

# CERCETĂRI PRIVIND ELABORAREA OȚELURILOR ECOLOGICE SINTERIZATE SLAB ALIATE PE BAZĂ DE PULBERI NANOSTRUCTURATE

## REZUMAT TEZA DE DOCTORAT

Rezultatele cercetării cuprinse în lucrarea de doctorat sunt prezentate de-a lungul a 7 capitole inclusiv concluziile finale, lucrarea conținând un număr important de experimentări sintetizate în 59 tabele și prelucrate în 127 grafice, corespunzător următoarelor obiectivelor de cercetare propuse:

- înlocuirea Ni și a Cu din compoziția chimică a oțelurilor sinterizate slab aliate cu elemente cum sunt: Mn, Mo, Cr și B;
- elaborarea prin aliere mecanică a unor precursori nanostructurați din Mn, Mo, Cr, B și grafit sub forma de pulbere nanometrică care în amestec cu pulberea micrometrică de Fe să asigure obținerea unor amestecuri omogene care mai departe să confere omogenitate chimică și structurală ridicată a oțelurilor sinterizate slab aliate;
- studiul compresibilității amestecurilor omogene de pulbere micrometrică de Fe și pulberi nanometrice de precursori nanostructurați;
- abordarea unui procedeu nou de sinterizare și anume sinterizarea în doi pași în vederea asigurării posibilității de variere a granulației oțelurilor sinterizate slab aliate;
- analiza interdependentei dintre structura și proprietățile de utilizare ale noilor oțeluri ecologice sinterizate slab aliate;
- studiul comportării tribologice ale noilor oțelurilor elaborate.

**Capitolul I** cuprinde rezultatele cercetărilor bibliografice care a reprezentat o activitate laborioasă, sursele bibliografice consultate fiind de dată recentă.

Pe baza datelor din literatura de specialitate, sunt scoate în evidență importanța și efectele diferitelor elemente de aliere cum sunt: Mn, Cr, Mo, V, Ni, Cu, W, B s.a asupra structurii și caracteristicilor de utilizare ale oțelurilor slab aliate elaborate prin tehnologii specifice metalurgiei pulberilor. În acest cadru sunt

făcute o serie de referiri privind posibilitățile de înlocuire a Ni și Cu cu Mn, Mo și Cr. Totodată sunt abordate o serie de particularități tehnologice referindu-se în special la influența prezenței B în amestecul de pulberi pentru elaborarea oțelurilor sinterizate slab aliate asupra parametrilor tehnologici ai operației de sinterizare, subliniind faptul ca B în combinațiile cu Fe formează un eutectic care favorizează tehnologic operația de sinterizare prin prezența fazei lichide.

Se fac o serie de considerente privind interdependenta dintre compoziția și structura oțelurilor sinterizate slab aliate și proprietățile mecanice ale acestor aliaje, subliniind faptul că Mn, Mo și Cr favorizează creșterea rezistenței mecanice și a rezistenței la șoc.

Pe baza datelor acumulate în cercetarea bibliografică cercetările sunt orientate în direcția înlocuirii Cu și Ni cu Mn, Mo și Cr, adăugând la acestea B în proporție de 0.5 % pentru a facilita sinterizarea cu prezența fazei lichide.

În acest cadru, în finalul capitolului I se prezintă cu claritate scopul și obiectivele cercetărilor precum și itinerariul care se urmărește în cercetare.

**Capitolul al doilea**, intitulat „Cercetări privind elaborarea prin AM a pulberilor nanostructurate de precursori și a amestecurilor cu pulberi micronice de Fe pentru elaborarea oțelurilor ecologice sinterizate slab aliate“, cuprinde rezultatele cercetărilor privind elaborarea pulberilor nanostructurate care în amestec cu Fe constituie materia primă pentru obținerea oțelurilor sinterizate slab aliate. În acest cadru sunt scoase în evidență importanța utilizării precursorilor sub formă de pulberi nanostructurate cu granule care au în compoziția chimică elemente de aliere ale oțelurilor și ca element de originalitate se axează pe elaborarea acestor precursori prin aliere mecanică în mori planetare de mare energie.

