelor compozite.
- Analiza microscopică electronică (SEM) și optică, pentru a evidenția macrostructura și microstructura compozitelor elaborate.

4.8.1. Analiza chimică prin metoda EDX pe suprafața probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC

În figura 4.58 sunt prezente zonele unde s-au efectuat analizele și în figura 4.59 sunt prezentate spectrele care arată variația compoziției chimice în cele trei zone cercetate ale materialului compozit A6061/SiC.

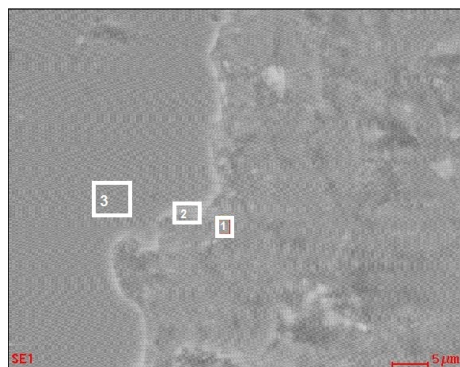


Figura 4.58. Imagine SEM a materialului compozit A6061/SiC cu $d_{mp} = 0,4$ mm

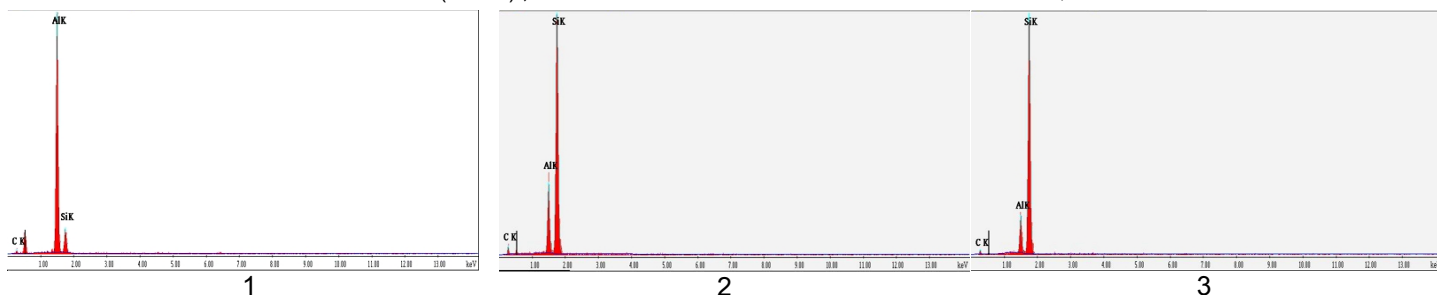


Figura 4.59. Spectrele 1, 2, 3 privind analiza elementală - prin metoda EDX pentru materialul compozit A6061/SiC

Tabel 4.12. Analiză chimică a materialului compozit

Nr. crt.	Zona de analiză	Compoziția chimică (%)		
		Al	Si	C
1	Matrice metalică A6061	56,88	15,67	27,45
2	Interfață	10,25	51,03	38,72
3	Particulă SiC	7,35	60,98	31,68

Din figura 4.59 se observă următoarele: compoziția chimică de pe particulă evidențiază prezența aluminiului în procent de 7,35%, rezultat al procesului de amestecare mecanică intensă prin metoda cu vibrații, când sunt create condițiile termodinamice pentru difuzia bidirecționată și de formare a compusului Al_4C_3 . Astfel, se poate observa că s-a produs procesul de umectare a particulelor de SiC de către matricea metalică deci și înglobarea la randamente ridicate a acestora.

La interfață, compoziția chimică pentru aluminiu este de 10,25% (procente de masă) valoare intermediară între cea a matricei metalice 56,88% (procente de masă) și cea de pe particulă de 7,35 % (procente de masă) valoare ce poate fi explicată prin difuzia acesteia în zona de la interfață. Compusul Al_4C_3 se poate forma dacă condițiile de temperatură și timp de menținere de la obținerea materialului compozit sunt întrunite.

4.8.2. Analiza macrostructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC

Analiza macrostructurală își propune să evidențieze la scară macro aspecte cu privire la înglobarea particulelor granulare, precum și aspecte legate de distribuția particulelor, formele acestora, apariția defectelor, prezența reacțiilor chimice între elementele chimice prezente în sistemul heterogen, în special la interfața matrice metalică-particule.

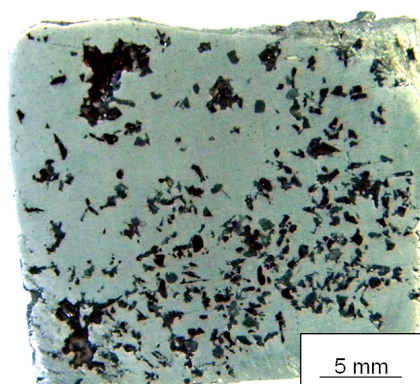


Figura 4.60. Macrostructura probei G_3 , material compozit A6061/SiC obținut prin metoda cu vibrații, timp = 10 min și $d_{mp} = 0,8$ mm

În figura 4.60 se prezintă o secțiune verticală prin proba G_3 de material compozit obținut prin metoda de amestecare mecanică cu vibrații. În această macrostructură se prezintă următoarele aspecte: neuniformitatea probei atât pe verticală cât și pe orizontală, prezența porilor atât la partea superioară cât și la partea inferioară, consecințe ale aglomerării particulelor și a modului de realizare a răcirii probei. Formele particulelor înglobate sunt diverse, cu preponderență acciculare.

8.3. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC prin microscopie optică

Similar cu celelalte sisteme anterior analizate, pentru analiza microstructurii s-au prelevat eșantioane din materialul compozit A6061/SiC și s-au pregătit prin șlefuire și lustruire în laboratorul de pregătire a probelor. Analiza microstructurală a probelor a urmărit evidențierea următoarelor detalii: dispersia, forma și mărimea particulelor, apariția de noi faze urmare a procesului de difuzie a elementelor din sistemul heterogen când matricea metalică este în stare lichidă, precum și prezența porilor.

În figurile 4.63 – 4.64 s-au pus în evidență microstructuri la care particule granulare de SiC cu $d_{mp} = 0,8$ mm și $0,04$ mm au fost înglobate în matricea metalică de A6061.

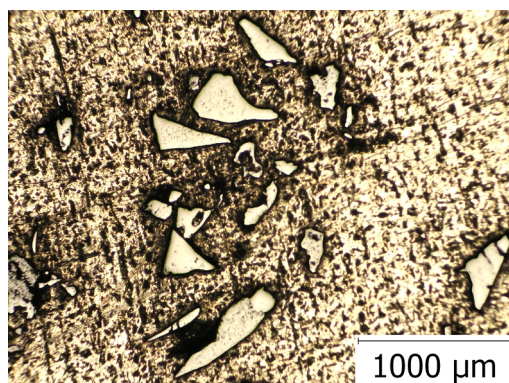


Figura 4.63. Micrografia materialului compozit A6061/SiC, obținut prin metoda cu vibrații, timp = 10 min și $d_{mp} = 0,8$ mm (fără atac)

Particulele de SiC cu $d_{mp} = 0,8$ mm evidențiate în microstructura din figura 4.63 prezintă următoarele caracteristici: au forme diverse de la alungită la poligonală, prezența semnificativă a porilor în apropierea particulelor, distribuție neomogenă a acestora și formarea aglomerărilor.

4.8.4. Analiza microstructurală a probelor de material compozit din sistemul A6061/SiC prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM)

Pentru analiză s-a folosit microscopul electronic SEM Fei Quanta 200. Analiza microscopică (SEM) a urmărit evidențierea unor detalii ale suprafeței probei detalii care nu se pot observa prin microscopia optică. Suprafața probelor a fost pregătită prin șlefuire și lustruire.

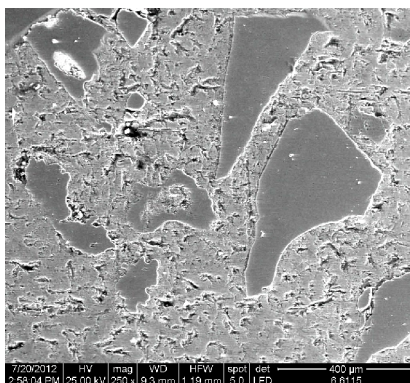


Figura 4.65. Imagine SEM a materialului compozit A6061/SiC, obținut prin metoda cu vibrații, timp = 10 min și $d_{mp} = 0,4$ mm (fără atac)

Din microstructura prezentată în figura 4.65 se observă următoarele: distribuție neomogenă a particulelor granulare, formele acestora sunt diverse și preponderent sunt formele alungite, la interfața există posibilitatea formării compusului Al_4C_3 prin difuzia localizată a atomilor de aluminiu și a C din SiC în zonele de interfață matrice-particulă, lucru favorizat și de amestecarea mecanică cu ajutorul vibrațiilor. De asemenea, sunt puși în evidență și porii prezenți în matricea metalică și nu la marginea particulelor granulare.

4.9. Concluzii parțiale privind obținerea și caracterizarea materialelor compozite din sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC

1. Tehnologia de obținere a materialelor compozite prin metoda de amestecare mecanică cu ajutorul vibrațiilor se bazează pe aranjarea în straturi suprapuse (tip sandwich) a două calupuri de aliaj de aluminiu A6061 și particule granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC cu diametrul mediu 0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm.

2. Pentru studiul randamentului de înglobare al particulelor precum și a proprietăților chimice, mecanice și structurale ale materialelor compozite elaborate prin aceasta metodă, a fost proiectată și realizată o instalație care cuprinde un sistem de masă vibrantă, un sistem de încălzire și un creuzet în care se realizează materialul compozit, creuzet care poate fi vibrat uniaxial pe verticală.

3. Pentru particulele cu $d_{mp} = 0,4$ mm s-a constatat că randamentele de înglobare sunt mai mari decât pentru particulele mari cu $d_{mp} = 0,8$ mm, ceea ce este în dezacord cu faptul că, cu cât diametrul mediu al particulelor este mai mare, cu cât permeabilitatea stratului de particule pentru aliajul topit este mai bună. Explicația poate fi dată de faptul că umectabilitatea particulelor este mai bună în cazul sistemului A6061/FeSi45, deși numărul particulelor a crescut.

4. Pentru compozitele care au la bază sistemul A6061/FeTi30 s-a constatat că randamentul de înglobare este favorizat în cazul particulelor mari $d_{mp} = 0,8$ mm, atunci când amplitudinea și frecvența sunt mari în comparație cu particulele cu $d_{mp} = 0,4$ mm, când s-a constatat că la amplitudini mari și frecvențe mai mici ale vibrațiilor, randamentele au fost foarte mari. Acest lucru se explică prin faptul că, prin scăderea d_{mp} a scăzut densitatea aparentă a particulelor, ceea ce poate explica menținerea unui timp mai îndelungat a acestora în topitură fără ca să aibă loc o decantare a lor, deci s-au creat condiții de infiltrare a aliajului de aluminiu printre particulele solide.

5. Pentru particulele foarte mici de FeTi30 ($d_{mp} = 0,04$ mm) randamentele de înglobare au scăzut comparativ cu cel corespunzător particulelor cu $d_{mp} = 0,8$ mm și 0,4 mm, ca urmare a faptului că la granulație foarte fină suprafața specifică de contact a crescut foarte mult, ceea ce a dus la o creștere a tendinței de aglomerare a particulelor, astfel că pentru cantități mari de particule se realizează aglomerarea lor și există tendința de separare în zgură.

6. Pentru compozitele de tipul A6061/SiC obținute prin metoda cu vibrații, pentru particule cu $d_{mp} = 0,8$ mm randamentele de înglobare au fost mai ridicate ajungând până la valori de 99,64% în cazul amplitudinilor și frecvențelor mai mici a vibrațiilor, în timp ce pentru particulele cu $d_{mp} = 0,4$ mm, randamentele de înglobare au fost mai bune pe tot domeniul studiat.

7. Forma alungită, neregulată s-a constatat a fi avantajoasă din punct de vedere al randamentului de înglobare în cazul particulelor mari ($d_{mp} = 0,8$ mm) pentru amplitudini și frecvențe ridicate ale vibrațiilor, ca urmare a unei compactități scăzute.

8. Procedul și-a dovedit valabilitatea prin înglobarea între $7,7 \div 97\%$ pentru FeSi45; $1,74 \div 100\%$ pentru FeTi30; $1,14 \div 99,64\%$ pentru SiC, în funcție de granulație, amplitudine și frecvența oscilației.

9. La toate cele trei sisteme elaborate A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC pentru toate granulațiile: 0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm au avut loc procese de difuzie limitate la interfață, și acest lucru a fost pus în evidență prin determinarea compoziției chimice în cele trei zone (matrice, interfață, particulă) observându-se, de exemplu, pentru aluminiu variația concentrației acestuia în zonele respective. De asemenea, la analiza chimică s-a observat și variația concentrației oxigenului constatându-se o concentrație ridicată pe particulă și în matricea metalică, ca urmare a prezenței Al_2O_3 și a altor oxizi.

10. Distribuția elementelor chimice utilizând metoda EDX a arătat pe baza diferitelor culori și zone cu concentrații ridicate în elementul chimic principal (aluminiu) pe particulă dar și pentru distribuția siliciului atât în matrice cât și pe particulă. De asemenea, se poate evalua gradul de oxidare al suprafețelor prin distribuția oxigenului legat chimic sub formă de SiO_2 și Al_2O_3 .

11. Analiza macrostructurală a prezentat o diversitate de situații, cum ar fi zone cu o dispersie omogenă, dar și zone cu particule decantate la partea inferioară a probei ca urmare a diferenței de densitate. S-a constatat că prezența porilor atât în jurul particulelor cât și în volumul probelor, urmare a unei insuficiente amestecări mecanice, care de obicei favorizează ieșirea acestora din topitură. Se mai observă și formarea de zone cu concentrații ridicate de particule și zone fără particule, rezultat al unor amplitudini și frecvențe care au permis înglobarea particulelor dar nu s-a reușit dispersarea acestora. Analiza microscopică (optică și SEM) arată particule granulare înglobate, cu forme poligonale și sferice pentru FeSi45 și FeTi30 și forme alungite pentru SiC cu muchii ascuțite. De asemenea, sa pus în evidență un domeniu extins de dimensiuni, posibil datorită sfărâmării mecanice produsă în timpul procesului de obținere.

12. Instalația de elaborare bazată pe amestecarea băii metalice cu particule greu fuzibile prin inducerea vibrațiilor, prezintă avantaje superioare metodei Stir Casting Vortex și poate fi recomandată pentru teste la nivel de microproducție.

4.10. Caracterizarea termică a materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și particule greu fuzibile

Analiza compozitelor prin calorimetrie cu scanare diferențială (DSC) permite punerea în evidență a domeniilor de temperatură și a efectelor termice care însoțesc procesele ce au loc în sistemele analizate. Acestea permit optimizarea parametrilor de proces în vederea realizării compoziției și structurilor dorite pentru materialele compozite elaborate.

S-a studiat efectul particulelor (FeSi45, FeTi30 și SiC) asupra temperaturilor de transformare care au loc la obținerea compozitelor din faza lichidă.

S-au pus în evidență următoarele procese:

- procesele exo/endoterme care au loc pentru sistemele analizate;
- deplasarea peakului odată cu obținerea materialului compozit;
- apariția unor faze noi care pot aparține sistemelor binare Al – Fe, Al – Ti, Al – SiC, C – Al sau sistemelor ternare Al – Fe – Si, Al – Fe – Ti, Al – Si – C.

În tabelul 4.13 se prezintă temperaturile de început de transformare T_{in} , sfârșit de transformare T_{sf} , temperatura picului T_{pic} , entalpia liberă (ΔH), și cristalinitatea pentru sistemul A6061/FeSi45.

Tabel 4.13. Parametrii specifici analizei DSC pentru materialul compozit A6061/FeSi45, respectiv T_{in} , T_{sf} , T_{pic} , cristalinitate

Nr. crt.	Material analizat	T_{in} (°C)	T_{sf} (°C)	T_{pic} (°C)	Energie corespunz. arie pic (mJ)	Masa proba (mg)	ΔH (J/g)	Cristalinitatea (%)
1	A6061	654,96	673,47	658,41	-12850	32,265	398,76	100,28
2	A6061/FeSi45 0,8 mm	560,69	588,32	566,93	-11440	50,550	226,31	56,59
		610,04	677,84	666,33	-1296,76	50,550	25,65	6,52
3	A6061/FeSi45 0,04 mm	560,23	582,19	568,61	-16660	68,106	244,61	61,60
		659,06	677,27	668,65	-2729,87		40,08	10,15
4	A6061 + FeSi45 0,04 mm pulbere	659,83	678,28	667,21	-8924,00	41,208	216,56	54,54

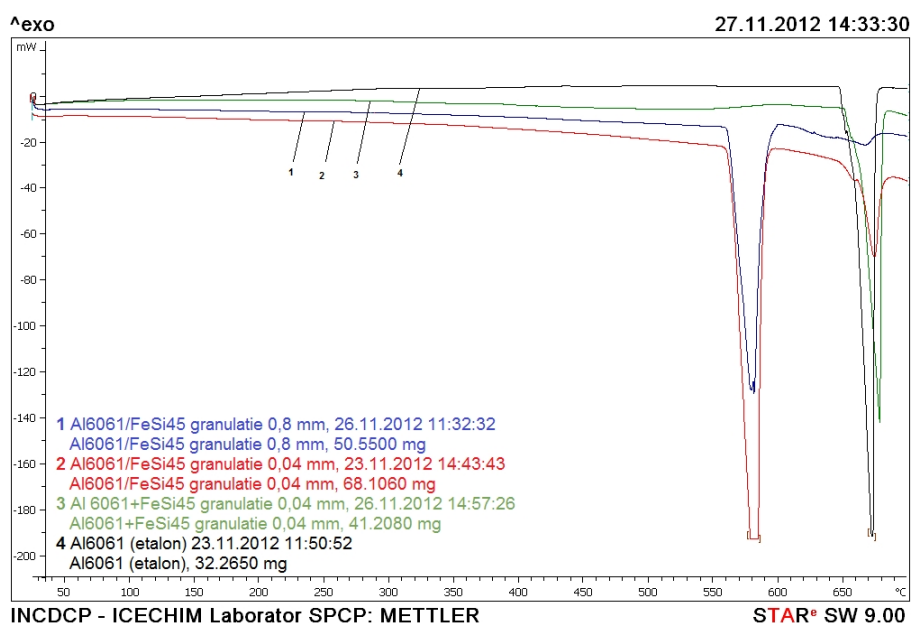


Figura 4.71. Suprapunerea curbelor DSC pentru compozite aparținând sistemului A6061/FeSi45

În figura 4.71 prin suprapunerea celor patru curbe se pun în evidență efectele termice care au însoțit procesul de obținere al materialului compozit A6061/FeSi45 pentru cele trei cazuri studiate, pentru particulele granulare cu $d_{mp} = 0,8$ mm, $d_{mp} = 0,04$ mm și obținere „in situ” (aliaj de aluminiu + pulbere). Astfel, se pot observa două picuri corespunzătoare efectelor termice prezente; primul pic corespunzător eutecticului (α Al + Si) cu 1,65 % Si iar al doilea corespunzător soluției solide α (de Si în Al) și soluției solide α de Fe în Al din eutecticul $FeAl_3 + (Al)$, precum și deplasarea temperaturii specifice picurilor.

