

Mircea Nicoară

TEZĂ DE DOCTORAT

CONTRIBUȚII LA STUDIUL COMPOZITELOR METALICE ARMATE CU PARTICULE CERAMICE PRIVIND PRODUCEREA ȘI MODIFICAREA STRUCTURII ȘI PROPRIETĂȚILOR PRIN PRELUCRARE MECANO-TERMICĂ

BIBLIOTECA CENTRALĂ
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA"
TIMIȘOARA

Conducător științific:

Prof.dr.ing. Ioan Gh. Carțis

1998

U.T. 1998
10/10

Introducere

Progresul tehnic contemporan este un fenomen complex, în cadrul căruia se conturează direcții principale de dezvoltare, avînd o dinamică deosebită, care concentrează eforturile de cercetare și importante mijloace materiale, în scopul rezolvării unor probleme tehnologice de mare actualitate.

Astfel dezvoltarea materialelor avansate reprezintă un domeniu de mare interes, care beneficiază din plin în ultimii ani de progresele realizate în ceea ce privește tehnologiile de prelucrare și mijloacele de investigație, știința materialelor fiind chemată să elaboreze soluții noi pentru aplicații de vîrf și să mărească eficiența unora existente.

Volumul mare de cunoștințe și diversitatea preocupărilor de cercetare, au produs o supraspecializare în cîmpul selecției și producerii materialelor, apărînd direcții noi de studiu sau conturarea distinctă a unor aspecte deja existente. În acest ultim sens materialele structurale noi, avînd ca și destinație preluarea de solicitări, în special fizico-mecanice reprezintă de fapt coagularea unor direcții clasice din știința și ingineria materialelor. O categorie de materiale structurale care s-au bucurat de multă atenție, fiind și în prezent în avanposturile cercetării, o constituie compozitele metalice armate cu elemente ceramice.

Dintre proprietățile cele mai promițătoare ale acestei categorii de materiale se disting rezistența mecanică și limita tehnică de curgere, în paralel cu modulul de elasticitate ridicat, asociate unei greutatei specifice reduse, la costuri estimate de producere inferioare altor categorii de materiale avansate. Înglobarea particulelor ceramice duce la creșterea rezistenței la uzare, a rezistenței la oboseală și la o bună comportare la temperaturi ridicate, valorile rezistenței la fluaj deschizînd posibilitatea înlocuirii în unele aplicații a superaliazelor. Principalul neajuns manifestat la compozitele armate cu particule, produse pînă în prezent, constă în o mai redusă tenacitate și ductilitate, fapt care limitează actualmente perspectivele utilizării în construcția de mașini.

În ciuda unor rezultate inițiale spectaculoase, care au alimentat entuziasmul a numeroși cercetători, compozitele metalice armate cu particule nu au confirmat primele previziuni, utilizarea lor fiind relativ redusă. Scepticismul manifestat față de ele de către potențialii utilizatori este alimentat de lipsa cunoștințelor tehnologice, a specificațiilor de proiectare, precum și din faptul că cercetările întreprinse pînă în prezent s-au concentrat pe aspecte teoretice și fundamentale. Din aceste motive studiile din acest domeniu au intrat în ultimul timp într-o fază de maturitate, conturîndu-se clar orientarea predilectă pe aspecte aplicative. Cercetările privind producerea, procesarea și caracterizarea acestor compozite a trecut în mod clar în sfera de interes a inginerilor specialiști în materiale, chemați în mod imperativ să elaboreze noi tehnologii, mai simple și mai atractive pentru utilizatorii industriali.