Rezultatele cercetărilor cuprinse în acest capitol scot în evidență faptul că după 20 de ore de aliere mecanică se obțin precursori nanostructurați sub formă de nanopulberi cu granulație în jurul a 700 nm. Totodată se constată un fenomen interesant și anume faptul că prezența B în amestecul de pulberi elementale favorizează divizarea fină a granulelor în timpul alierii mecanice, în sensul că după

60 ore de aliere mecanică amestecurile cu B ating o granulație mult mai fină, de 300 nm, față de amestecul fără B la care ajung la 600 de nm.

**Capitolul al III-lea** se axează pe studiul problemelor tehnologice care intervin la elaborarea oțelurilor slab aliate din amestec de pulberi de Fe și nanopulberi de precursor pe care l-a sintetizat prin aliere mecanică. În acest cadru sunt întreprinse cercetări laborioase privind compactizarea și sinterizarea unui număr de 14 sorturi de amestecuri de pulberi. Sunt prezentați în acest context parametrii probelor rezultate prin compactizarea acestor amestecuri la presiunea de 600 MPa și, în urma prelucrării rezultatelor experimentale, se constată că odată cu creșterea timpului de aliere mecanică scade compresibilitatea nanopulberilor.

În acest capitol este de remarcat un element de originalitate notabil pe care autoarea lucrării îl aduce în cercetare prin abordarea unui procedeu nou de sinterizare și anume sinterizarea în doi pași. Acest procedeu este folosit pentru a asigura o granulație cât mai fină a oțelului sinterizat slab aliat. În funcție de cum este condusă din punct de vedere termic, sinterizarea în doi pași poate influența granulația, astfel că pentru obținerea unor granulații fine sunt necesare condiții termice prin care să se asigure difuzia pentru consolidarea agregatului din nanopulberi rezultat la compactizare.

Pe baza rezultatelor obținute, se constată că acest procedeu de sinterizare comparativ cu sinterizarea clasică este mult mai favorabil deoarece asigură un grad mai ridicat de omogenitate chimică și structurală și totodată duce la creșterea densității materialului sinterizat.

**În capitolul al IV-lea** sunt cuprinse rezultatele cercetărilor asupra caracteristicilor structurale ale oțelurilor sinterizate slab aliate cu Mn, Mo și Cr, cu B și fără B.

La începutul capitolului se analizează structural oțelurilor din punctul de vedere al porozității și, având în vedere și valorile măsurate prezentate în capitolul precedent, se constată că prezența B în amestecul de pulberi conduce la reducerea porozității, iar sinterizarea în doi pași este favorabilă din acest punct de vedere în cazul pulberilor nanometrice. În schimb, în cazul pulberilor micronice, este

necesară creșterea timpului de menținere la temperaturi de sinterizare peste 60 minute pentru a înregistra valori comparabile de porozitate.

În ceea ce privește structura microscopica a probelor de oțel, se constată că acesta este ferito-perlitică și că omogenitatea distribuției constituenților structurali crește odată cu creșterea fineței pulberilor utilizate la elaborarea oțelurilor sinterizate. Un rol important în aceasta direcție îl are și procedeul de sinterizare, în sensul că sinterizarea în doi pași conduce la o omogenitate structurala mai bună a oțelurilor.

Referitor la granulația oțelurilor sinterizate, este scos în evidența faptul că aceasta este influențată de timpul de menținere la sinterizarea în doi pași și anume granulația crește odată cu creșterea timpului de menținere la temperatura de sinterizare.

În continuare se face legătura dintre structura și proprietățile mecanice ale oțelurilor sinterizate care au fost elaborate în diferite variante și în acest context se analizează duritatea acestor oțeluri, având în vedere și faptul că ulterior se preocupă de comportarea lor tribologică.

În urma măsurătorilor de duritate și a prelucrării datelor, se ajunge la concluzia că duritatea oțelurilor depinde de natura și granulația pulberilor utilizate, valorile optime obținându-se în cazul probelor rezultate din amestecurile cu pulberi nanometrice de precursori nanostructurați cu adaos de pulbere de B.

**În capitolul al V-lea** sunt prezentate rezultatele măsurătorilor privind coeficientul de frecare a probelor de oțeluri obținute prin compactizare la presiuni diferite de 600, 700, 800 MPa a amestecurilor de pulbere.

Pe baza rezultatelor măsurătorilor și a evoluției grafice a acestor valori pentru diferite tipuri de amestecuri de pulberi folosite la elaborarea oțelurilor, autoarea lucrării constată că oțelurile rezultate din pulberilor rezultate prin aliere mecanică au coeficientul de frecare cel mai redus.