Tabel 4.14. Parametrii specifici analizei DSC pentru materialul compozit A6061/FeTi30, respectiv temperatura de început de transformare T_{in} , sfârșit de transformare T_{sf} , temperatura picului T_{pic} , entalpia liberă (ΔH), și cristalinitate

Nr crt	Material analizat	T_{in} (°C)	T_{sf} (°C)	T_{pic} (°C)	Energie corespunz. arie pic (mJ)	Masa proba (mg)	ΔH (J/g)	Cristalinitate (%)
1	A6061	654,96	673,47	658,41	- 12850	32,265	398,76	100,28
2	A6061/FeTi 30 0,8 mm	648,33	675,94	667,12	- 13890	53,096	261,60	65,90
3	A6061/FeTi 30 0,04 mm	638,49	672,27	665,08	- 8702,07	44,641	197,93	48,85
4	A6061/FeTi 30 0,04 mm pulbere	660,63	681,25	670,31	- 8328,39	35,271	236,13	59,47

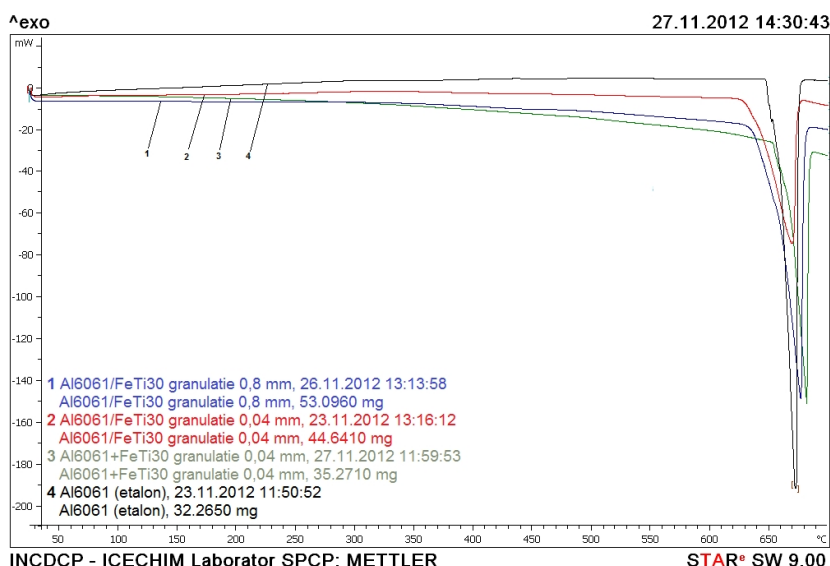


Figura 4.75. Suprapunerea curbelor DSC pentru compozite aparținând sistemului A6061/FeTi30

În figura 4.75 prin suprapunerea celor patru curbe s-a urmărit punerea în evidență, prin comparare, a modificărilor temperaturilor de transformare și mărirea domeniilor de transformare, arătându-se astfel influența particulelor de FeTi30 în stare granulară la obținerea materialului compozit. Se observă că a avut loc o transformare peritectică (Al+TiAl₃) cu 0,147%Ti la temperatura de 665°C și soluția solidă α de Fe în Al, din eutecticul FeAl₃ + (Al) la temperatura 655°C.

Tabel 4.15. Parametrii specifici analizei DSC pentru materialul compozit A6061/SiC, respectiv temperatura de început de transformare T_{in} , sfârșit de transformare T_{sf} , temperatura picului T_{pic} , entalpia liberă (ΔH), și cristalinitate

Nr. crt.	Material analizat	T_{in} (°C)	T_{sf} (°C)	T_{pic} (°C)	Energie corespunz. arie pic (mJ)	Masa proba (mg)	ΔH (J/g)	Cristalinitate (%)
1	A6061	654,96	673,47	658,41	-12850	32,265	398,76	100,28
2	A6061/SiC 0,8 mm	659,88	668,82	668,32	-4247,39	18,489	229,73	57,92
3	A6061/SiC 0,4 mm	653,21	679,85	665,19	-22720	87,889	258,51	65,15
4	A6061/SiC 0,04mm pulbere	661,44	680,30	670,55	-7976,73	34,122	233,77	58,54

În tabelul 4.15 sunt prezentați parametrii specifici analizei DSC pentru materialul compozit A6061/SiC. Din curbele corespunzătoare analizelor DSC, figurile 4.76 ÷ 4.79 se observă efecte termice corespunzătoare unor transformări de faze (solid – lichid).

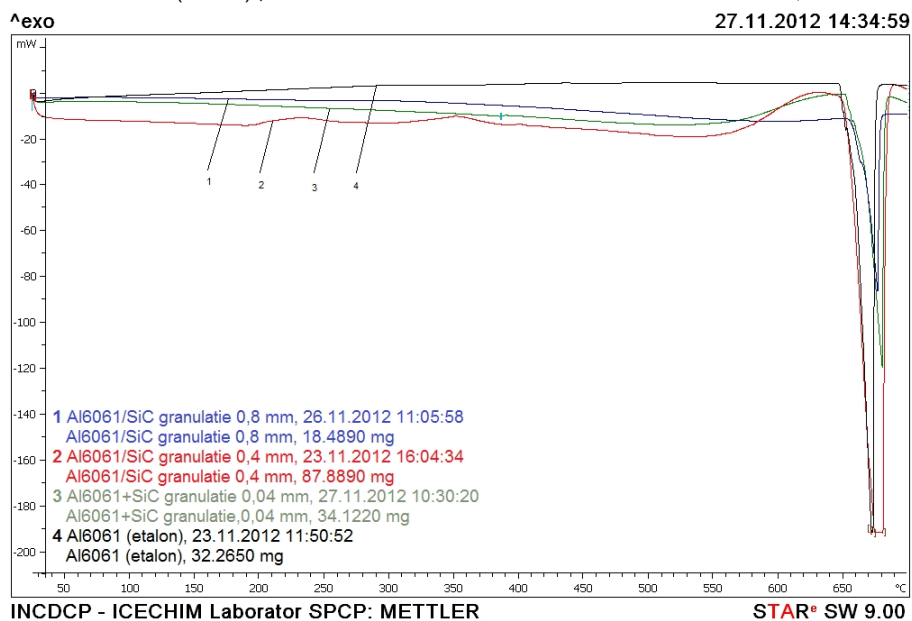


Figura 4.79. Suprapunerea curbelor DSC pentru compozite aparținând sistemului A6061/SiC

În figura 4.79 se prezintă analiza DSC a celor patru cazuri prin suprapunerea curbelor, observându-se efectele termice generate la încălzire. Astfel, analizând figura 4.79 putem prezenta următoarele:

- se observă apariția picului corespunzător transformării din fază solidă în fază lichidă a matricei metalice;
- rezultatul tehnologiei de obținere asupra materialului compozit se concretizează prin temperaturi de început, sfârșit de transformare apropiate de cele ale aliajului de aluminiu, iar datorită solubilității reduse a carbonului în aluminiu s-a format compusul Al_4C_3 ;
- nu sunt puși în evidență pe termograme alți constituenți metalografici din cauza procesului de obținere;

4.10.1. Concluzii parțiale privind efectele termice însoțitoare la obținerea materialelor compozite

1. Analizele DSC pentru sistemele compozite studiate în lucrare au permis determinarea mai multor parametri de proces: temperaturile de început de transformare, sfârșit de transformare, temperatura picurilor, entalpia de formare (ΔH), și cristalinitatea.

2. În urma analizelor DSC efectuate pentru sistemul A6061/FeSi45, s-a confirmat prezența eutecticului ($\alpha Al + Si$), cu 1,65%Si, în intervalul 560 – 588°C, în intervalul de temperatură 610 – 677°C începe, respectiv se sfârșește transformarea din fază solidă în fază lichidă cu formarea soluției solide α (de Si în Al) și soluția solidă α de Fe în Al, din eutecticul $FeAl_3 + (Al)$.

3. În urma analizelor DSC efectuate pentru sistemul A6061/FeTi30, se poate observa prezența reacției peritectice:

$L + TiAl_3 \xrightarrow{665^\circ C} (Al)$ și formarea soluției solide α de Fe în Al din eutecticul $FeAl_3 + (Al)$ la temperatura 655°C.

4. În urma analizelor DSC, efectuate pentru sistemul A6061/SiC, se observă, prin compararea aliorii curbelor specifice materialului compozit A6061/SiC și a aliajului de aluminiu, că începutul și sfârșitul temperaturilor de transformare au valorile apropiate datorită unei solubilități reduse a carbonului în aluminiu. Între aluminiu și carbon se formează compusul Al_4C_3 ducând și la creșterea conținutului de siliciu din faza lichidă ca urmare a reacției $Al(l) + SiC(s) = Si(l) + Al_4C_3(s)$.

4.11. Determinarea microdurității materialelor compozite cu matrice metalică de aliaj de aluminiu A6061 și particule granulare greu fuzibile de FeSi45, FeTi30 și SiC

Microduritatea Vickers a fost determinată pentru a evalua din punct de vedere al proprietăților mecanice, respectiv a durității, materialele compozite elaborate. Au fost efectuate teste pe mai multe zone ale materialului compozit, în mod special pe zonele din apropierea interfeței matrice/particulă și pe suprafața particulelor solide.

a. pentru sistemul A6061/FeSi45

S-au făcut mai multe determinări ale microdurității Vickers pentru a crește precizia rezultatelor.

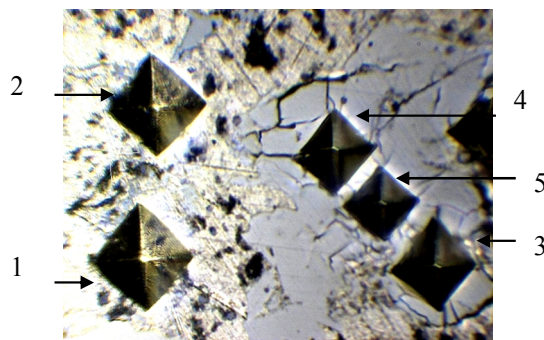


Figura 4.80. Aspectul amprentei la determinarea microdurității pe materialul compozit A6061/FeSi45 cu matrice metalică și particule granulare

În figura 4.80 urmele 1 și 2 sunt pe matricea de aliaj de aluminiu iar 3, 4, 5 pe particule de FeSi45.

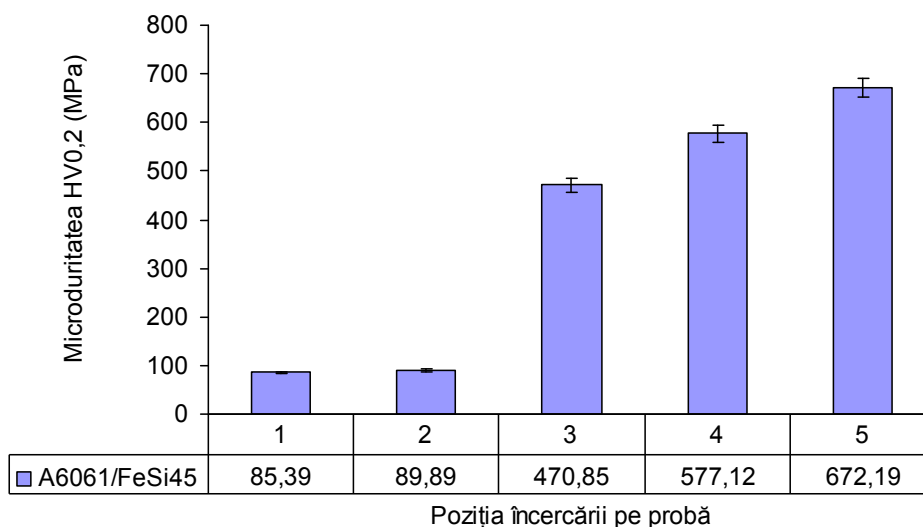


Figura 4.81. Variația microdurității în funcție de poziția pe probă a amprentei lăstate, pentru compozitul A6061/FeSi45

În figura 4.81 se prezintă variația microdurității în funcție de poziția pe probă a amprentei, și se observă o creștere a valorilor microdurității, și o valoare medie de 573 MPa.

b. Pentru sistemul A6061/FeTi30

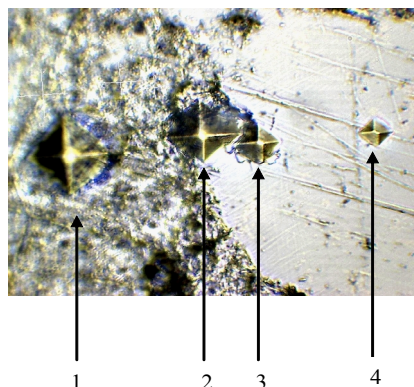


Figura 4.83. Aspectul amprentelor la determinarea microdureții materialului compozit A6061/FeTi30 cu matrice metalică și particule granulare

Din figura 4.83 se poate observa pentru sistemul A6061/FeTi30 modul de determinare a microdureții în cele trei zone specifice și anume matrice, particulă și zona de interfață. În zona de interfață apar și noi faze datorită difuziei unor elemente din matrice în particule și din particule în matricea compozitului.

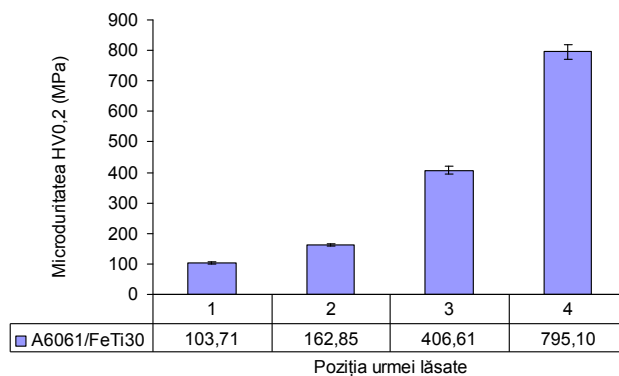


Figura 4.84. Variația microdureții în funcție de zona de măsurare

În figura 4.84 se prezintă graficul privind variația microdureții, urmare a determinărilor multiple efectuate. Este un domeniu extins de valori, în special în zona care

c. pentru sistemul A6061/SiC

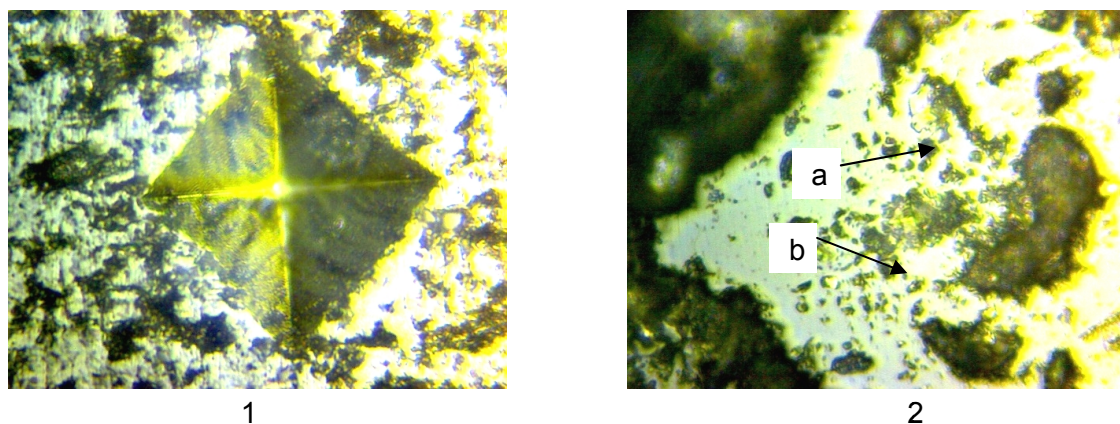


Figura 4.86. Aspectul amprentelor la determinarea microdureții materialului compozit cu matrice metalică de aliaj de aluminiu și particule solide în stare granulară greu fuzibile de SiC. 1 – urma lăsată pe zona de aliaj de aluminiu; 2. a, b. – urma lăsată pe particula de SiC

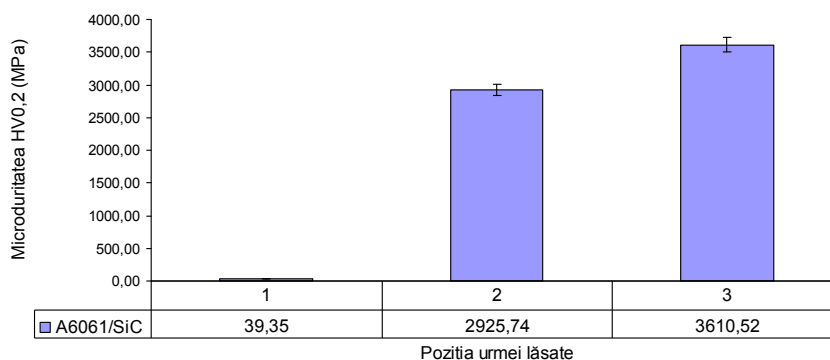


Figura 4.87. Variația microdureții în funcție de poziția amprentei lăsate pe probă

4.11.1. Concluzii parțiale cu privire la determinarea microdureții materialelor compozite

1. Microdurețea Vickers a matricei de bază are valori specifice funcție de proprietățile și natura particulelor dispersate în matricea metalică. Diferențele se datorează procesului de obținere a materialului compozit și a fenomenelor care au loc la interfața matrice - particule. Matricea metalică (A6061) este un material ductil, moale iar în urma procesului de topire suprafața sa este acoperită adesea de oxidul Al_2O_3 care reprezintă o barieră fizico-mecanică.