Lucrarea de față își propune să promoveze producerea și utilizarea compozitelor la scară industrială prin proiectarea unor tehnologii complete de producere și prelucrare mecano-termică, răspunzînd la următoarele deziderate:

- Materiile prime și materialele folosite pentru producere să aibe un grad mare de disponibilitate, la nivelul economiei naționale, bazat fie pe producția indigenă, fie pe importuri destinate utilizării la scară industrială, cu costuri reduse sau medii;
- Tehnologiile folosite să se bazeze pe procedee clasice, pentru care există un volum mare de cunoștințe și o bogată experiență practică, iar tehnologiile noi să fie aplicabile cu utilaje și dotări existente, eventual în urma unor modificări reduse ca volum și costuri;

- Materialele produse să prezinte prin componentele sale transformări fizico-chimice și structurale interesante, care prin interacțiuni să deschidă posibilitatea unor efecte sinergice, cu lărgirea spectrului de proprietăți mecanice și tehnologice;
- Proprietățile mecanice realizate să aibe valori superioare, asociate unei greutatei specifice mici, comparabile celor comunicate în bibliografie și susceptibile să înlocuiască în condiții de eficiență sporită materialele clasice;

Având în vedere că pe plan mondial este în plină desfășurare un vast proces de acumulare cantitativă a datelor și cunoștințelor cu caracter aplicativ – ingineresc, referitoare la un număr mare de compozite armate cu particule, folosind diverse combinații de materiale pentru matricea metalică și elementele de armare, s-a considerat utilă luarea în studiu a transformărilor structurale ce au loc într-un aliaj durificabil de aluminiu ranforsat prin particule din carbură de siliciu (SiC). Motivul alegerii acestei combinații îl constituie potențialul estimat al acestui material în ceea ce privește proprietățile mecanice și tehnologice realizabile, precum și posibilitățile de modificare a acestor proprietăți prin tratamente termice sau termomecanice.

Aliajele de aluminiu din care s-a selectat matricea metalică a compozitelor produse, au perspective de utilizare deosebite, din motive tehnico-economice și ecologice, fiind considerate ca posibile materiale dominante ale viitorului, mai ales în industria automobilului, aeronautică, a materialelor sportive și a bunurilor de larg consum, constructoare de mașini, în construcții civile și industriale etc. Armarea cu particule dure se înscrie pe linia perfecționării și diversificării aliajelor de aluminiu, a lărgirii spectrului de proprietăți fizico-mecanice, la valori care să permită înlocuirea materialelor clasice, mai ales a oțelurilor și a fontelor.

Procedeele tehnologice de bază în elaborarea unui itinerar complet de producere s-au ales din domeniul metalurgiei pulberilor, ca fiind cele mai flexibile din punctul de vedere a tipului și proporției componentelor, precum și cu posibilitățile cele mai largi de realizare prin tratament termic a unor modificări structurale, favorabile tehnologic și funcțional.

Matricea metalică durificabilă prin îmbătrânire, ca urmare a precipitării din soluție solidă suprasaturată, lărgeste de asemenea spectrul de proprietăți mecanice posibil a se realiza, având în vedere și interacțiunile constatate cu particulele ceramice, după mecanisme structurale încă neelucidate.

La nivelul cunoștințelor actuale, deformările plastice la cald și la rece reprezintă un potențial cert, dar insuficient explorat de îmbunătățire a proprietăților mecanice, mai ales pe calea creșterii celor deficitare, cum ar fi ductilitatea și tenacitatea, prin realizarea unei distribuții cât mai uniforme a particulelor ceramice în matricea metalică. Caracterizarea acestor compozite din punctul de vedere al deformabilității apropie tehnologiile de producere și prelucrare de variantele clasice, disponibile la scară industrială și mărește șansele de extindere a utilizării.

În privința metodologiei de investigație s-a urmărit tendința actuală de combinare a procedurilor statistico-matematice cu metodele de analiză structurală, în elaborarea și validarea unor modele pentru realizarea anumitor proprietăți fizico-mecanice în funcție de diferiți parametri tehnologici. Un avantaj important în desfășurarea cercetărilor l-a reprezentat folosirea tehnicii de calcul în modelarea și simularea fenomenelor de mare complexitate care au loc la producerea și prelucrarea mecano-termică a compozitelor.

Complexitatea deosebită a problematicii abordate, a făcut ca obiectivul acestei lucrări să fie doar lămurirea ora dintre aspecte, lărgirea cimpului de cercetare, mai ales în scopul caracterizării complete a materialelor produse, fiind rezervată unor studii viitoare.