Totodată, analizând comparativ oțelurile provenite din aceleași sorturi de pulberi dar sinterizate diferit, se constată că sinterizarea în doi pași permite elaborarea unor oțeluri cu coeficient de frecare mult mai redus comparativ cu cele

obținute prin sinterizarea clasică.

**Capitolul al VI-lea** se axează asupra optimizării proceselor de elaborare a oțelurilor sinterizate slab aliate, având la baza rezultatele cercetărilor experimentale pe care le-a întreprins pentru elaborarea lucrării de doctorat.

**În capitolul al VII-lea** al tezei de doctorat sunt prezentate concluziile finale precum și elementele de originalitate ale cercetărilor. În acest cadru sunt de subliniat următoarele contribuții originale:

- elaborarea prin aliere mecanică a precursorilor de Mn-Mo-Cr-Grafit din pulberi elementale de Mn, Cr, Mo cu B și fără B, destinați fabricării oțelurilor sinterizate slab aliate;

- elaborarea prin aliere mecanică a pulberilor și nanopulberilor compozite nanostructurate destinate fabricării oțelurilor sinterizate slab aliate;

- elaborarea oțelurilor sinterizate slab aliate fără Ni și Cu în vederea realizării unor procese tehnologice ecologice și a reducerii costurilor oțelurilor sinterizate slab aliate;

- stabilirea interdependenței dintre natura și granulația pulberilor de precursori, respectiv compozite nanostructurate asupra caracteristicilor structurale și de utilizare a oțelurilor elaborate prin cercetare;

- determinarea influenței unor parametri tehnologici, în special a presiunii de compactizare a pulberilor, asupra caracteristicilor structurale și de utilizare ale oțelurilor elaborate;

- abordarea unui procedeu nou de sinterizare și anume sinterizarea în doi pași pentru elaborarea oțelurilor sinterizate slab aliate;

- elaborarea unor oțeluri sinterizate slab aliate cu caracteristici tribologice remarcabile și care se încadrează în clasa materialelor antifricțiune.

Ca urmare a derulării cercetărilor experimentale, s-au obținut o serie de rezultate experimentale, pe baza cărora se pot trage următoarele concluzii:

- Timpul de aliere mecanică pentru obținerea precursorilor nanostructurați se situează în jurul a 20 de ore când pulberea de precursori atinge valori mai mici de 700 nm;

- Omogenitatea distribuției elementelor de aliere în granulele de pulberi de precursori nanostructurați crește odată cu creșterea timpului de AM;
- Granulația pulberilor obținute prin alierea mecanică a Fe micronic cu pulberi de precursor nanostructurați se reduce odată cu creșterea timpului de aliere mecanică, iar omogenitatea granulelor de pulbere din punct de vedere al distribuției precursorilor în amestec crește odată cu creșterea timpului de aliere mecanică;
- În cazul pulberilor compozite cu conținutul Fe-3Mn-1Mo-1.5CR-0.45 grafit fără adaos de B, respectiv cu adaos de B, evoluția granulației este diferită, în sensul că în ambele cazuri granulația scade odată cu creșterea timpului de aliere mecanică, dar s-a constatat că prezența pulberii de B în amestecul de pulberi elementale favorizează divizarea fină a granulelor de pulbere compozite și anume se constată că la 60 ore de aliere mecanică pulberile compozite cu conținut de B ajung în jur de 300 nm, în timp ce pulberile compozite fără B ating dimensiuni de circa 600 nm;
- Densitatea probelor sinterizate crește odată cu creșterea timpilor de aliere mecanică; astfel ca cele mai ridicate valori, de circa  $7.4 \text{ g/cm}^3$ , se obțin în cazul pulberilor elaborate prin aliere mecanică timp de 60 ore, în timp ce probele sinterizate clasic ajung la  $7,2 \text{ g/cm}^3$  pentru pulberile rezultate la alierea mecanică timp de 20 h;
- Utilizarea pulberilor aliate mecanic un timp cât mai îndelungat pentru elaborarea oțelurilor sinterizate slab aliate este favorabilă din punctul de vedere al omogenității chimice și structurale și, în consecință, din acest punct de vedere sinterizarea în doi pași este favorabilă;
- Comparativ cu sinterizarea clasică, densitatea probelor sinterizate înregistrează valori continue crescătoare la creșterea timpului de aliere mecanică în cazul sinterizării în doi pași;
- O constatare interesantă este aceea că la sinterizarea în doi pași densitatea probelor cu conținut de B este mai mare comparativ cu aceleași probe, dar fără B, însă la probele aliate mecanic 60 h, densitățile celor două categorii de

probe se egalizează;