2. Particulele granulare sunt în general fragile, dure cu valori medii ale microdureții, iar caracterul fragil, dur este confirmat prin apariția crăpăturilor în macrostructurile și microstructurile analizate.

3. Interfața este zona cu impactul cel mai important în obținerea unor valori ale microdureții acceptabile. Procesele fizico-chimice de la obținerea materialelor compozite influențează proprietățile chimice, mecanice, termodinamice la interfață, proprietăți care uneori pot duce la îngreunarea compatibilității fazelor. Astfel: prin formarea fazei Al_2O_3 care este o barieră fizico-mecanică, iar captarea de elemente chimice din atmosferă (oxigenul, azotul și umiditate) duce la apariția defectelor în volum: micro și macropori.

4. Deoarece aceste aprecieri sunt făcute ținând cont de condițiile termodinamice și de procesele locale, unele aspecte pot varia deoarece procesul de elaborare a materialelor compozite este un proces dinamic cu caracter global.

4.12. Analiza structurală prin difracție cu raze X a materialelor compozite

Analiza prin difracție cu raze X are drept scop punerea în evidență a fazelor, și a modificărilor structurale care pot să apară în sistemele studiate. Spectrele de raze X au fost înregistrate la temperatura camerei cu ajutorul unui difractometru DRON 3 echipat cu un tub

de raze X cu anod de Co ($\lambda_{K\alpha} = 1,7903 \text{ \AA}$). A fost cercetat un domeniu de măsură $2\theta = 15 - 80^\circ$, iar pasul și timpul de măsură au fost $0,02^\circ$ și respectiv 3s.

Folosind un program informatic MATCH 3 - versiunea demonstrativă de analiză a fazelor și a bazei de date gratuite **Crystallography Open Database**, s-au putut analiza spectrele de difracție pentru: aliajul de aluminiu A6061, particulele greu fuzibile FeSi45, FeTi30 și SiC și a materialelor compozite A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

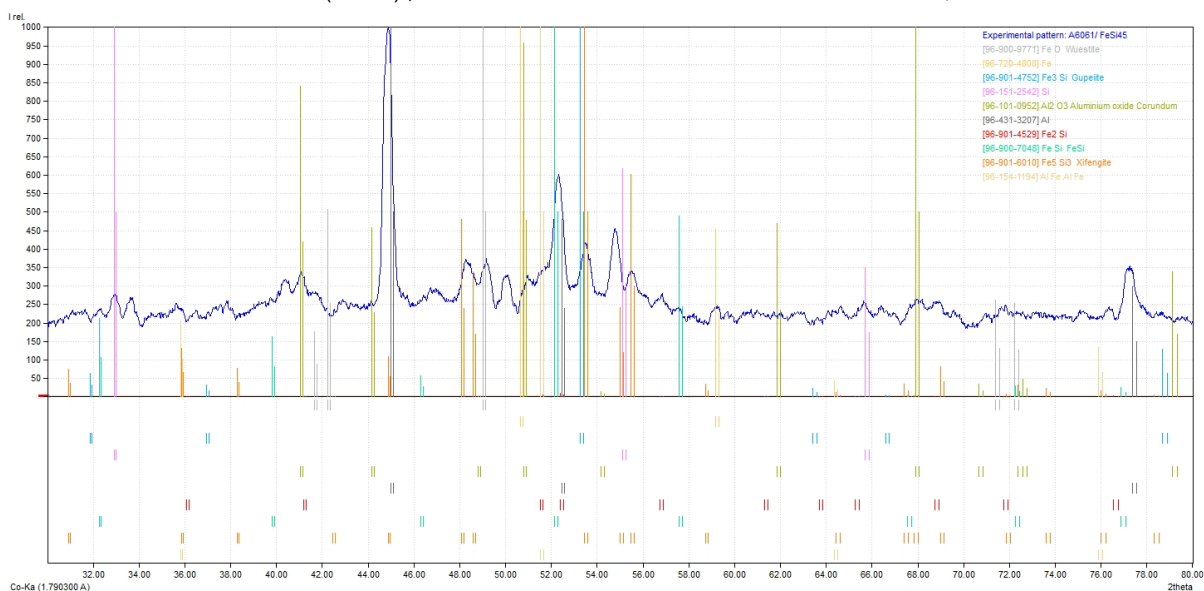


Figura 4.91. Difractograma și datele de difracție, proba de A6061/FeSi45

În figura 4.91 sunt identificate peak-urile caracteristice materialului compozit cu matricea metalică aliaj A6061 și particule greu fuzibile de FeSi45 astfel: sunt identificate elementele chimice aluminiu, fier, siliciu, oxizii specifici elementelor de bază cum ar fi: $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$, SiO_2 , FeO , Fe_2O_3 , compușii FeSi , Fe_2Si , Fe_5Si_3 specifici feroaliajului FeSi45 și compusul intermetalic FeAl_3 [216]. Condițiile termodinamice de temperatură și presiune precum și timpul de obținere a materialelor compozite au favorizat apariția unor noi faze la interfață, urmare a procesului de difuzie bidirecționat.

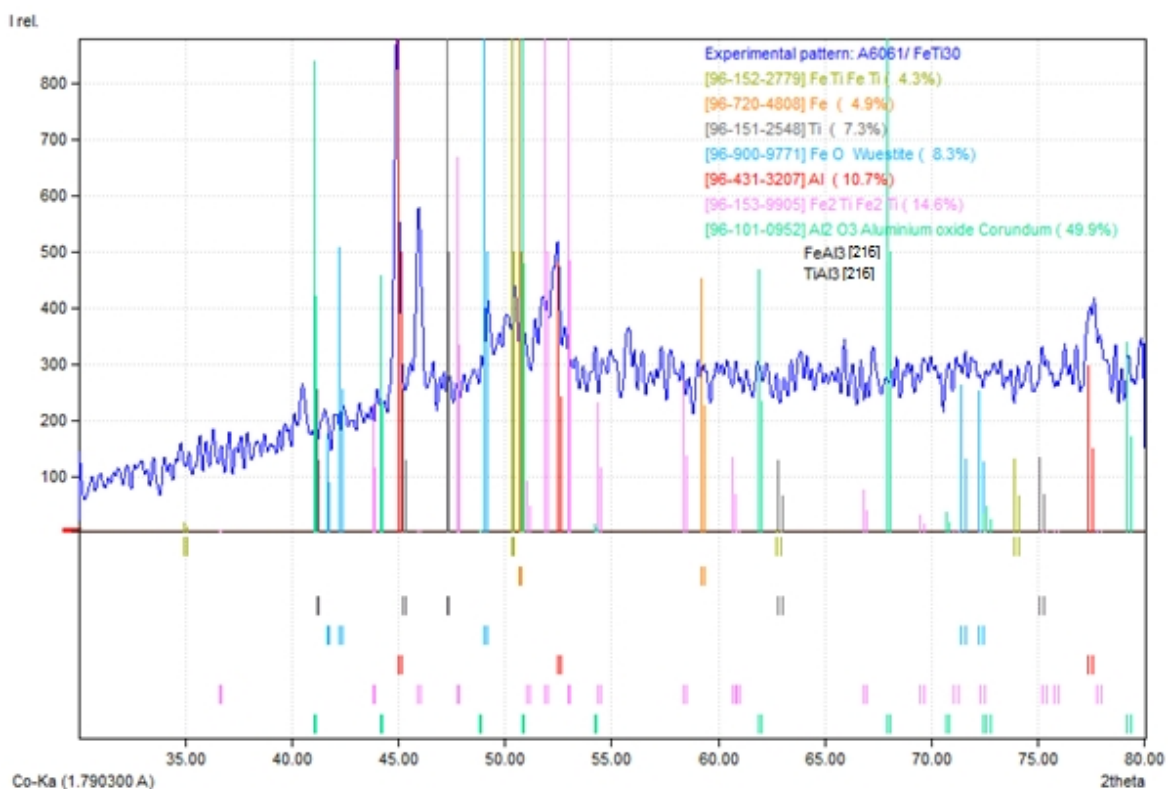


Figura 4.93. Difractograma și datele de difracție, proba de A6061/FeTi30

În difractograma din figura 4.93 sunt identificate peak-urile caracteristice materialului compozit A6061/FeTi30 cu matrice metalică și particule disperse. De asemenea se evidențiază și oxizii specifici elementelor chimice: FeO , Fe_2O_3 , TiO_2 , Ti_2O_3 .

Condițiile termodinamice (temperatură și presiune) de obținere a materialelor compozite precum și timpul de obținere redus, au făcut ca reacțiile chimice la interfață să fie limitate, existând totuși condiții pentru difuzia aluminiului din topitură în zona de interfață și a fierului și titanului în topitura de aliaj, putând rezulta compușii intermetalici FeAl_3 , TiAl_3 [216].

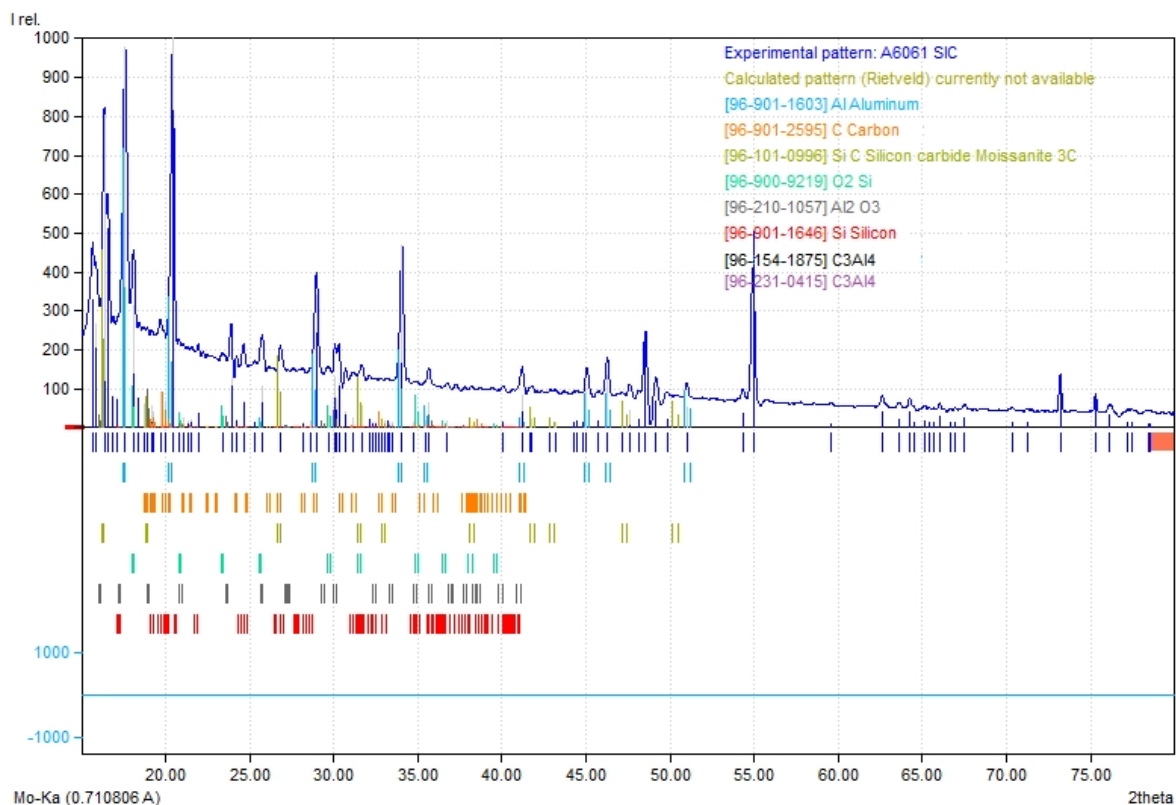


Figura 4.95. Difractograma și datele de difracție, proba de A6061/SiC

În figura 4.95 se prezintă peak-urile caracteristice materialului compozit din sistemul A6061/SiC cu particule sub formă de granule de SiC. Analizând difractograma s-au pus în evidență și fazele aluminiu, carbură de siliciu. Mai apare o fază suplimentară, oxidul de aluminiu, care se află la interfața solid/lichid și faza Al_4C_3 .

4.12.1. Concluzii parțiale cu privire la analiza prin difracție de raze X a materialelor compozite

1. Analiza structurii prin metoda cu difracție de raze X (analiza XRD), a pus în evidență fazele corespunzătoare compozitelor de tipul A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

2. Se confirmă apariția fazei noi FeAl_3 , care se formează la temperatura 730°C și timp maxim de menținere a topiturii de 30 min. Pentru sistemul A6061/FeTi30 se evidențiază formarea soluției solide α (de Fe în Al) din eutecticul $\text{FeAl}_3 + (\text{Al})$ la temperatura de 665°C și compusul TiAl_3 format la temperatura 665°C . Pentru sistemul A6061/SiC evidențiem formarea compusului Al_4C_3 datorită solubității reduse a carbonului în aluminiu.

3. În corelație cu rolul tehnologic al materialelor compozite se poate face observația că apariția unor compuși intermetalici în cantitate mare nu este recomandată deoarece noile legături chimice complexe îngreunează procesul de dezoxidare și aliere prin necesitatea consumului suplimentar de energie termică pentru a rupe legăturile chimice complexe și pot determina o creștere a impurităților în materialul compozit.

CAPITOLUL 5 CERCETĂRI PRIVIND TENSIUNEA SUPERFICIALĂ ȘI VÂSCOZITATEA DINAMICĂ A MATERIALELOR COMPOZITE A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 ȘI A6061/SiC AFLATE ÎN STARE LICHIDĂ

Procesele tehnologice de elaborare sunt caracterizate și de fenomene de suprafață cum ar fi: coalescența, încorporarea sau expulzarea particulelor solide în stare granulară, absorbția și desorbția gazelor, cristalizarea și modificarea structurii de interacțiune cu suprafața agregatelor de elaborare și a formelor de turnare. [217]

5.1. Tensiunea superficială

Stratul limită și fazele volumice ce vin în contact în condițiile de temperatură și presiune de la elaborare influențează fundamental obținerea materialelor compozite cu matricea metalică.

5.2. Unghiul de contact dintre aliajul lichid și faza solidă

Gradul de umectare a unei particule solide în stare granulară de către o topitură metalică se poate aprecia pe baza valorii unghiului de contact, θ , (figura 5.1), care intră în ecuația lui Young:

$$\sigma_{sg} = \sigma_{lg} \cos \theta + \sigma_{sl} \quad (5.1.)$$

sau:

$$\cos \theta = \frac{\sigma_{sg} - \sigma_{sl}}{\sigma_{lg}} \quad (5.2.)$$

în care, indicii s, g și l se referă la solid, gaz și respectiv lichid.

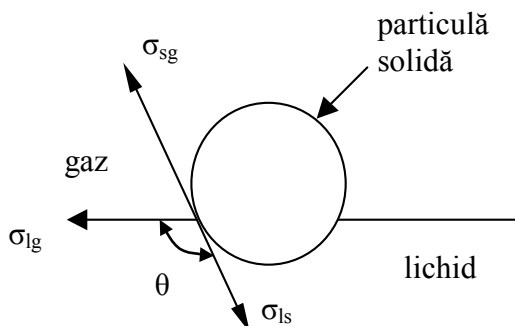


Figura 5.1. Unghiul de contact dintre o particulă solidă și un lichid

5.3. Metoda experimentală pentru determinarea tensiunii superficiale

Determinarea experimentală a tensiunii superficiale, în prezenta lucrare, s-a făcut prin metoda picăturii imobile, cunoscută în literatura de specialitate sub denumirea de "sessile drop".

Placa suport pe care se formează picătura este din particula greu fuzibilă din materialul compozit elaborat, în speță FeSi45, FeTi30, SiC și grafit de puritate spectrală (pentru a avea o referință cu datele din literatură).

Picăturile așezate pe plăcuța orizontală au la echilibru forma prezentată în figura 5.2.

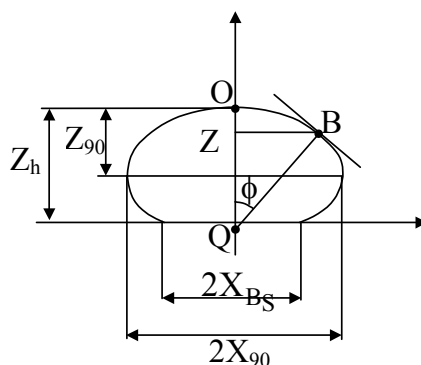


Figura 5.2. Secțiune transversală în plan vertical (planul meridional) prin picătura așezată pe plăcuță (picătura de metal care nu umectează materialul plăcuței) [217]

Pentru simplificarea expresiei, prin convenție se introduce un parametru β numit factor de formă, dat de relația:

$$\beta = \frac{\rho b^2 g}{\sigma} \quad (5.10)$$

iar ecuația Laplace și forma sa (5.10) adimensională capătă forma:

$$\frac{1}{R/b} + \frac{\sin \phi}{x/b} = 2 + \beta \cdot \frac{Z}{b} \quad (5.11)$$

Ecuația (5.11) descrie curbura suprafeței secțiunii meridionale a picăturii așezate, ea conținând indirect tensiunea superficială σ , prin intermediul factorului de mărime b și a factorului de formă β .