Tema abordată se înscrie în preocupările colectivului Catedrei de Știința Materialelor și Tratamente Termice de la Facultatea de Mecanică a Universității "Politehnica" din Timișoara, legate de dezvoltarea și caracterizarea materialelor noi, cu proprietăți

deosebite, studiile și cercetările întreprinse bucurându-se de experiența și colaborarea unor cercetători cu contribuții importante în domeniu, cărora li se cuvin călduroase mulțumiri.

Rezultatele prezentate sunt rodul unor eforturi multidisciplinare, la care și-au adus cu multă sollicitudine aportul cadre didactice, cercetători și personal auxiliar din alte catedre ale Facultății de Mecanică, menționi deosebite cuvenindu-se unor colegi de la catedrele de Tehnologie Construcțiilor de Mașini, Rezistența Materialelor, Tehnologie Mecanică, Mașini Hidraulice ș.a.

O serie de investigații și măsurători au fost efectuate cu sprijinul unor instituții de cercetare, precum Institutul de Sudură și Încercări de Materiale, filialele din Timișoara ale Institutului de Cercetări Metalurgice și ale Institutului Național de Metrologie.

Execuția unor scule și instalații, precum și asigurarea cu materii prime și materiale s-a făcut prin amabilitatea unor firme, cu disponibilitate în sprijinirea activității de cercetare originale românești, printre care societățile comerciale ELECTROMETAL, ELECTROTIMIȘ, OPTICA, ELECTROMOTOR, toate din Timișoara, precum și Eckart Werke GmbH, Aluminium Zentrale Düsseldorf din Germania.

În activitatea de documentare din domeniul materialelor compozite, sinterizării, prelucrării automate a datelor, simulării pe calculator și unele investigații, un ajutor neprețuit a venit din partea unor programe internaționale de cooperare ale Universității "Politehnica", în special cele desfășurate împreună cu Universitatea "Federico II" din Napoli, Universitatea Tehnică din Düsseldorf, Școala Politehnică din Lausanne, Universitatea din Tennessee.

Un gând de pioasă recunoștință se cuvine celor care prin munca lor au edificat neobosit, pe parcursul a peste trei sferturi de veac, centrul de tradiție inginerescă, care este Universitatea "Tehnică" din Timișoara, din a cărui spirit s-a încercat a se împrumuta o minusculă știință.

Capitolul I.

Tendențe actuale și perspective în studiul și caracterizarea materialelor compozite cu matrice de aluminiu armate cu particule ceramice

I-1. Materiale compozite.

Conform definiției date de către Societatea Germană de Știința Materialelor (*Deutsche Gesellschaft für Materialkunde - DGM*), materialele **compozite** sunt considerate materialele polifazice (cel puțin bifazice), care sunt omogene la nivel macroscopic și ale căror constituenți sau faze nu aparțin de regulă aceleiași categorii de materiale. Ele pot fi combinații de constituenți sau faze metalice, ceramice, ceramice și polimerice, polimerice și metalice. În afară de aceasta ele pot fi alcătuite din componente ale tuturor categoriilor principale de materiale (metalice, ceramice și polimerice).

În sensul acestei afirmații nu vor fi materiale compozite, materialele care nu sunt omogene la nivel macroscopic, ca de exemplu semifabricatele stratificate, de tip *sandwich* ale căror straturi sunt distincte la nivel macroscopic, cele alcătuite cu fibre de diametre mari, cele realizate prin depuneri de straturi relativ groase etc.

Pentru această din urmă categorie literatura de specialitate a consacrat termenul de material **compus**.

În bibliografia studiată persistă încă o oarecare ambiguitate, termenul de material compozit fiind uneori folosit și pentru materiale compuse¹, ceea ce presupune analiza în fiecare situație a mecanismelor specifice de realizare a proprietăților, precum și aspectul macroscopic.