- Privind omogenitatea chimică a distribuției elementelor de aliere, în cazul oțelurilor sinterizate elaborate din cele două variante de pulberi, se constată că utilizarea amestecurilor de pulberi micronice de Fe cu pulberi nanostructurate de precursori obținute prin aliere mecanică timp de 20 ore este favorabilă în ceea ce privește distribuția Mn, celelalte elemente de aliere având aceeași distribuție indiferent de natura amestecului de pulberi;
- Caracteristicile structurale și mecanice ale oțelurilor sinterizate slab aliate sunt dependente de natura și de granulația pulberilor utilizate. În această direcție porozitățile cele mai mici le au oțelurile din pulberi compozite nanostructurate obținute prin aliere mecanică timp de 60 ore, deci cu granulația cea mai fină;
- Compoziția chimică a pulberilor de fabricație a oțelurilor influențează caracteristicile structurale și mecanice și în acest sens cercetările au scos în evidență că oțelurile sinterizate provenite din pulberi cu conținut de 0,5% B au omogenitate mai ridicată și durități mai mari comparativ cu aceleași oțeluri, dar elaborate din pulberi fără conținut de B;
- Procedul de sinterizare adoptat la elaborarea oțelurilor sinterizate slab aliate influențează în cea mai mare măsură caracteristicile structurale și de rezistență a acestora și în acest sens rezultatele cercetărilor experimentale au scos în evidență superioritatea oțelurilor obținute prin sinterizare în doi pași, comparativ cu a acelorași oțeluri dar realizate prin sinterizare clasică.
- În ceea ce privește porozitatea oțelurilor sinterizate slab aliate, cea mai mică porozitate, de 5.37%, o au oțelurile elaborate din nanopulberi compozite cu B (AM60+B), sinterizate în doi pași, comparativ cu porozitatea de 8.72% a acelorași oțeluri, dar sinterizate clasic;
- Din punctul de vedere al omogenității structurale, structurile cele mai omogene le au oțelurile elaborate din nanopulberile AM60+B sinterizate în doi pași;
- Din punct de vedere al durităților oțelurilor sinterizate slab aliate, cele mai

mar, i atât la sinterizarea clasică cât și în doi pași, le au oțelurile provenite din pulberi nanometrice AM60+B și anume 342HV în cazul sinterizării clasice și 417 HV în cazul sinterizării în doi pași. Aceste valori scot totodata în evidență influența procedului de sinterizare asupra caracteristicilor oțelurilor sinterizate;

- Din punctul de vedere al naturii și granulației pulberilor, cele mai bune valori ale coeficientului de frecare le au oțelurile elaborate din nanopulberi compozite cu B rezultate prin AM;
- Din punctul de vedere al parametrilor tehnologici de elaborare, se constată că valorile coeficientului de frecare scad odată cu creșterea presiunii de compactizare indiferent de natura și granulația pulberilor utilizate la fabricarea acestora;
- Din punctul de vedere al procedeelor de sinterizare adoptate, constatăm că la sinterizarea în doi pași coeficientul de frecare este mult mai mic, de 0,116 pentru oțelul elaborat din nanopulbere compozită cu B (AM60+B), comparativ cu valoarea coeficientului de frecare de 0,158 a aceluiași oțel, dar obținut prin sinterizare clasică.
- Din punct de vedere al conținutului, pentru caracteristicile mecanice determinate – duritatea, cele mai mari valori ale acestora, precum și un coeficient de frecare foarte mic, sunt pentru oțelurile din pulberi ce conțin B;
- Presiunea de compactizare influențează pozitiv aceste caracteristici mecanice determinate. Odată cu creșterea ei și implicit a densității, duritatea HB a oțelurilor sinterizate slab aliate crește și atinge maximumul la 800 MPa. de asemenea, coeficientul de frecare în stare sinterizată atinge minimumul tot la presiunea de 800 MPa;
- Temperatura de sinterizare influențează caracteristicile mecanice astfel: din punct de vedere al durității și uzurii, aceasta este favorizată de temperaturi superioare de sinterizare;
- Sinterizarea în doi pași favorizează creșterea durității oțelurilor sinterizate și reducerea coeficientului de frecare comparativ cu sinterizarea clasică.