Este o ecuație diferențială de gradul 2, cu două necunoscute și se rezolvă numai numeric prin procedeul aproximărilor succesive.

Soluțiile se obțin prin utilizarea tabelor autorilor F. Bashforth și J.C. Adams [218] a unor relații empirice. F. Bashforth și J.C. Adams au folosit metoda rezolvării numerice în condiții impuse cu incremente succesive și s-au obținut soluții numerice care au fost utilizate la realizarea de tabele pentru:

- raportul X/Z și valorile lui β , pentru $\phi = 90^\circ$;
- rapoartele X/b și Z/b pentru diferite valori ale factorului de formă β și pentru unghiul ϕ .

Măsurarea mărimilor mai înainte menționate, dimensiuni și unghiuri, se realizează utilizând fotografia picăturii așezate.

5.4. Instalația experimentală proiectată pentru determinarea tensiunii superficiale și a unghiului de contact

Experimentările s-au făcut în laboratorul de Elaborare și turnare a aliajelor din Universitatea Dunărea de Jos din Galați, pe o instalație proiectată și realizată în acest scop.

Instalația de măsură a tensiunii superficiale a fost proiectată respectând principiile constructive și de funcționare ale aparatului clasic de măsurare a tensiunii superficiale prin metoda picăturii pe plăcuță și a celui imaginat de Kingery și Humenik [219].

Instalația este constituită dintr-o sursă de încălzire, o pompă mecanică de vid, o incintă cu posibilitate de a crea vacuum și încălzire a suportului picăturii așezate și sistemul de racordare la vid, după cum se vede și în figura 5.3. Sursa de încălzire este un transformator de tensiune joasă 1 ... 48 V și intensitate ridicată 1 ... 30 A, reglabil.

Figurile 5.3, 5.4, 5.5 prezintă instalația de determinare a tensiunii superficiale și scheme ale acesteia.

Datele ce se obțin sunt următoarele: forma picăturii cu coordonatele X_{90} și Z_{90} , pentru calcularea tensiunii superficiale, și unghiului de contact.

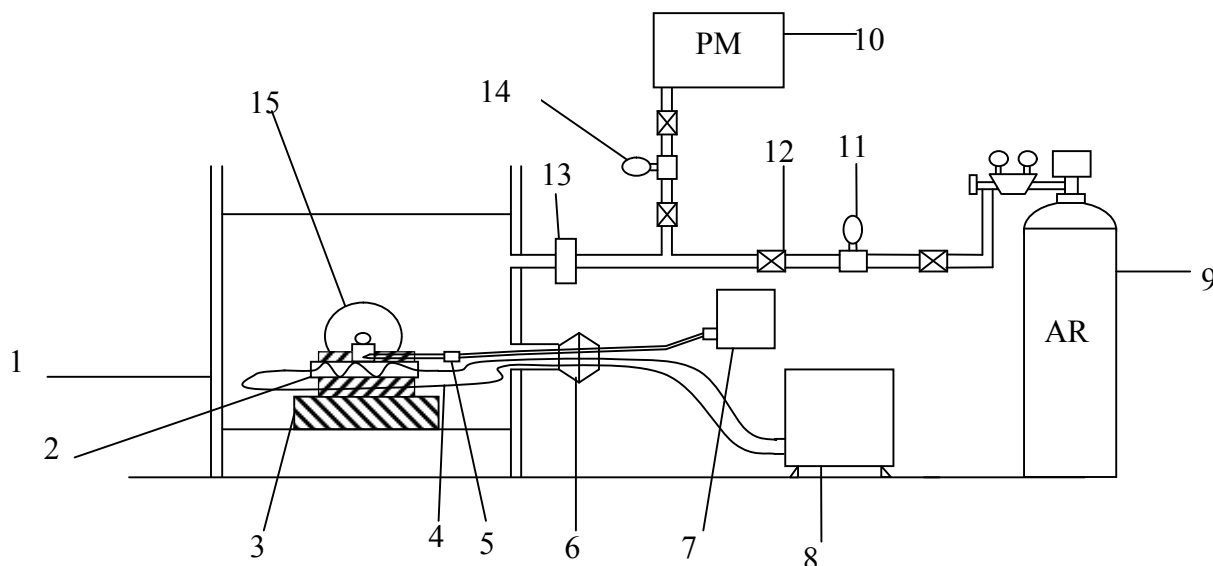


Figura 5.3. Schema generală a instalației pentru determinarea tensiunii superficiale

1 – încălțidă vidată, 2 – tub de cuarț, 3 – suport element de încălțidă, 4 – element de încălțidă (sârmă de kanthal), 5 – termocuplu Cr-Al, 6 – trecere alimentare și temperatură, 7 – multimetru digital (măsurare temperatură și tensiune c.a.), 8 – sursă de alimentare (transformator), 9 – butelie de argon cu reducere, 10 – pomă de vid preliminară, 11 – manometru, 12 – ventil manual, 13 – trecere de presiune și presiune, 14 – vacuumetru, 15 – picătură de aliaj [220]

5.5. Determinări experimentale ale tensiunii superficiale și a unghiului de contact

Tensiunea superficială s-a determinat folosind materialele care au fost utilizate pentru obținerea materialelor compozite, a căror compoziție chimică este redată în tabelul 5.1.

Tabel 5.1. Compoziția chimică a aliajelor metalice

Nr. crt.	Simbol	Compoziția chimică (%)							
		C	Si	Ti	Fe	Cr	Mn	Mg	Al
1	Grafit	99,9	-	-	-	-	-	-	-
2	FeSi 45%Si	-	43,6	-	55,53	0,33	0,54	-	-
3	FeTi 30%Ti	-	6,24	34,87	53,67	-	0,67	-	4,55
4	SiC	30	69,99	-	-	-	-	-	-
5	A6061	-	0,8	0,1	0,39	0,04	0,01	0,8	97,86

Având în vedere rolul gradului de umectare a particulelor solide, de topitura matricei metalice (aliajul de aluminiu) apreciat pe baza valorii unghiului de contact din formula ecuației lui Young s-au determinat prin metoda picăturii așezate pe plăcuță, cu ajutorul instalației proiectate și realizate de autor, unghiurile de contact cuprinse în tabelul 5.2.

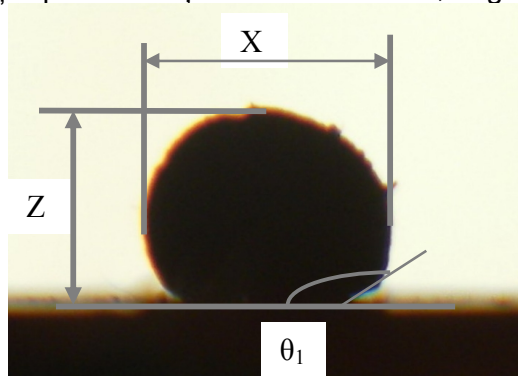


Figura 5.6. Picătura de aliaj A6061 pe suport de grafit în vid, la temp. 730°C

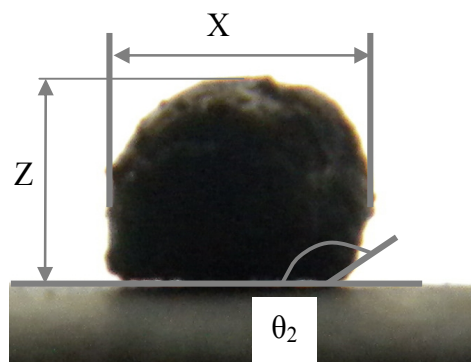


Figura 5.7. Picătura de aliaj A6061 pe suport de grafit în atmosfera normală, la temp. 730°C.

În figura 5.6. se prezintă poza picăturii așezată pe plăcuță, în condiții de vid 0,1 mbar, la temperatura de 730°C. Aceasta are un coeficient de sfericitate mare $X / Z = 1,16518$; Suportul de grafit, de puritate spectrală, a fost pregătit prin lustruire mecanică pentru reducerea rugozității și pentru a nu influența forma picăturii în timpul experimentului. Acesta a permis raportarea la datele din literatura de specialitate pentru validarea rezultatelor obținute [222].

În figura 5.7 se prezintă picătura așezată pe plăcuță în condiții de atmosferă normală. Aceasta are un coeficient de sfericitate mare $X / Z = 1,15569$, se observă că suprafața este discontinuă, ceea ce arată o oxidare intensă, astfel că prezența oxidului modifică tensiunea superficială și unghiul de contact.

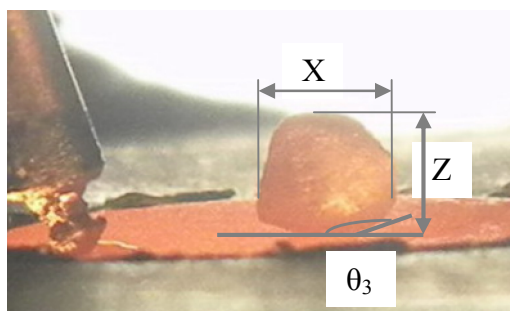


Figura 5.8. Picătura de aliaj A6061 pe suport de FeSi 45 în vid la temp. 730°C

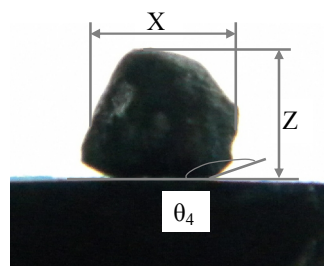


Figura 5.9. Picătura de aliaj A6061 pe suport de FeSi45 în atmosfera normală la temp. 730°C

În figura 5.8. se prezintă aspectul picături de aliaj lichid formată pe suport de FeSi45, în vid. Suportul a fost pregătit preliminar prin lustruire mecanică pentru reducerea rugozității și pentru reducerea consumului energetic, datorat diferențelor de nivel, cu efect direct în formarea unui unghi mai mare.

În figura 5.9. se prezintă picătura de aliaj lichid formată pe suport de FeSi45. Proba a fost încălzită și răcită în atmosfera normală la 730°C. Efectul atmosferei normale asupra picăturii constă în formarea unei pelicule cu grosime mărită rezultat al interacției oxigenului din atmosferă cu suprafața aliajului lichid și formarea oxidului de aluminiu și de magneziu care, în general, nu este continuă.

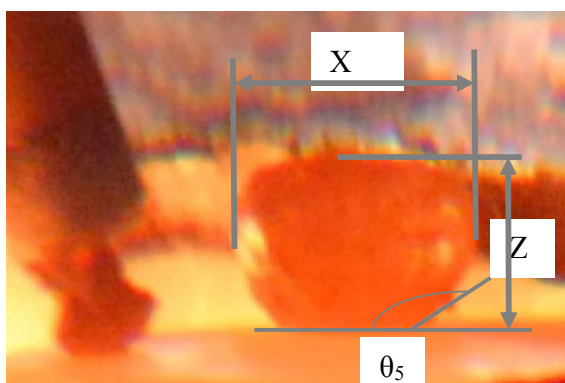


Figura 5.10. Picătura de aliaj A6061 pe suport de FeTi30 în vid, la temp. 730°C

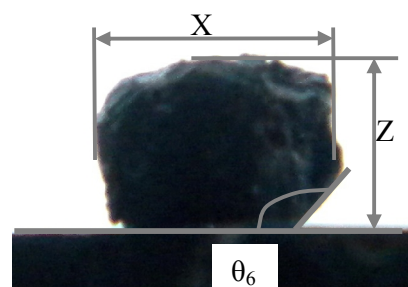


Figura 5.11. Picătura de aliaj A6061 pe suport de FeTi30 în atmosfera normală la temp. 730°C

În figura 5.10 se prezintă aspectul unei picături de aliaj lichid formată pe suport de FeTi30. Acesta a fost pregătit prin lustruire mecanică pentru reducerea rugozității și a dificultăților ce pot apărea, astfel încât picătura de aliaj să acopere eventualele denivelări prezente pe suprafață.

În figura 5.11 se prezintă forma unei picături de aliaj lichid formată pe un suport de FeTi30. Proba a fost obținută în condițiile atmosferei normale.

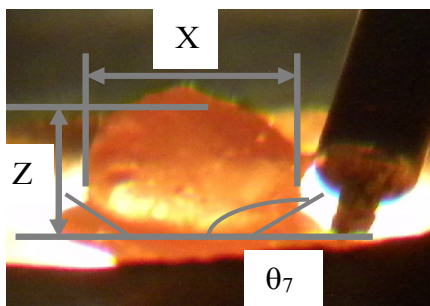


Figura 5.12. Picătura de aliaj A6061 pe suport de SiC în vid, la temp. 730°C

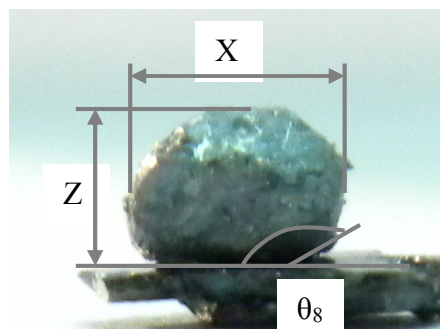


Figura 5.13. Picătura de aliaj A6061 pe suport de SiC în atmosfera normală, la temp. 730°C

În figura 5.12 se prezintă forma picăturii de aliaj lichid pe suport de SiC. Suportul de SiC are compoziția identică cu a particulelor de SiC de la elaborarea materialului compozit.

În figura 5.13 se prezintă forma picăturii de lichid pe suport de SiC în condițiile atmosferei normale în care prezența oxigenului mărește semnificativ grosimea stratului de oxid de aluminiu și astfel înrăutățește și condițiile de formare a materialului compozit.

Tabel 5.2. Tensiunea superficială a aliajului de aluminiu determinată experimental prin metoda picăturii așezate pe plăcuță

Nr. Crt	Picătura	X_{90}	Z_{90}	b	β	σ	θ	g	ρ_{Al}	Masa	Temp
		(mm)									
1	A6061/grafit în vid	4,7571	4,0827	5,331	1	751	θ_1 . 142,5	9,8	2700	0,024	730
2	A6061/grafit în atmosfera normală	4,7574	4,1165	5,373	1	763	θ_2 . 145	9,8	2700	0,024	730
3	A6061/FeSi45 în vid	4,8495	4,1999	5,4779	1	794	θ_3 . 132	9,8	2700	0,025	730
4	A6061/FeSi45 în atmosferă normală	4,8708	4,2184	5,502	1	801	θ_4 . 134	9,8	2700	0,025	730
5	A6061/FeTi30 în vid	4,8281	4,1814	5,4537	1	787	θ_5 . 136	9,8	2700	0,018	730
6	A6061/FeTi30 în atmosferă normală	4,7979	4,15526	4,111	1	778	θ_6 . 137	9,8	2700	0,018	730
7	A6061/SiC în vid	9,187	6,1445	14,248	7,7	697	θ_7 . 147	9,8	2700	0,053	730
8	A6061/SiC în atmosferă normală	9,1946	6,1449	14,259	7,7	698	θ_8 . 148	9,8	2700	0,053	730

Cercetările experimentale pe instalația realizată au urmărit crearea condițiilor specifice de la elaborare. Astfel, s-a urmărit realizarea contactului (particulă/matrice metalică de A6061) prin înlocuirea suportului de grafit cu material în stare solidă feroaliaje și SiC cu o pregătire a suprafeței asemănător plăcii de grafit de la instalația cunoscută din literatură, pentru a determina unghiul de contact și celelalte caracteristici ale picăturii aflată în contact cu suportul special pregătit.

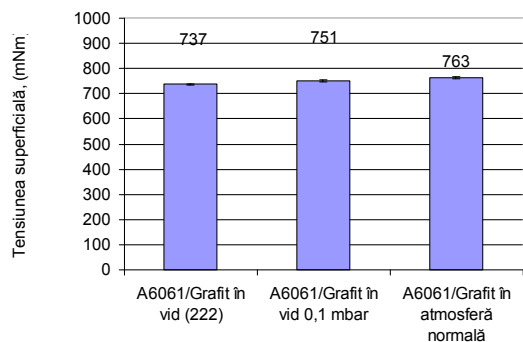


Figura 5.14. Tensiunea superficială pentru sistemul A6061/Grafit, în vid și atmosferă normală

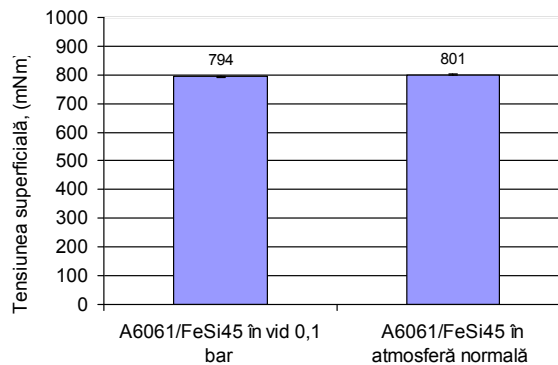


Figura 5.15. Tensiunea superficială pentru sistemul A6061/FeSi45, în vid și atmosferă normală

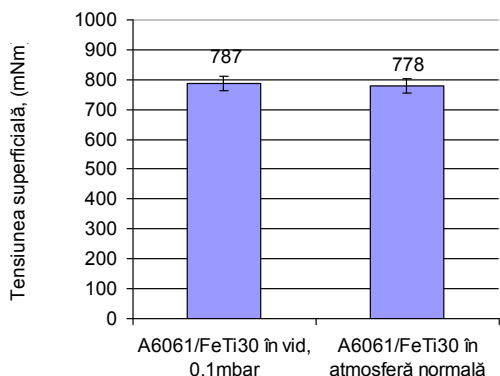


Figura 5.16. Tensiunea superficială pentru sistemul A6061/FeTi30, în vid și atmosferă normală

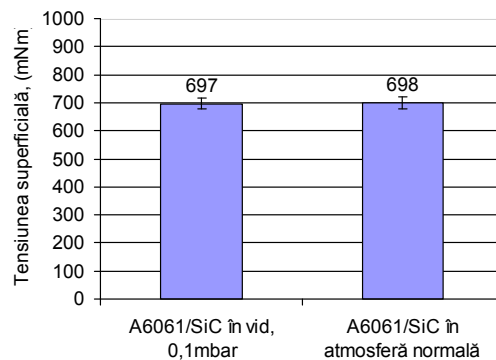


Figura 5.17. Tensiunea superficială pentru sistemul A6061/SiC, în vid și atmosferă normală

Din figurile de mai sus rezultă că tensiunea superficială determinată în condițiile de vid, atunci când s-a folosit drept suport materiale (particule) cu aceeași compoziție chimică cu cele introduse în topitura materialului compozit, dar special prelucrate, este mult mai mică decât valoarea tensiunii superficiale determinate în atmosferă obișnuită.