Alte posibile definiții leagă noțiunea de material compozit de efecte micro-mecanice, ca de exemplu transferul de sarcină de la matrice la fibre, blocarea dislocațiilor prin diverse particule, sau alte fenomene cu efect sinergic, care produc proprietăți deosebite în raport cu relații de tipul legii amestecului. Acest din urmă grup de definiții atribuie calitatea de material compozit în mod foarte restrictiv, doar la materialele structurale sau funcționale cu proprietăți deosebite.

Scopul realizării compozitelor îl reprezintă combinarea avantajoasă a proprietăților tipice ale componentelor, prin care se obține o îmbunătățire evidentă a proprietăților rezultate.

Un alt concept modern la a cărui imperativ răspunde dezvoltarea compozitelor este cel de proiectare a materialului pentru o anumită aplicație, sau selecția materialelor din baze de date de dimensiuni foarte mari, în funcție de o anumită proprietate care trebuie realizată pentru aplicația respectivă.

În funcție de ordonarea spațială a componentelor se pot distinge (figura I-1):

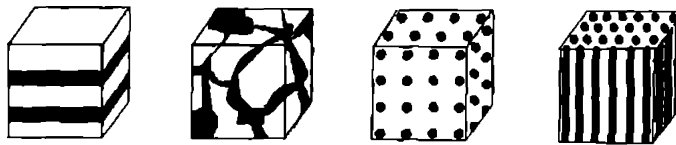


Figura I- 1. Principalele tipuri de materiale compozite.

- Materiale compozite stratificate;
- Materiale compozite infiltrate;
- Materiale compozite cu armare discontinuă², fie că armarea se face prin fibre scurte (monocristaline, numite și *whiskers*-uri, sau policristaline), fie elemente de formă unor

¹... engl. *composite material*.

²... engl. *compound material*.

³... engl. *discontinuous reinforced materials - DRM*

particule sferice sau poligonale, care produc blocarea dizlocațiilor sau crează tensiuni interne prin mecanisme specifice¹;

- Materiale compozite armate cu fibre.

În funcție de mărimea sau orientarea componentelor înglobate, se pot face și alte clasificări, de exemplu compozitele armate cu fibre, pot fi cu fibre scurte sau lungi, cu orientare regulată sau nu, fibrele scurte pot fi cu structură mono- sau policristalină etc.

O altă clasificare aplicabilă materialelor compozite este cea folosită în general pentru a indica destinația unui material avansat. Materialele compozite au apărut în scopul îmbunătățirii unor proprietăți mecanice, motivație care s-a păstrat pentru majoritatea temelor de cercetare, compozitele făcând parte din acest punct de vedere din categoria materialelor *structurale*, preluarea unor sollicitări mecano-termice reprezentând mobilul principal al utilizării și dezvoltării lor. Odată cu progresul cunoștințelor în domeniu, anumite compozite au dovedit și alte proprietăți fizico-chimice interesante, altele decât cele mecanice, putând fi folosite în diverse aplicații pentru îndeplinirea unor diverse funcțiuni, în afară de preluarea sarcinilor mecanice. În aceste aplicații, bazate mai ales pe posibilitatea controlării prin compoziție a coeficienților de dilatație și a conductivității termice, materialele compozite sunt folosite ca și materiale *funcționale*.

I-2. Materiale compozite cu matrice metalică

Din larga familie a materialelor compozite se distinge o clasă de materiale a căror studiu se face actualmente în mod foarte extins, materialele compozite cu matrice metalică², numite astfel deoarece faza sau fazele cu proporția cea mai mare o reprezintă metalele sau aliajele metalice.

Dacă la nivelul tehnologic actual compozitele cu matrice polimerică sunt în general bine cunoscute, ele fiind utilizate pe scară largă în diverse aplicații, mai ales în industria produselor electrotehnice și electrocasnice, a materialelor sportive și de agrement etc., iar compozitele pe bază de materiale ceramice sunt doar la început, fiind prezente în puține aplicații de vîrf, compozitele cu matrice metalică sunt obiectul unor intense eforturi de cercetare, în scopul realizării trecerii de la faza experimentală și a producției pilot la cea a utilizării industriale.