În urma determinărilor experimentale, pentru calcularea unghiurilor de contact în condiții de vid, la 730°C și în condiții atmosferice normale, s-au trasat graficele din figurile 5.18 – 5.21

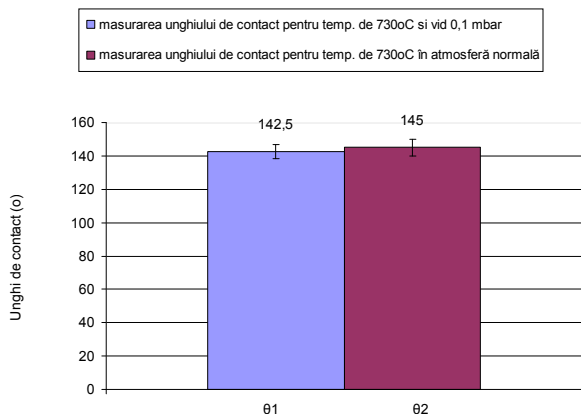


Figura 5.18. Variația unghiului de contact pentru aliajul A6061 aflat pe suport de grafit

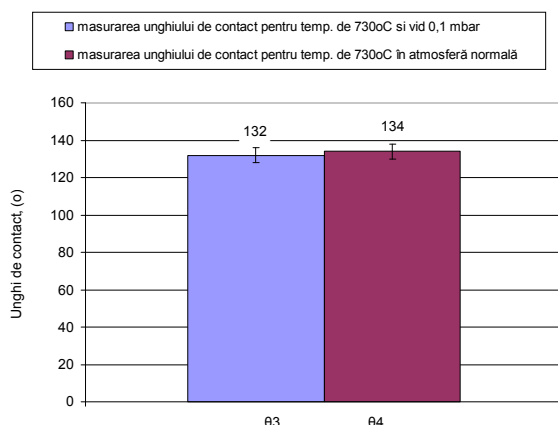


Figura 5.19. Variația unghiului de contact pentru aliajul A6061 aflat pe suport de FeSi45

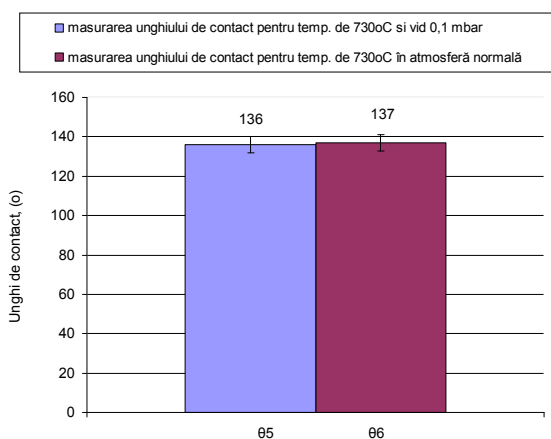


Figura 5.20. Variația unghiului de contact pentru aliajul A6061 aflat pe suport de FeTi30

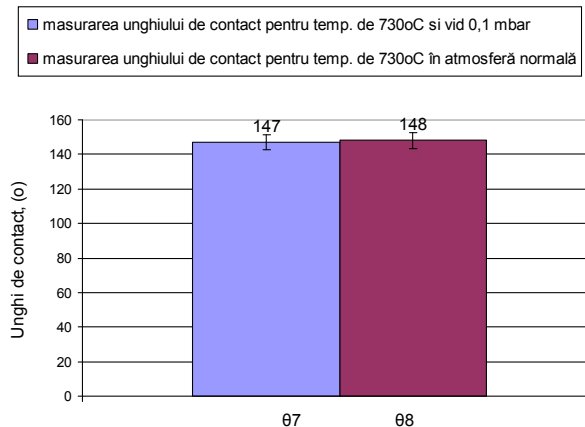


Figura 5.21. Variația unghiului de contact pentru aliajul A6061 aflat pe suport de SiC

Analizând graficele din figurile 5.18 – 5.21 se constată că unghiul de contact în condiții atmosferice normale este mai mare decât unghiul de contact în condițiile în care este vid. În condițiile normale se formează într-un timp foarte scurt o peliculă subțire de oxid de aluminiu care mărește unghiul de contact.

Cunoscând valorile tensiunii superficiale precum și unghiul de contact dintre cele două faze se poate determina travaliul de adeziune și travaliul de coeziune precum și coeficientul de întindere realizat între cele două faze solidă și lichidă.

Coeficientul de întindere S reflectă tendința unei faze de a se întinde pe suprafața celeilalte:

$$S = W_a - W_c \quad (5.15)$$

unde: S – coeficient de întindere, N/m;

Tabel 5.3. Travaliului de adeziune, travaliului de coeziune și coeficientul de întindere pentru sistemele analizate

Nr. crt.	Faze în sistem	Coeziune W_c [N/m]	Adeziune W_a [N/m]	Coeficient de întindere S [N/m]
1	A6061/grafit, în vid de 0,1mbar, $T = 730^\circ\text{C}$	1,502	0,1554	-1,3465
2	A6061/grafit, în atmosferă normală, $T = 730^\circ\text{C}$	1,526	0,1159	-1,4100
3	A6061/FeSi45, în vid 0,1mbar, $T = 730^\circ\text{C}$	1,588	0,2628	-1,3251
4	A6061/FeSi45, în atmosferă normală, $T = 730^\circ\text{C}$	1,602	0,2451	-1,3568
5	A6061/FeTi30, în vid 0,1mbar, $T = 730^\circ\text{C}$	1,574	0,2022	-1,3717
6	A6061/FeTi30, în în atmosferă normală, $T = 730^\circ\text{C}$	1,556	0,2092	-1,3467
7	A6061/SiC, în vid 0,1mbar, $T = 730^\circ\text{C}$	1,394	0,1129	-1,281
8	A6061/SiC, în atmosferă normală, $T = 730^\circ\text{C}$	1,396	0,1060	-1,2899

Analizând datele din tabelul 5.3 putem observa că pentru sistemele analizate A6061/grafit, A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC rezultă că $W_a < W_c$ (energia de adeziune este mai mică numeric decât energia de coeziune) și semnul coeficientului de întindere este negativ. Acest lucru indică faptul că picătura de aliaj de aluminiu va umecta parțial suprafața. Această situație este specifică sistemelor metalurgice în care umectarea nu se produce spontan ci este nevoie de o energie suplimentară din exteriorul sistemului și o perioadă de timp pentru ca umectarea să se producă.

5.7. Concluzii parțiale cu privire la determinarea unghiului de contact, a tensiunii superficiale și a tensiunii interfazice

1. Pentru ca să se obțină randamente ridicate de înglobare a particulelor granulare este importantă și cunoașterea valorilor tensiunii superficiale și a unghiurilor de contact în sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC. Aceste mărimi superficiale au fost

determinate prin utilizarea metodei „sessile drop” în atmosferă normală și în condițiile unui vid preliminar realizat într-o instalație proiectată și realizată de autor.

2. Instalația experimentală are la baza principiile lui Kingery și Humenik, și este alcătuită dintr-o incintă vidată, o masă termică încălzită indirect și pe care se așează feroaliajul, iar pe acesta se formează picătura dintr-o masă de aliaj de aluminiu care se va topi. Dispozitivul experimental este completat cu sisteme optice de vizualizare și fotografiere a picăturii. Sistemul experimental are următoarele subsisteme importante: sisteme pentru reglarea temperaturii, reglarea vidului (releu de vid), sistem de captare a imaginii precum și calculator pentru editarea și interpretarea unghiului de contact și a dimensiunii picăturii.

3. Pe baza datelor experimentale rezultate se observă că cele mai favorizate de tensiunea superficială și unghi de contact pentru înglobare sunt în ordine: A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

4. Pe baza valorilor tensiunii superficiale și a unghiului de contact s-a determinat coeficientul de întindere ca diferență între travaliul de adeziune și travaliul de coeziune. În toate cazurile, coeficientul de întindere este negativ, rezultând că picătura de aliaj de aluminiu va umecta parțial suprafața. Această situație este specifică sistemelor metalurgice, în care umectarea nu se produce spontan, fiind necesară o energie suplimentară din exterior și o perioadă de timp pentru ca umectarea să se producă și astfel particulele să se înglobeze.

5.8. Determinarea vâscozității dinamice la obținerea materialelor compozite din sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC

Aspectul reologic al sistemelor complexe, corespunzătoare compozitelor studiate, este diferit de cel descris de legea lui Newton.

Pentru evidențierea caracterului particular specific fiecărui sistem, a cărui vâscozitate dinamică s-a analizat, s-a folosit metoda rotativă a cilindrilor concentrice dată prin modelul lui Searle. Această metodă presupune utilizarea unui creuzet staționar în care este introdus un senzor de măsurare cu formă calibrată. Astfel, senzorul de măsurare este introdus în aliajul lichid și este rotit cu o viteză de rotație cunoscută. Momentul care se opune rotirii este dat de: frecarea internă dintre straturile de metal lichid, de sistemul de particule în stare granulară, iar momentul este direct proporțional cu vâscozitatea dinamică. Astfel, reometria sistemului matrice/particule în stare granulară insolubile, a fost determinată folosind vâscozimetru mecanic de tip Brookfield.

Pentru determinarea valorilor vâscozității dinamice s-a utilizat legea lui Newton:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}, \quad [\text{mPa}\cdot\text{s}] \quad (5.20)$$

unde: τ - efort tangențial de forfecare, $[\text{g}/\text{cm}\cdot\text{s}]$ $\dot{\gamma}$ - gradient de viteză, $[\text{sec}^{-1}]$

Efortul tangențial de forfecare:

$$\tau = \frac{M}{2\pi R_b^2 L}, \quad [\text{g}/\text{cm}\cdot\text{s}] \quad (5.21)$$

unde: M – momentul forței măsurat de aparat, 10^{-7} $[\text{Nm}]$; R_b - raza senzorului de măsură, $[\text{cm}]$; L – lungimea efectivă, $[\text{cm}]$

Gradient de viteză:

$$\dot{\gamma} = \frac{2\omega R_c^2 \cdot R_b^2}{x^2 (R_c^2 - R_b^2)}, \quad [\text{sec}^{-1}] \quad (5.22)$$

unde:

ω – viteza unghiulară a senzorului de măsură, $[\text{rad}/\text{sec}]$; R_c – raza interioară a creuzetului cilindric, $[\text{cm}]$; R_b - raza senzorului de măsură, $[\text{cm}]$; x – poziția de amplasare a senzorului de măsură, $[\text{cm}]$

Vâscozitatea dinamică a metalelor și aliajelor în stare lichidă a fost determinată prin

metoda rotativă. Într-o masă de aliaj în stare lichidă bine determinată din punct de vedere cantitativ se rotește cu o anumită viteză un corp dintr-un material rezistent la temperatură ridicată (cilindru, elice). Cuplul care se opune rotirii este direct proporțional cu vâscozitatea dinamică a topiturii.

Experimentările s-au făcut în laboratorul de Elaborare și turnare a aliajelor din Universitatea Dunărea de Jos din Galați, pe o instalație proprie proiectată și realizată pentru acest scop.

Instalația este constituită dintr-un cuptor de încălzire cu bare de silită (4 buc.) care este alimentat de la un transformator cu posibilitatea de a controla temperatura în domeniul 0 – 1000°C, alte componente ale instalației sunt: tub inoxidabil cu rol de container unde sunt efectuate experimentele, sistem de introducere a gazului inert (Ar), sistem de ridicare – coborâre a vâscozimetruului mecanic tip Brookfield.

Figurile 5.22, 5.23, 5.24 prezintă instalația de determinare a vâscozității dinamice.

Aliajul de aluminiu în cantitate cunoscută, 150 g, este topit și adus la temperatura de 730°C (temperatura setată a experimentului). După ce temperatura a fost stabilită se introduce cantitatea de particule cu greutate cunoscută reprezentând: 0; 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3 % (procente de masă) din cantitate de aliaj topit și cu granulație cunoscută 0,04 mm; 0,4 mm; 0,8 mm. Amestecarea aliajului de aluminiu cu particule greu fuzibile se realizează sub un gaz inert (argon) cu rol de protecție. Rolul gazului este de a crea o atmosferă inertă deasupra băii metalice lichide pentru a reduce impurificarea cu oxigen prin scăderea presiunii parțiale a oxigenului, deci a conținutului de oxigen. De asemenea, se urmărește ca pelicula de Al_2O_3 care se formează deasupra băii, să nu influențeze semnificativ măsurătorile care se realizează. Prin urmare trebuie să se diminueze cantitatea de oxid de aluminiu (Al_2O_3). Densitatea relativă a argonului ($\gamma_{Ar} = 1,38$) [226] este mai mare ca a oxigenului ($\gamma_{Ar} = 1$) [226] de aceea argonul are tendința de a se depune pe oglinda băii metalice.

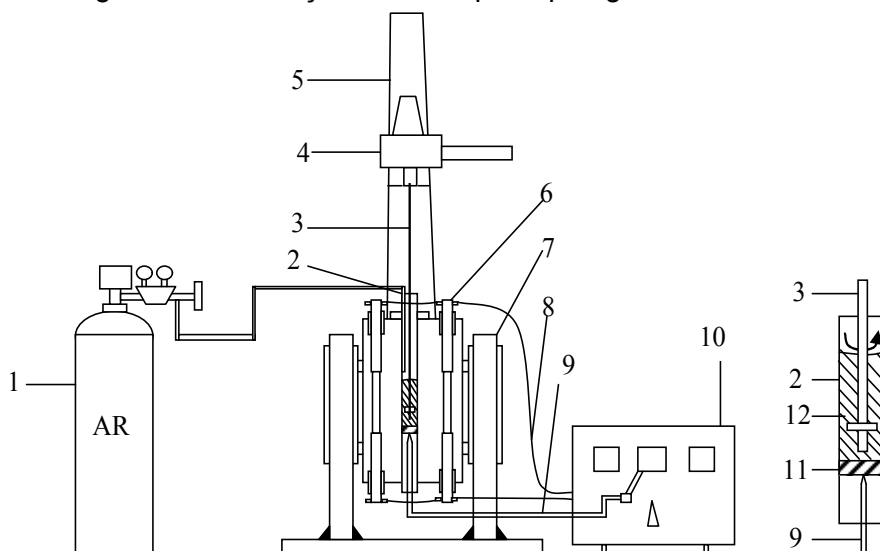


Figura 5.22. Schema instalației pentru determinarea vâscozității dinamice

1 – butelie de Argon cu reducție; 2 – tub din oțel inoxidabil; 3 – agitator (element de măsurare); 4 – vâscozimetru Brookfield; 5 – sistem de ridicare – coborâre vâscozimetru; 6 – elemente de încălzire (bara de silită); 7 – sistem de susținere cuptor; 8 – cabluri de alimentare a barelor de silită; 9 – termocuplu Cr – Al; 10 – transformator de alimentare; 11 – fund de grafit; 12 – metal semi-solid



Figura 5.23. Instalație pentru determinarea vâscozității dinamice aparente

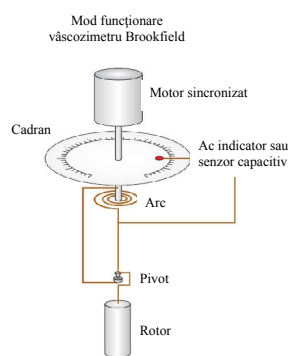


Figura 5.24. Reprezentare schematică a vâscozimetru Brookfield [227]

Tabel 5.8. Date constructive a incintei unde se fac măsurătorile vâscozității dinamice

Nr. crt.	Lungimea efectivă a tijei L	Raza tijei R _b	Raza container R _c	Raza la locația x
	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)
1	2	6.3	17.5	6.3

În tabelul 5.8. avem datele constructive ale incintei unde se fac măsurătorile vâscozității dinamice.

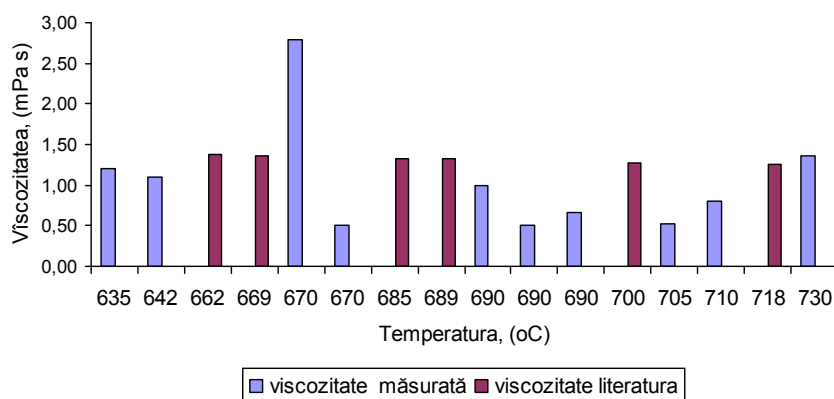


Figura 5.26. Variația vâscozității dinamice în funcție de temperatură [229]

În figura 5.26 se face compararea între valorile vâscozității determinate experimental și cu cele din literatură [229]. Se observă o bună concordanță a datelor, validându-se astfel rezultatele.

Efectul concentrațiilor mici ale particulelor solide în stare granulară este un indicator cu privire la influența lor asupra vâscozității dinamice.

Tendința general acceptată în momentul introducerii de material în stare solidă granulară în matricea materialului compozit este de creștere a vâscozității, dar pot fi situații în care, la concentrații mici datorită unui „efect de rulment”, zone cu frecare internă mai redusă, mediu lichid și materialul sub formă granulară, scăderea vâscozității să nu fie semnificativă.

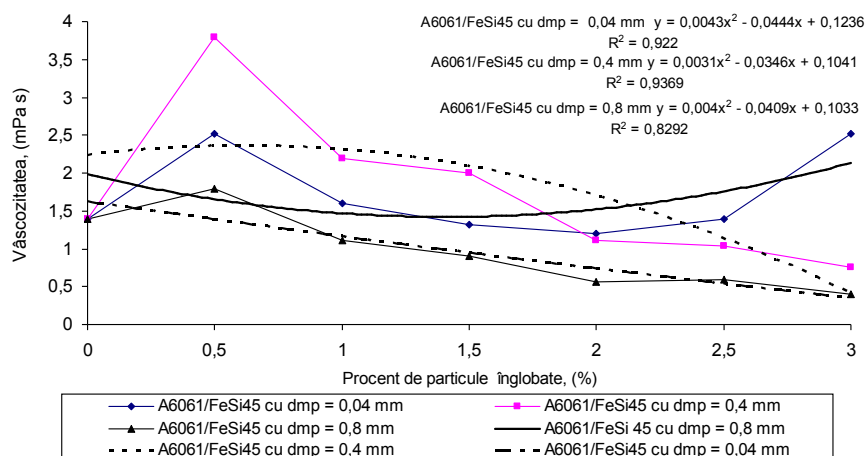


Figura 5.31. Variația vâscozității dinamice pentru cele trei dimensiuni de particule din sistemul A6061/FeSi45, la $T = 730^\circ C$

Pentru sistemul A6061/FeSi45 analizând datele din tabelul 5.11 și figurile 5.27 – 5.31 se observă o ușoară tendință de creștere a vâscozității dinamice pentru toate topiturile de aliaj de aluminiu cu materialele solide în stare granulară (0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm) de FeSi45.

Pe baza rezultatelor obținute s-au determinat funcțiile de regresie liniară:

Pentru A6061/FeSi45 $d_{mp} = 0,04$ mm $y = 0,0043x^2 - 0,0444x + 0,1236$, $R^2 = 0,922$

Pentru A6061/FeSi45 $d_{mp} = 0,4$ mm $y = 0,0031x^2 - 0,0346x + 0,1041$, $R^2 = 0,9369$

Pentru A6061/FeSi45 $d_{mp} = 0,8$ mm $y = 0,004x^2 - 0,0409x + 0,1033$, $R^2 = 0,8292$

Din figura 5.31 rezultă că influența granulației materialului în stare solidă pentru concentrații reduse, asupra vâscozității, este crescătoare cu dimensiunea particulelor granulare, de la 0,8 mm la 0,04 mm.

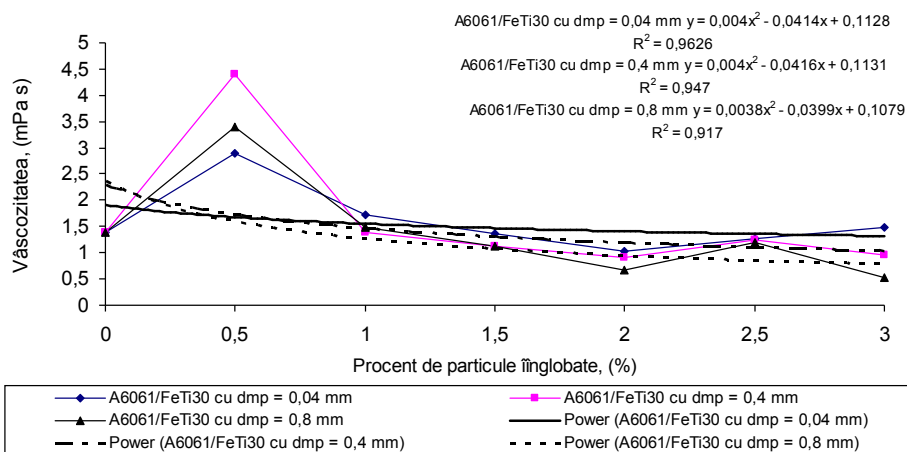


Figura 5.36. Variația vâscozității dinamice pentru cele trei dimensiuni de particule din sistemul A6061/FeTi30, la $T = 730^\circ C$

Pentru sistemul A6061/FeTi30, analizând date din tabelul 5.12 și figurile 5.32 – 5.36, se observă o tendință de creștere ușoară, a vâscozității dinamice pentru toate materialele granulare (0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm) de FeTi30.

Pe baza măsurătorilor s-au determinat funcțiile de regresie liniară:

Pentru A6061/FeTi30, $d_{mp} = 0,04$ mm $y = 0,004x^2 - 0,0414x + 0,1128$, $R^2 = 0,9626$

Pentru A6061/FeTi30, $d_{mp} = 0,4$ mm $y = 0,004x^2 - 0,0416x + 0,1131$, $R^2 = 0,947$

Pentru A6061/FeTi30, $d_{mp} = 0,8$ mm $y = 0,0038x^2 - 0,0399x + 0,1079$, $R^2 = 0,917$

Din figura 5.36. rezultă că influența granulației materialului în stare solidă (pentru concentrații reduse) asupra vâscozității este crescătoare de la granulația 0,8 mm la 0,04 mm.

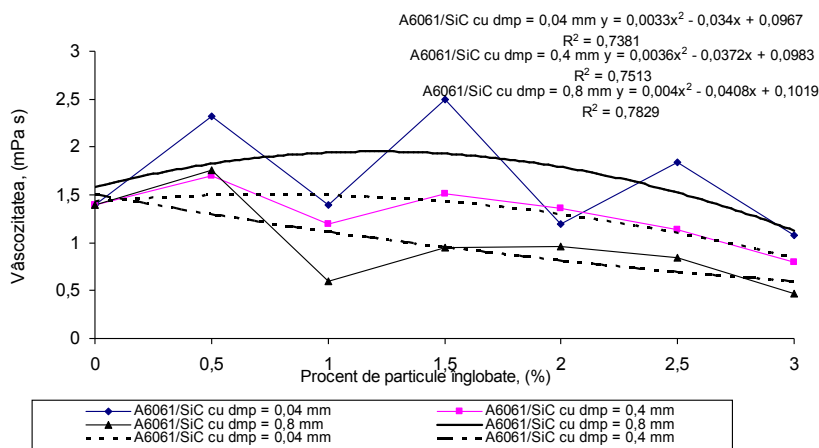


Figura 5.41. Variația vâscozității dinamice pentru cele trei dimensiuni de particule din sistemul A6061/SiC, la T = 730°C

Pentru sistemul A6061/SiC, analizând datele din din tabelul 5.13 și figurile 5.37 – 5.41 se observă o tendință de ușoară creștere a vâscozității dinamice pentru toate materialele granulare (0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm) de SiC.

Pe baza măsurătorilor s-au determinat funcțiile de regresie liniară:

Pentru A6061/SiC, $d_{mp} = 0,04$ mm $y = 0,0033x^2 - 0,034x + 0,0967$, $R^2 = 0,7381$

Pentru A6061/SiC, $d_{mp} = 0,4$ mm $y = 0,0036x^2 - 0,0372x + 0,0983$, $R^2 = 0,7513$

Pentru A6061/SiC, $d_{mp} = 0,8$ mm $y = 0,004x^2 - 0,0408x + 0,1019$, $R^2 = 0,7829$

Figura 5.41 arată că influența granulației materialului în stare solidă (pentru concentrații reduse) asupra vâscozității este crescătoare de la granulația 0,8 mm la 0,04 mm.

5.8.1. Concluzii parțiale cu privire la determinarea vâscozității dinamice pentru sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC

1. Vâscozitatea dinamică influențează semnificativ randamentul de înglobare. Cu cât vâscozitatea este mai redusă, cu atât sunt create condițiile hidrodinamice pentru ca particulele granulare să se deplaseze în topitura metalică și să fie înglobate. De asemenea, vâscozitatea dinamică crește la anumite dimensiuni medii ale particulelor și concentrații ale acestora ceea ce influențează negativ randamentul de înglobare al lor.

2. Pentru a putea caracteriza materialul compozit din punct de vedere al vâscozității dinamice s-a proiectat și realizat o instalație folosind metoda bulbului rotativ (Searle).

3. Instalația folosește vâscozimetrul Brookfield pentru care s-a adaptat un sistem termic alcătuit din creuzet în care se introduce topitura metalică a cărei vâscozitate trebuie determinată. De asemenea, deasupra topiturii metalice s-a introdus gaz inert (argon) cu rol de protecție a suprafeței băii și de reducere a grosimii peliculei de Al₂O₃. Echipamentul conține subsisteme de reglare a temperaturii la valori constante pentru a permite determinarea cât mai precisă a vâscozității.

4. O serie de factori influențează semnificativ vâscozitatea dinamică iar dintre aceștia amintim: frecarea internă dintre straturile de aliaj lichid, rugozitatea pereților creuzetului, variația temperaturii din interiorul creuzetului (de la pereți spre centrul creuzetului), frecarea internă dintre straturile de lichid și particulele granulare precum și numărul de particule introduse și distribuția uniformă a acestora.

5. Calibrarea aparatului de măsurare s-a făcut prin două metode: folosind glicerina cu concentrație 99,5% la temperatură cunoscută și măsurând vâscozitatea dinamică a aliajului de aluminiu (A6061) care a fost comparată cu datele din literatură. Rezultatele arată o bună concordanță cu datele publicate deja, rezultând validarea lor.

6. Determinarea vâscozității dinamice este importantă la obținerea materialelor compozite prin metoda Stir Casting Vortex deoarece particulele granulare se introduc porționat în cantități reduse pentru a fi asimilate în matrice.

7. S-au efectuat cercetări prin introducerea unor procente de masă reduse 0 – 3% de

particule de FeSi45, FeTi30 și SiC pentru a analiza influența proprietăților particulelor asupra vâscozității dinamice a topiturii metalice. Pentru sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC, se observă că vâscozitatea dinamică crește odată cu scăderea diametrului mediu al particulelor (de la $d_{mp} = 0,8$ mm la 0,04 mm).

CAPITOLUL 6 CONCLUZII GENERALE, CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI NOI DIRECȚII DE CERCETARE

6.1. Concluzii generale

1. Datorită faptului că în metalurgia extractivă, la elaborarea oțelurilor nu se prevede sortarea pe clase granulometrice ci doar excluderea folosirii în procesele de aliere sau dezoxidare a particulelor granulare de feroaliaje cum ar fi FeSi45, FeTi30 sau a carburii de siliciu SiC, cu diametre medii sub dimensiunile standard (sub 3 mm), care devin în acest fel deșeuri și poluează mediul, se impun cercetări pentru valorificarea eficientă a acestor particule greu fuzibile sub o alta formă, cum ar fi materialele compozite cu matrice metalică și astfel de particule aflate în stare granulară.

2. Cercetările experimentale prezentate în această lucrare au avut drept scop obținerea și caracterizarea materialelor compozite cu matrice metalică din aliaj de aluminiu și particule greu fuzibile disperse de FeSi45, FeTi30 și SiC prin turnare, utilizând o metodă cunoscută, și anume, metoda Stir Casting Vortex (SCV) și o metodă nouă de amestecare mecanică, respectiv amestecarea cu ajutorul vibrațiilor.

3. O parte din aparatura și instalațiile necesare realizării experimentelor și analizelor, au fost proiectate și realizate în cadrul temei tezei de doctorat și au fost utilizate instalațiile și aparatele existente în laboratoarele Universității „Dunărea de Jos” din Galați, în special cele de la Facultatea de Inginerie, precum și aparatura de la ICECHIM S.A. București pentru analizele termice.

4. Dezvoltarea cercetărilor experimentale pentru stabilirea condițiilor de obținere a materialelor compozite cu utilitate tehnologică pentru care randamentul de înglobare a particulelor solide granulare să fie ridicat iar distribuția lor să fie cât mai bună, a avut la bază sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC, iar tehnologiile de elaborare s-au bazat pe metoda vibrării uniaxiale pe verticală folosind procedeul sandwich. Aceasta metodă constă în înglobarea unei cantități de particule granulare între două calupuri de aliaj de aluminiu A6061. Procedeul și-a dovedit valabilitatea prin înglobarea de până la 97% pentru FeSi45, de până la 100% pentru FeTi30 și până la 99,64% pentru SiC, în funcție de granulația particulelor precum și amplitudinea și frecvența oscilațiilor. S-a studiat și posibilitatea folosiri metodei Stir Casting Vortex la aceleași tipuri de compozite cu matrice aliaj de aluminiu și particule granulare, dar s-au obținut randamente de înglobare satisfăcătoare, respectiv valori între 30 ÷ 40%.

5. Dintre toate clasele granulometrice analizate, de interes pentru prezenta temă de cercetare sunt fracțiile cu diametrul mediu al particulelor 0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm pentru FeSi45, FeTi30 și SiC.

6. S-a determinat compoziția chimică a materialelor solide în stare granulară de FeSi45, FeTi30 și SiC pentru a aprecia influența unor elemente din compoziția chimică a lor asupra matricei metalice (aliaj de aluminiu A6061) la temperatura de elaborare a compozitelor care poate influența înglobarea particulelor în această matrice metalică, precum și distribuția lor în materialul solidificat.

7. S-au determinat suprafața și volumul particulelor, numărul de particule pe gram și lungimea canalului ce trebuie ocupat de aliajul lichid în scopul aprecierii randamentului de infiltrare a aliajului de aluminiu printre particulele granulare.

8. A fost proiectată și realizată de către autorul tezei instalația de obținere a materialelor compozite prin metoda Stir Casting Vortex, ce se bazează pe amestecarea mecanică a aliajului de aluminiu topit și introducerea porționată de particule granulare greu fuzibile în vortexul creat de amestecător. Forma elicei amestecătorului și viteza de rotație favorizează semnificativ randamentul de înglobare prin crearea vârtejului în zona centrală a creuzetului.

9. Influența parametrilor procesului de obținere au scos în evidență că este de preferat un timp de amestecare cât mai îndelungat pentru a facilita particulelor o dispersie cât mai bună în topitură, deci pentru a se realiza un randament de înglobare corespunzător, astfel că s-au testat trei timpi de elaborare: 10 min pentru A6061/FeSi45, 30 min pentru

A6061/FeTi30 și 15 min pentru A6061/SiC. Pentru temperatura de obținere s-a stabilit o temperatură aproximativ de 700°C. În cazul vitezei de rotație s-au testat trei viteze de rotație 150, 170 și 420 rpm observându-se că viteza de rotație cea mai ridicată de 420 rpm creează condițiile cele mai potrivite pentru o înglobare bună.

10. Determinarea compoziției chimice prin metoda XRF arată că se produce o variație semnificativă a compoziției chimice a compozitelor în funcție de aria suprafeței pe care se realizează analiza și funcție de numărul de particule granulare prezente (pe o suprafață de 10 mm²). Compoziția chimică determinată prin metoda EDX pe suprafața particulelor, la interfața particulă/matrice și în zona matricei metalice arată o variație a compoziției chimice datorită proceselor fizico-chimice care au loc la obținerea prin amestecare mecanică și a difuziei localizate în jurul particulelor unde se formează compuși intermetalici sau chimici cum ar fi FeAl₃ pentru sistemul A6061/FeSi45, FeAl₃, TiAl₃ pentru A6061/FeTi30 și Al₄C₃ pentru A6061/SiC.

11. Microstructurile probelor de compozite obținute prin metoda Stir Casting Vortex prezintă aspecte care depind de distribuția particulelor în matricea metalică, de starea particulelor granulare, de condițiile de obținere (temperatură, viteză de rotație, timp) sau de aglomerarea lor cu consecințe negative deoarece pe suprafața lor se poate afla o cantitate ridicată de gaze adsorbite ce pot diminua efectul pozitiv al dezoxidării complexe prin creșterea concentrației de hidrogen în oțelul elaborat. Pentru ca materialul compozit să fie eficient în procesul de dezoxidare, la interfața matrice metalică/particule granulare nu este dorit să se formeze faze intermediare noi cu comportament diferit în procesul de dezoxidare și aliere, deoarece dezoxidarea complexă a oțelurilor se face cu aluminiu, siliciu, titan și nu cu compuși chimici sau intermetalici formați.

12. Procesul de obținere al materialelor compozite prin metoda Stir Casting Vortex trebuie să fie dirijat astfel: amestecare rapidă pentru a evita formarea unei cantități mari de compuși intermetalici și segregarea pronunțată pe înălțime a materialului compozit solidificat.

13. Metoda de elaborare a materialelor compozite, cu folosirea metodei de amestecare mecanică a băii metalice cu particule greu fuzibile prin vibrație, prezintă unele avantaje față de metoda Stir Casting Vortex, și poate fi recomandată pentru teste la nivel de microproducție.

14. Tehnologia de obținere a materialelor compozite prin metoda de amestecare mecanică cu ajutorul vibrațiilor se bazează pe aranjarea în straturi suprapuse (tip sandwich) a două calupuri de aliaj de aluminiu A6061 și particule granulare de FeSi45, FeTi30 și SiC cu diametrul mediu 0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm aduse la temperatura de elaborare (730°C) și vibrate uniaxial cu amplitudine și frecvență cunoscute, un timp determinat.

15. Pentru studiul randamentului de înglobare a particulelor granulare precum și a proprietăților chimice, mecanice și structurale ale materialelor compozite elaborate prin aceasta metodă, a fost proiectată și realizată o instalație care a permis studiul proceselor fizico-chimice de la elaborarea compozitelor. Instalația cuprinde un sistem compus dintr-o masă vibrantă, un sistem de încălzire și un creuzet în care se realizează materialul compozit, creuzet care poate fi vibrat uniaxial pe verticală.