Materialele compozite cu matrice metalică, numite și compozite metalice, prezintă o serie de avantaje semnificative:

- performanțe ridicate la temperaturi relativ ridicate, mai ales față de compozitele polimerice;
- rezistența ridicată la coroziune, stabilitate fizică și chimică sporită față de materialele clasice sau cele care înglobează mase plastice;
- bună comportare la tensiuni transversale, de forfecare, chiar și la materialele puternic anizotrope;
- posibilitatea aplicării unor metode de producere și prelucrare eficiente și de mare productivitate, cum ar fi turnarea, deformarea, așchieria, sudarea etc.
- posibilități variate de realizare a unor transformări prin tratamente termice sau termomecanice.

Cele mai utilizate în producerea compozitelor cu matrice metalică sunt aluminiul, magneziul, titanul, cupru, zincul, nichelul, fierul și aliajele lor.

În funcție de modul în care sunt produse, materialele compozite cu matrice metalică se pot clasifica astfel:

¹ engl. *particle reinforced materials* – PRM.

² engl. *metal matrix composites* – MMCs.

- Materiale compozite artificiale, cu componente înglobate. Din această categorie fac parte compozitele realizate prin introducerea unor elemente de armare, de obicei avînd natură ceramică, în formă de fibre sau particule, într-o matrice metalică;
- Materiale compozite produse *in-situ*, sau naturale, obținute cu ajutorul unor transformări chimice și/sau structurale, care au loc în interiorul materialului de bază. Exemple de materiale produse *in-situ* sunt cele realizate prin solidificarea direcționată a unei topituri eutectice, realizîndu-se un conglomerat metalurgic din două sau mai multe componente, sau cele produse prin oxidare internă, cînd se obține un efect de armare prin dispersie de particule fine. Această din urmă categorie de materiale sunt clasificate de unii autori ca *in-situ*, iar de alții drept artificiale, ele fiind produse ca urmare a unei reacții chimice dintre diverse componenete ale matricei și/sau între aceste componente și un agent exterior, de obicei gazos.

I-3. Materiale compozite pe bază de aluminiu

Materialele compozite cu matrice metalică pe bază de aluminiu au ca element principal un aliaj al acestui metal. Cele mai frecvente aliaje utilizate sunt Al-Si, Al-Si-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Mn, Al-Mn-Fe, Al-Ni și Al-Zn. Elementele de armare înglobate în matricea metalică, avînd formă de fibre, particule etc., sunt în cele mai multe cazuri de tip ceramic. Mai frecvente ca utilizare sunt Al_2O_3 , SiC, AlN, B_4C etc. Combinarea acestor două categorii de materiale permite o extindere importantă a utilizării la piese și structuri supuse la solicitări importante, mecanice și termice, mai ales atunci cînd din motive economice sau ecologice se dorește realizarea unor greutăți specifice mici.

Compozitele pe bază de aluminiu beneficiază din plin de avantajele funcționale și tehnologice ale aluminiului:

- Densitate redusă, mai puțin de jumătate din cea a oțelului;
- Turnabilitate și deformabilitate ridicată;
- Costuri de producere relativ scăzute, în condiții ecologice și în cantități mari, posibilitatea refolosirii deșeurilor în condiții de eficiență economică;
- Bună rezistență la coroziune;
- Proprietăți funcționale bune, ca de exemplu conductivitate termică și electrică.

Ca rezultat al dezvoltării tehnologice, în prezent un număr mare de aliaje ale aluminiului, deformabile sau de turnătorie, sunt disponibile pentru aplicații industriale. Îmbunătățirea proprietăților mecanice, fizice, tehnologice ale acestor aliaje a devenit o importantă direcție în cercetarea și în dezvoltarea materialelor avansate. În special stabilitatea termică relativ redusă a proprietăților mecanice ale aluminiului reprezintă un dezavantaj al aliajelor de aluminiu, care se dorește a fi depășit prin armarea cu elemente ceramice.