16. Pentru compozitele care au la bază sistemul A6061/FeTi30 s-a constatat că randamentul de înglobare este favorizat în cazul particulelor mari cu $d_{mp} = 0,8$ mm atunci când amplitudinea și frecvența sunt mari în comparație cu particulele cu $d_{mp} = 0,4$ mm, când s-a constatat că la amplitudini mari și frecvențe mai mici ale vibrațiilor, randamentele au fost foarte mari. Acest lucru se explică prin faptul că, prin scăderea d_{mp} a scăzut densitatea aparentă a particulelor granulare, ceea ce poate explica menținerea un timp mai îndelungat a particulelor fără ca să aibă loc o decantare a lor, deci se creează condiții de infiltrare a aliajului de aluminiu printre particulele solide.

17. Pentru particulele foarte mici de FeTi30 ($d_{mp} = 0,04$ mm) randamentele de înglobare au fost mai mici decât pentru particulele de 0,8 mm și 0,4 mm, ca urmare a faptului că la granulație foarte fină suprafața specifică de contact a crescut foarte mult, ceea ce a dus la o creștere a tendinței de aglomerare a particulelor, astfel ca pentru cantități mari de particule se realizează aglomerarea lor și au tendință de separare în zgură.

18. Pentru compozitele de tipul A6061/SiC obținute prin metoda cu vibrații, când diametrele medii ale particulei au fost de 0,8 mm randamentele de înglobare au fost mai ridicate ajungând până la valori de 99,64%, în cazul amplitudinilor și frecvențelor mai mici a vibrațiilor, în timp ce pentru particulele cu $d_{mp} = 0,4$ mm, randamentele de înglobare au fost mai bune pe tot domeniul studiat.

19. La toate cele trei sisteme elaborate A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC pentru toate granulațiile: 0,8 mm, 0,4 mm și 0,04 mm au avut loc procese de difuzie limitată la interfață, puse în evidență, prin determinarea compoziției chimice în cele trei zone (matrice, interfață, particulă) observându-se, de exemplu, la aluminiu variația concentrației acestuia în zonele respective. De asemenea, la analiza chimică s-a observat variația concentrației oxigenului constatându-se o concentrație ridicată pe particulă (deci există o suprafață oxidată), și în matricea metalică, ca urmare a prezenței Al_2O_3 .

20. Distribuția elementelor chimice determinate prin metoda EDX a arătat pe baza tonurilor de culoare și zone cu concentrații ridicate din elementul chimic principal (aluminiu) pe particulă dar și pentru distribuția siliciului atât în matrice cât și pe particulă.

21. Analiza macrostructurală a prezentat o diversitate de situații, cum ar fi zone cu o dispersie omogenă, dar și zone cu particule decantate la partea inferioară a probei ca urmare a diferenței de densitate. S-a constatat prezența porilor atât în jurul particulelor cât și în volum probelor, urmare a unei insuficiente amestecări mecanice, care de obicei favorizează părăsirea topiturii. Se mai observă și formarea de zone cu concentrații ridicate de particule și zone fără particule, rezultat al unor amplitudini și frecvențe care au permis înglobarea particulelor dar nu s-a reușit dispersarea acestora. Analiza microscopică (optică și SEM) arată particule granulare înglobate, cu forme poligonale pentru FeSi45 și FeTi30 cu muchii rotunjite și forme alungite pentru SiC cu muchii ascuțite. De asemenea, se poate observa un domeniu extins de dimensiuni, posibil datorită sfărâmării mecanice produsă în timpul procesului de obținere.

22. Instalația de elaborare bazată pe amestecarea mecanică a băii metalice cu particule greu fuzibile prin inducerea vibrațiilor, prezintă avantaje superioare metodei Stir Casting Vortex și poate fi recomandată pentru teste la nivel de microproducție.

23. Prin realizarea analizelor DSC pentru sistemele corespunzătoare materialelor compozite studiate în lucrare s-a urmărit determinarea a mai multor parametri de proces: temperaturile de început de transformare, sfârșit de transformare, temperatura picurilor, entalpia liberă (ΔH), și cristalinitatea.

24. Determinarea microdureții Vickers este o metodă utilă în evaluarea proprietăților mecanice în corelație cu microstructura materialului. Microdurețea Vickers a matricei de bază are valori specifice funcție de proprietățile și natura particulelor dispersate în matricea metalică și anume: pentru compozitul A6061/FeSi45 microdurețea este 94,1 MPa, pentru A6061/FeTi30 – 100,31 MPa, iar pentru A6061/SiC – 38,8 MPa. Aceste diferențe se datorează procesului de obținere a materialului compozit și a fenomenelor care au loc la interfața matrice - particule. Matricea metalică (A6061) este un material ductil, moale iar în urma procesului de topire suprafața sa este acoperită adesea de oxidul Al_2O_3 care reprezintă o barieră fizico-mecanică.

25. Analiza de faze, realizată prin metoda cu difracție de raze X (analiza XRD), a pus în evidență fazele corespunzătoare compozitelor de tipul A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC.

26. Realizarea unor randamente ridicate de înglobare a particulelor granulare necesită cunoașterea valorilor tensiunii superficiale și a unghiurilor de contact în sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC. Astfel, acestea au fost determinate prin utilizarea metodei picăturii așezate pe plăcuță „sessile drop” în atmosferă normală și în condițiile unui vid preliminar. Pentru aceasta s-a proiectat și realizat o instalație experimentală proprie.

27. Instalația experimentală a fost proiectată de autorul tezei de doctorat și are la baza principiile lui Kingery și Humenik, și este alcătuită dintr-o incintă vidată, o masă termică încălzită indirect și pe care se așează feroaliajul, iar pe acesta se formează picătura dintr-o masă de aliaj de aluminiu care se va topi. Dispozitivul experimental este completat cu sisteme optice de vizualizare și fotografiere pentru a permite determinarea tensiunii superficiale folosind formula lui Laplace și tabelele lui Adams și Bashforth. Sistemul experimental are următoarele subsisteme importante: sisteme pentru reglarea temperaturii, reglarea vidului (releu de vid), sistem de captură a imaginii și calculator pentru editarea și interpretarea unghiului de contact precum și a dimensiunii picăturii.

28. Vâscozitatea dinamică influențează semnificativ randamentul de înglobare. Cu cât vâscozitatea este mai redusă, cu atât sunt create condițiile hidrodinamice pentru ca particulele granulare să se deplaseze în lichid și să fie înglobate. De asemenea, vâscozitatea dinamică crește la anumite dimensiuni și concentrații de particule în topitură ceea ce influențează negativ înglobarea lor.

29. Pentru a putea caracteriza materialul compozit din punct de vedere al vâscozității dinamice s-a proiectat o instalație folosind metoda bulbului rotativ (Searle).

30. Principalii factori care controlează proprietățile materialelor metalice compozite obținute folosind tehnologiile de elaborare aplicate, includ: distribuția cât mai uniformă a particulelor solide în stare granulară, procesul de umectare a materialului granular de adaos de către matricea metalică, reactivitatea chimică la interfața material de adaos/matrice și conținutul de porozități rezultate în urma procesului de obținere.

31. Analiza și caracterizarea materialelor compozite s-a axat pe determinarea proprietăților fizico – chimice, structurale și mecanice ale materialelor solide prin diferite metode, cum ar fi: analize SEM, EDX, XRF, DSC, XRD, microdurețea HV. Pentru compozitele în stare lichidă s-au determinat tensiunea superficială și vâscozitatea dinamică, deoarece s-a avut în vedere corelarea acestora cu rezultatele experimentale privind macrostructura și microstructura probelor de compozite, cu cele rezultate ca urmare a realizării analizelor chimice, structurale și termice.

6.2. Contribuții originale

Prezenta lucrare este rezultatul activităților diverse pe care autorul le-a desfășurat în decursul stagiilor de pregătire, de realizare a cercetărilor și de interpretare a rezultatelor obținute. Majoritatea datelor prezentate pe parcursul lucrării fac parte din categoria contribuțiilor personale ale autorului, cum ar fi:

1. Realizarea studiului bibliografic prezentat în special în primul capitol;

2. Identificarea problemei de cercetare apărută în practica de la elaborarea oțelurilor și dezvoltarea de soluții eficiente. S-a analizat problema generată de sfărâmarea feroaliajelor și necesitatea rezolvării acesteia prin înglobarea particulelor mici într-o matrice metalică de aliaj de aluminiu A6061, obținându-se materiale compozite cu destinație tehnologică, ceea ce ar avea drept consecințe valorificarea într-o proporție ridicată a feroaliajelor FeSi45 și FeTi30, precum și a carburii de siliciu (SiC), aflate în stare granulară și care constituie materiale refozibile ce trebuie depozitate cu costuri ridicate, sau sunt folosite ineficient în procesul de elaborare a oțelurilor.

3. Dezvoltarea cercetărilor experimentale pentru stabilirea tehnologiilor de obținere a materialelor compozite cu utilitate tehnologică (pentru dezoxidarea oțelurilor) care să conducă la randamente ridicate de înglobare a particulelor granulare pentru sisteme care nu au fost prezentate în literatura de specialitate:

- S-au elaborat materiale compozite care au la baza sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30, A6061/SiC, prin metoda vibrării uniaxiale pe verticală folosind procedeul sandwich, care constă în înglobarea unei cantități de particule granulare între două calupuri de aluminiu A6061. Metoda propusă, necesită amestecare mecanică și răcire controlată pentru a se evita formarea de compuși chimici și intermetalici, efect nedorit, deoarece se

preconizează ca materialele compozite să fie folosite la dezoxidarea combinată și alierea oțelurilor;

- S-a confirmat posibilitatea folosirii a metodei Stir Casting Vortex la toate sistemele de compozite elaborate, dar pentru randamente de înglobare satisfăcătoare (valori între 30 ÷ 40%).

4. Obținerea și interpretarea datelor privind materialele compozite elaborate, au confirmat posibilitatea reciclării și valorificării superioare a unor particule granulare standard de feroaliaje și carbura de siliciu cu diametre medii sub 3,5 mm în procesul de dezoxidare și aliere a oțelurilor. Folosind aceste compozite se introduce de fapt în baia metalică o cantitate de aluminiu, cantitate care se va scădea din cea necesară procesului de dezoxidare, iar materialele greu fuzibile aflate în stare granulară vor contribui la dezoxidarea avansată a oțelurilor. Obținerea unor astfel de materiale compozite pentru care s-a realizat cercetarea în cadrul tezei de doctorat se poate realiza în imediata apropiere a liniei tehnologice de elaborare a oțelurilor.

5. Proiectarea și realizarea de echipamente, instalații utilizate în vederea obținerii și studierii unor proprietăți ale materialelor compozite aflate în stare solidă sau lichidă, s-a axat pe următoarele direcții:

- Sistemul experimental pentru realizarea materialelor compozite de tip A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC prin metoda Stir Casting Vortex s-a bazat pe echipamentul de elaborare și pe subsistemele de control și automatizare proiectate și realizate integral pentru dezvoltarea cercetărilor experimentale. Echipamentele de control și automatizare cuprind: sistemul de măsurare a turației, sistemul de reglare a temperaturii și testare a mai multor modele de agitatoare. Instalația Stir Casting Vortex proiectată și realizată a condus la rezultate bune în timpul cercetărilor experimentale.

- S-a proiectat la o tehnologie nouă, și echipamentul corespunzător pentru elaborarea unor compozite care au la bază sistemele A6061/FeSi45, A6061/FeTi30 și A6061/SiC. Instalația care a permis studiul proceselor fizico-chimice de la elaborarea compozitelor cuprinde un sistem de masă vibrantă (prezentat pe larg la capitolul 4), un sistem de încălzire și un creuzet în care se realizează materialul compozit, și care poate fi vibrat uniaxial pe verticală. Masa vibrantă permite realizarea de frecvențe între 0 ÷ 80 Hz și amplitudini de 0 ÷ 5 mm, în condițiile în care masa care oscilează este de maxim 20 kg. Echipamentul este semiautomatizat cu sisteme de temporizare, sisteme de reglare automată a temperaturii, măsurare a frecvenței de vibrație și a amplitudinii oscilației. Aceste caracteristici au permis să se realizeze planul experimental propus;

6. Cercetări experimentale privind comportarea particulelor granulare (feroaliaje sau carbura de siliciu) în procesul de elaborare a unui compozit de tip matrice metalică – particule granulare, au fost corelate cu rezultatele analizelor privind variația tensiunii superficiale în sistemele eterogene respective. S-a proiectat și realizat un dispozitiv experimental pe baza principiilor lui Kingery și Humenik, care constă într-o incintă vidată și un suport încălzit indirect, pe care se așează o cantitate de aliaj de aluminiu prin topirea căreia se realizează picătura de aliaj pentru studiu. Dispozitivul experimental este completat cu sisteme optice de vizualizare și fotografiere pentru a permite determinarea ulterioară folosind formula lui Laplace și tabelele lui Adams și Bashforth a tensiunii superficiale. Instalația experimentală are mai multe subsisteme importante care permit reglarea temperaturii, reglarea vidului, captarea imaginii picăturii și un calculator pentru editarea și interpretarea unghiului de contact precum și a dimensiunilor picăturii.

7. Determinarea vâscozității topiturii metalice în funcție de timp s-a bazat pe metoda bulbului rotativ (Searle). A fost proiectat și realizat un echipament experimental care folosește vâscozimetru Brookfield pentru care s-a adaptat un sistem termic alcătuit din creuzetul în care se introduce topitura metalică a cărei vâscozitate trebuie determinată. De asemenea, deasupra topiturii metalice s-a introdus gaz inert (argon) cu rol de protecție a suprafeței băii și de reducere a grosimii peliculei de Al_2O_3 . Aliajul metalic care a reprezentat matricea metalică a materialelor compozite elaborate și investigate s-a topit și s-a menținut

la temperaturi cuprinse între $660 \div 750^{\circ}\text{C}$. Echipamentul conține subsisteme de reglare a temperaturii la valori constante, și a permis determinarea cât mai precisă a vâscozității.

8. Obținerea și caracterizarea materialelor compozite s-a axat pe determinarea proprietăților fizico – chimice, structurale și mecanice ale materialelor solide folosite la elaborare sau rezultate în urma solidificării topiturii metalice, studii efectuate prin diferite metode, cum ar fi: analize SEM, EDX, XRF, DSC, XRD, microduritatea HV. Pentru compozitele în stare lichidă s-au determinat tensiunea superficială, vâscozitatea dinamică, deoarece s-a avut în vedere corelarea și interpretarea rezultatelor privind macrostructura și microstructura probelor de compozite cu datele rezultate ca urmare a analizelor chimice pe arii reduse (analiza EDX) și arii extinse (analiza XRF), cu cele privind fenomenele termice ce însoțesc transformările structurale la interfață (analiza DSC), creșterea microdurității la interfața particulă/matrice și apariția noilor faze reprezentate de compuși intermetalici sau chimici, cum ar fi: FeAl_3 , TiAl_3 , Al_4C_3 .

6.3. Direcții viitoare de cercetare

Continuarea cercetărilor în scopul aprofundării problematicii obținerii materialelor compozite cu matrice metalică și particule granulare:

1. Obținerea și caracterizarea altor materiale compozite cu matrice metalică și particule granulare;
2. Extinderea domeniului de utilizare a particulelor granulare corespunzătoare unor fracții granulometrice nanometrice, în vederea obținerii de compozite nanostructurate;
3. Dezvoltarea altor tehnologii de obținere a materialelor compozite cu matrice metalică, cum ar fi metoda magnetohidrodinamică;
4. Perfecționarea instalației Stir Casting Vortex prin asigurarea mediului inert deasupra băii metalice pentru reducerea presiunii parțiale a oxigenului și implicit reducerea grosimii peliculei de Al_2O_3 ;
5. Perfecționarea modalității de introducere a particulelor granulare prin folosirea mai multor lănci de injectare utilizând gaz purtător inert (argon), la metoda Stir Casting Vortex;
6. Studiarea eficientizării din punct de vedere economic a tehnologiei de obținere a unor materiale compozite cu utilitate tehnologică prin metoda de amestecare mecanică cu vibrații, măbind raportul procentual particule greu fuzibile/matrice metalică, coroborat cu mărirea frecvenței și amplitudinii vibrațiilor.

Listă de lucrări

Lucrări ISI

[1] **Vasile BASLIU**, Maria Vlad, Gelu Movileanu, *Composites with technological role by embedding granular particles of FeTi30 into a metallic matrix*. Journal of Science and Arts – acceptat la publicare în numărul 4(37) din 2016.

Lucrări ISI proceedings

[1] **Vasile BASLIU**, Maria Vlad, Gelu Movileanu, *Obtaining composite materials with technological role by incorporating granular particles in metal matrix*. 7th Conference on Material Science & Engineering – UGALMAT 2016, mai 19 – 21, 2016 – acceptat la publicare.

Lucrări BDI

[1] **Vasile BASLIU**, Ionut CONSTANTIN, Gina Genoveva ISTRATE, Ionel PETREA, *Melting-casting plant using vibrating of melts in order to obtain composite with technological utility*, The Annals of “Dunarea de Jos” University of Galati, Fascicle IX Faculty of Metallurgy, Materials Science and Environment, martie 2010, nr.1, p. 68 – 74, ISSN 1453-083X

[2] **Vasile BASLIU**, Florentina POTECAȘU, *Research regarding the obtaining of some composite materials with metallic matrix from aluminium and FeTi (32% Ti) refractory particles*, The Annals of “Dunarea de Jos” University of Galati, Fascicle IX. Metallurgy and Materials Science, may 2011, nr. 1, p. 57 - 61, ISSN 1453 – 083X

[3] **Vasile BASLIU**, Gina Genoveva ISTRATE, *Design of an installation for determine surface tension with sessile drop method and its use for characterization metal matrix composite systems with hard particles fuse*, The Annals of “Dunarea de Jos” University of Galati, Fascicle IX. Metallurgy and Materials Science, Special issue, mai 2012, p. 198 – 203, ISSN 1453 – 083X

Lucrări publicate în volumele unor conferințe internaționale

[1] **Vasile BASLIU**, *Researches regarding the obtaining of some composite materials with metallic matrix obtained through casting*, International Conference ARTCAST 2010, the 5th edition 14 – 15 mai, Galați, România, p. 280 - 283

[2] **Vasile BASLIU**, *Development of a new installation of elaboration-casting in order to obtain composite materials with metallic matrix*, International Conference ARTCAST 2010, the 5th edition, 14 – 15 mai, Galați, România, p. 375 – 379

Lucrări comunicate (prezentare orală la Conferințe naționale)

[1] **Vasile Bașliu**, Maria Vlad, Tamara Radu, *Metode alternative și utilizarea lor la recuperarea/reutilizarea deșeurilor în stare granulară de FeSi cu 45%Si prin înglobarea lor într-un material compozit de utilitate tehnologică în sistemul A6061/FeSi45*, Workshop organizat Centrul de Cercetare Calitatea Materialelor și a Mediului de la Universitatea Dunărea de Jos din Galați, "Managementul deșeurilor și al poluanților industriali", 22.06.2016

[2] **Vasile Bașliu**, Maria Vlad, Florentina Potecașu, *Obținerea materialelor compozite de utilitate tehnologică A6061/FeTi30 prin reciclarea deșeurilor în stare granulară de feroaliaje FeTi cu 30%Ti*, Workshop organizat Centrul de Cercetare Calitatea Materialelor și a Mediului de la Universitatea Dunărea de Jos din Galați, "Managementul deșeurilor și al poluanților industriali", 22.06.2016

[3] **Vasile Başliu**, Maria Vlad, Lucica Balint, *Dezvoltarea unor soluții tehnologice alternative de înglobarea a materialelor în stare granulară de SiC (deșeu tehnologic) și utilizarea lor pentru obținerea materialelor compozite cu rol tehnologic din sistemul A6061/SiC*, Workshop organizat Centrul de Cercetare Calitatea Materialelor și a Mediului de la Universitatea Dunărea de Jos din Galați, "Managementul deșeurilor și al poluanților industriali", 22.06.2016

Lucrări comunicate (poster la Conferințe internaționale)

[1] **Vasile BASLIU**, *Research on obtaining aluminum metal matrix composites reinforced with hard particles fuse*, "Dunărea de Jos" University of Galați POSDRU/107/1.5/S/76822, The Second PhD Student Symposium, 13th - 14th December 2012

[2] **Vasile BAŞLIU**, Viorica MUŞAT, Simona POP, Constantin GHEORGHIŢEŞ, *Thermal analysis of some materials used for preparation of aluminium based composite with hardly fusible dispersed phases*, UGALNano3, Scientific Conference of Doctoral Schools from "Dunărea de Jos" University of Galati, 16 - 17 May 2013

[3] **Vasile BAŞLIU**, Maria VLAD, *Research regarding the obtain of composite materials with metallic matrix based on aluminum alloy A6061 and heavy fusible particles FeSi45*, THE INTERNATIONAL CONFERENCE OF YOUNG RESEARCHERS TEME Third Edition, Galați, 21 - 23 Octombrie 2015

[4] **Vasile BAŞLIU**, VLAD Maria, MOVILEANU Gelu, *Possibilities of obtaining composite materials with technological role by incorporating granular particles in metal matrix*, 7th Conference on the material science & engineering, UGALMAT, mai 19 – 21, 2016, Galați, România

[5] **Vasile BAŞLIU**, Maria VLAD, Gelu MOVILEANU, *Composites with technological role by embedding FeTi30 particle into a metallic matrix*, Conference of Doctoral Schools from "Dunărea de Jos" University of Galati, 4th Edition - Galați, 2 – 3 iunie, 2016.

Bibliografie selectivă

1. Chou, T. W., *Microstructural Design of Fibre Composites*, United Kingdom: Cambridge University Press, 1992
2. Ishikawa, T. și Chou, T. W. ș.a., *Stiffness and Strength Properties of Woven Fabric Composites*, Journal of Materials Science, 1982, Vol. 17, p.3211-3220
35. O'Donnell, G., *Process Optimisation and Numerical Modeling of Powder Metallurgical Aluminium Matrix Composites*, Dublin City University, Ireland, 1999, Vol. PhD Thesis
44. Rosso, M. ș.a., *Ceramic and metal matrix composites: Routes and properties*, Journal of Materials Processing Technology, (175), 2006, Vol. 175, p.364 - 375
51. Ghosh, P. K. și Ray, S. ș.a., *Fabrication and Properties of Compocast Aluminium-Alumina Particulate Composite*, Indian Journal of Technology, February 1988, Vol. 26, p.83-94
186. Ursache, M. și Chirică, D., *Proprietățile metalelor*, E.D.P. București, 1982
187. Geru, M., *Teoria structurală a proprietăților metalelor*, E.D.P. București, 1980
188. Sofroni, L. ș.a., *Aplicații și probleme la cursul Bazele teoretice ale turnării*, Institutul Politehnic București, 1983
189. Ionuș, S. ș.a., *Probleme de geometrie și trigonometrie pt. clasele IX – X.*, E.D.P. București, 1984.
190. Lindeke, R., *Introduction in Material Science for Engineers, Course fall.*, University of Minnesota Duluth, 2010
191. Cincă, L., Cojocaru, M. și Goraș, G. *Metalurgia pulberilor. Îndrumar de laborator*, Institutul Politehnic București. Facultatea de Metalurgie, 1984
192. Mocanu, D. R. și Palfalvy, Attila, *Încercarea materialelor.*, Editura Tehnică București, 1982, (10), p. 319 - 350
193. ***, *Table 1 - Physical Properties of Alloy Addition Agents.* <http://amg-v.com/table1page.html>. [Interactiv] AMG Vanadium inc, 2011
206. Bașliu V., Constantin I., Istrate G. G., Petrea I., *Melting-casting plant using vibrating of melts in order to obtain composite with technological utility*, The Annals of "Dunarea de Jos" University of Galati, Fascicle IX Faculty of Metallurgy, Materials Science and Environment, martie 2010, nr.1, p. 68 – 74, ISSN 1453-083X
213. Batalu D., Coșmeleață G., Aloman A., *Critical analysis of the Ti-Al phase diagram.*, U.P.B. Sci. Bull. București, 2006, Series B, Vol.4, p. 68
216. Mirkin, L.I., *X-ray diffraction studies of materials*, Engineering, Moscow, 1979
217. Niță, P. S., *Tensiunea superficială în sisteme metalurgice și ingineria materialelor*, Editura Fundației Universitare "Dunărea de Jos" Galați, 2003
218. J.C. Adams și F. Bashforth, *An attempt to test the theories of capillary actions*, University Press, Cambridge, 1883
219. Humenik, M., Kingery, W. D., ș.a., *Surface tension. At elevated temperatures. I. Furnace and method for use of the sessile drop method; surface tension of silicon, iron and nickel*, 3, Journal of Physical Chemistry, 1953, Vol. 57, pp. 359–363
220. Bașliu V., Istrate G. G., *Design of an installation for determine surface tension with sessile drop method and its use for characterization metal matrix composite systems with hard particles fuse*, The Annals of "Dunarea de Jos" University of Galati, Fascicle IX. Metallurgy and Materials Science, Special issue, mai 2012, p. 198 – 203, ISSN 1453 – 083X221
222. Taylor, I. F. Bainbridge and Andrew J. ș.a., *The Surface Tension of Pure Aluminum and Aluminum Alloys*, Metallurgical and materials transactions A, august 2013, Vol. 44A
223. Dragomir I., *Teoria proceselor siderurgice*, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1985
224. Carcea I., *Teza de doctorat*, Universitatea Dunărea de Jos, Galați, 1994
226. ***, http://www.engineeringtoolbox.com/specific-gravities-gases-d_334.html, <http://www.engineeringtoolbox.com/> [Interactiv]
227. *Brookfield dial viscometer, Operating instructions*, Brookfield

- 233.** Thaw, C., ș.a., *Metal Matrix Composites For Microwave Packing Components*, Electron Packaging Product, 08, 1987, Vol. 27, p. 27 - 29
- 236.** Stefanescu, D. M., ș.a., *Behavior of Ceramic Particles at the Solid-Liquid Metal Interface*. Metal Matrix Composite, Casting Handbook (ASM), 1988, Vol. 15, 9th Edition, p.142 - 147
- 289.** Bașliu V., Potecasu F., *Research regarding the obtaining of some composite materials with metallic matrix from aluminium and FeTi (32% Ti) refractory particles*, The Annals of "Dunarea de Jos" University of Galati, Fascicle IX. Metallurgy and Materials Science, may 2011, nr. 1, p. 57 - 61, ISSN 1453 – 083X
- 290.** Bașliu V., *Researches regarding the obtaining of some composite materials with metallic matrix obtained through casting*, International Conference ARTCAST 2010, the 5th edition mai 14 – 15, Galați, România, p. 280 - 283
- 291.** Bașliu V., *Development of a new installation of elaboration-casting in order to obtain composite materials with metallic matrix*, International Conference ARTCAST 2010, the 5th edition, mai 14 – 15, Galați, România, p. 375 – 379
- 292.** Dobrescu, L., *Fenomene de suprafață la metale și aliaje.*, Ed. Academiei Republica Socialistă România, București, 1970
- 293.** Soporan V.F., Mărginean I., Dan V.,ș.a. *Modelarea matematică a proceselor care au loc la turnarea pieselor metalice*, Ed. Cas Cărții de Știință, Cluj-Napoca, 2010 (2008), p. 498, ISBN 978-973-133-059-4
- 294.** Mărginean I., Florea Gh., Chiriac Al., Florea B., *Oțeluri turnate în piese*, Ed. Europlus, Galați, 2010, p. 400, ISBN 978-606-8216-47-8
- 295.** Constantin I., *Introducere în termodinamica și cinetica proceselor metalurgice*, Ed. Printech, București, 2011, p. 368
- 296.** Constantin I., Taloi D., Vlăduțiu L., *Difuzia și transferul de masă în procesele metalurgice*, E.D.P., București, 2005
- 297.** Bașliu V., Vlad M., Movileanu G., *Composites with technological role by embedding granular particles of FeTi30 into a metallic matrix*. Journal of Science and Arts – acceptat la publicare în numărul 4(37) din 2016
- 299.** SR ISO 4490:2000



Curriculum vitae
Europass



Informații personale

Nume / Prenume **BAȘLIU Vasile**
Adresă(e) Str. Siderurgiștilor nr.35, Bl. SD3B ap.18 Cod 800245 Galați Romania
Telefon(oane) Mobil: 0744 327 463
Fax(uri)
E-mail(uri) vbasliu@ugal.ro; vasile_basliu@yahoo.com
Naționalitate(-tăți) Romană
Data nașterii 13.12.1978
Sex Masculin

**Locul de muncă vizat /
Domeniul ocupațional**

Asistent drd.ing.ec.

Experiența profesională

Perioada	Martie 2008 – prezent
Funcția sau postul ocupat	Asistent drd.ing.ec.
Activități și responsabilități principale	Lucrări de laborator la disciplinele: Metalurgia oțelului; Elaborarea oțelurilor speciale și tehnologii de rafinare; Elaborarea feroaliajelor uzuale; Proprietățile metalelor și metode fizice de control, Mașini și instalații pentru transportul, prelucrarea și valorificare deșeurilor.
Numele și adresa angajatorului	Universitatea Dunărea de Jos Strada Domneasca nr.47, 800008 Galați (România) Facultatea de Inginerie/ Catedra I.M.S.I.
Perioada	Octombrie 2002 – martie 2008
Activități și responsabilități principale	Lucrări de laborator la disciplinele: Metalurgia oțelului; Elaborarea oțelurilor speciale și tehnologii de rafinare; Elaborarea feroaliajelor uzuale;
Numele și adresa angajatorului	Universitatea Dunărea de Jos Strada Domneasca nr.47, 800008 Galați (România) Facultatea de Metalurgie, Știința Materialelor si a Mediului/ Catedra I.M.S.I.

Educație și formare

Perioada	1993 – 1997
Calificarea / diploma obținută	Diploma de Bacalaureat.
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Utilizarea calculatorului, Programarea calculatoarelor, Baze de date.
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Grup Scolar Industrial Metalurgic Galati

Bașliu Vasile - Curriculum Vitae

Nivelul în clasificarea națională sau internațională	
Perioada	Octombrie 1997 – Iunie 2002
Calificarea / diploma obținută	Inginer Diplomat
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Metalurgia oțelului, Metalurgia fontei
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos Galati, Facultatea de Metalurgie si Stiinta Materialelor Specializarea Ingineria Proceselor Siderurgice
Nivelul în clasificarea națională sau internațională	ISCED 4
Perioada	Octombrie 2000 – Iunie 2004
Calificarea / diploma obținută	Diploma licența/ Economist licențiat
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Economie, Finante
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos din Galati, Facultatea de Stiinte Economice Specializarea Finante si Asigurari
Nivelul în clasificarea națională sau internațională	ISCED 4
Perioada	Octombrie 2003 – Iunie 2005
Calificarea / diploma obținută	Diploma Masterat
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Procese și tehnologii performante de elaborare a oțelurilor Calitatea mediului
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos Galati, Facultatea de Metalurgie si Stiinta Materialelor Specializarea Procese si tehnologii performante pentru calitatea materialelor si a mediului in metalurgie
Nivelul în clasificarea națională sau internațională	ISCED 5
Perioada	2.10.2006 – 16.03.2008
Calificarea / diploma obținută	Studii postuniversitare de specializare
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Programare orientata obiect, baze de date, rețele de calculatoare
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos Galati, Facultatea de Știința Calculatoarelor Program de studii postuniversitare de specializare Informatica aplicata și programare
Nivelul în clasificarea națională sau internațională	
Perioada	2003- 2004
Calificarea / diploma obținută	Certificat de absolvire
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Psihologia educației, introducerea în pedagogie, didactica specialității, practica pedagogică
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos Galati, Departamentul pentru Pregătirea Personalului Didactic, Program de formare inițială a cadrelor didactice din învățământul secundar în regim de învățământ postuniversitar.
Nivelul în clasificarea națională sau internațională	
Perioada	10.2012 – 01.2013
Calificarea / diploma obținută	Certificat de absolvire
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Curs de formare continuă. Limba engleză. Nivel de competență B1

Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos Galati, Departamentul pentru Formare Continuă și Transfer Tehnologic																																				
Nivelul în clasificarea națională sau internațională																																					
Perioada	03.2013 – 05.2013																																				
Calificarea / diploma obținută	Certificat de absolvire																																				
Disciplinele principale studiate / competențe profesionale dobândite	Curs de formare continuă. Limba engleză. Nivel de competență B2																																				
Numele și tipul instituției de învățământ / furnizorului de formare	Universitatea Dunarea de Jos Galati, Departamentul pentru Formare Continuă și Transfer Tehnologic																																				
Nivelul în clasificarea națională sau internațională																																					
Aptitudini și competențe personale																																					
Limba(i) maternă(e)	Precizați limba(ile) maternă(e) (dacă este cazul specificați a doua limbă maternă, vezi instrucțiunile)																																				
Limba(i) străină(e) cunoscută(e)																																					
Autoevaluare																																					
Nivel european (*)																																					
Limba engleza																																					
Limba franceza																																					
	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Înțelegere</th> <th colspan="2">Vorbire</th> <th colspan="2">Scriere</th> </tr> <tr> <th colspan="2">Ascultare</th> <th colspan="2">Citire</th> <th colspan="2">Exprimare scrisă</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Utilizator independent</td> <td>Utilizator independent</td> <td>Participare la conversație</td> <td>Discurs oral</td> <td>Utilizator independent</td> <td>Utilizator independent</td> </tr> <tr> <td>B2</td> <td>B2</td> <td>B2</td> <td>B2</td> <td>B2</td> <td>B2</td> </tr> <tr> <td>Utilizator independent</td> <td>Utilizator independent</td> <td>Participare la conversație</td> <td>Discurs oral</td> <td>Utilizator independent</td> <td>Utilizator independent</td> </tr> <tr> <td>B1</td> <td>B1</td> <td>B1</td> <td>B1</td> <td>B1</td> <td>B1</td> </tr> </tbody> </table>	Înțelegere		Vorbire		Scriere		Ascultare		Citire		Exprimare scrisă		Utilizator independent	Utilizator independent	Participare la conversație	Discurs oral	Utilizator independent	Utilizator independent	B2	B2	B2	B2	B2	B2	Utilizator independent	Utilizator independent	Participare la conversație	Discurs oral	Utilizator independent	Utilizator independent	B1	B1	B1	B1	B1	B1
Înțelegere		Vorbire		Scriere																																	
Ascultare		Citire		Exprimare scrisă																																	
Utilizator independent	Utilizator independent	Participare la conversație	Discurs oral	Utilizator independent	Utilizator independent																																
B2	B2	B2	B2	B2	B2																																
Utilizator independent	Utilizator independent	Participare la conversație	Discurs oral	Utilizator independent	Utilizator independent																																
B1	B1	B1	B1	B1	B1																																
	(*) Nivelul Cadrului European Comun de Referință Pentru Limbi Străine																																				
Competențe și abilități sociale	Fire comunicativa; Creativitate																																				
Competențe și aptitudini tehnice	1997 Atestat Programator (analist)- ajutor operator in tehnica de calcul, acreditat de Ministerul Educației si Invatamantului																																				
Competențe și aptitudini de utilizare a calculatorului	Descrieți aceste competențe și indicați contextul în care au fost dobândite. (Rubrică facultativă, vezi instrucțiunile)																																				
Alte competențe și aptitudini	comunicarea,cercetare, studiu individual																																				
Permis(e) de conducere	Categoria B (din 08.1999)																																				
Informații suplimentare	2009 Curs perfectionare Radioprotectia la utilizarea instalatiilor radiologice 2009 Curs specializare (training) in lucru cu spectrometru Alpha Series produs de InnovX Systems 1-5 martie 2010 Curs de specializare program AVEVA 2014 Curs perfectionare Radioprotectia la utilizarea instalatiilor radiologice																																				