În ciuda unor avantaje considerabile, există o serie de motive, de natură obiectivă sau subiectivă pentru care compozitele metalice, nu au ajuns la o utilizare extinsă în industrie:

- Costul relativ ridicat al elementelor de armare ceramice. Problema devine acută în cazul *whiskers*-uri sau al fibrelor lungi, de regulă cu miez din metal refractar, a căror costuri de producere sunt foarte ridicate;
- Metodele de producere sunt interesante din punct de vedere tehnic, dar complicate și scumpe, mai ales din cauza dificultății înglobării elementelor de armare. Din acest motiv producerea acestor materiale se face încă la scară redusă;
- Multe dintre compozite se produc la temperaturi sau presiuni mari, o serie de precauții trebuind să fie adoptate pentru a se evita degradarea fazelor de armare (ranforsare);
- Selecția și utilizarea materialelor se bazează pe existența unor norme internaționale, fiind dificil din punct de vedere a se introduce noi materiale și aliaje;
- Faptul că cercetarea s-a făcut pînă în prezent cu accent pe problemele științifice sau fundamentale ale producerii și mai puțin din punct de vedere tehnico-aplicativ a făcut

să existe puține instrucțiuni și specificații pentru proiectarea inginerescă, fapt care a alimentat rezerva și scepticismul utilizatorilor. Cu toate acestea, așa cum rezultă din tabelul 1, pînă în anul 2005 utilizarea acestor materiale se va extinde.

Tabelul 1- 1. Volumul vânzării de compozite cu matrice metalică între 1990 și 2005 (mil \$, după Hamifs)

Materiale	1990	1995	2005	Rata de creștere anuală (%)
Compozite armate (pe bază de:				
- Al	12,0	35,0	78,3	16,9
- Mg	2,0	3,2	20,0	21,2
- Ti	1,0	1,6	14,1	24,7
- Cu	1,4	5,5	28,3	23,5
Matrice metalice	1,6	7,0	47,4	32,6
În sine (Solulizate (diversitate))	1,6	6,5	25,6	26,0
Altele	0,4	0,5	7,0	26,9
Total	20,0	69,8	220,8	22,5
Din care pentru aplicații civile	3,1	15,2	40,3	25,7
Din care pentru aplicații militare	16,9	53,6	180,5	21,8

Cea mai mare creștere se așteaptă pentru utilizatorii civili, însă aplicațiile militare vor rămâne preponderente, ceea ce explică de asemenea relativ slaba diseminare a cunoștințelor despre compozite, prin caracterul confidențial al unor date. Dinamica mai accentuată a sectorului civil indică o posibilă deplasare a utilizării de la aplicațiile de vîrf la cele uzuale, din industria automobilului, electrotehnică și electronică, a construcțiilor metalice, pentru bunuri de larg consum etc.

O constatare de mare importanță este aceea că dintre compozitele metalice, cele bazate pe aluminiu sunt și vor rămîni cele mai atractive, mai ales din cauza costurilor mai reduse, ceea ce implică o intensificare a cercetării aplicative în acest domeniu.

Elementele de armare de înaltă rezistență înglobate de obicei în compozitele pe bază de aluminiu au formă de fibre, *whiskers*-uri sau *particule*.

În familia compozitelor armate cu fibre distingem două mari categorii de materiale:

- Materiale compozite armate cu fibre lungi, numite și cu armare continuă;
- Materiale compozite armate cu fibre scurte, care fac parte dintr-o categorie mai cuprinzătoare, alături de compozitele armate cu *whiskers*-uri sau *particule*, cea a materialelor cu armare discontinuă.

Limita convențională dintre fibrele lungi și cele scurte este considerată valoarea de 100 a raportului lungime – diametru.

Atunci cînd fibrele lungi sunt aranjate paralel se obține un puternic efect anizotropic al proprietăților mecanice, această situație fiind tipică pentru compozitele cu matrice metalică. Aranjarea bidirecțională sau aleatoare a fibrelor, tipică pentru compozitele cu matrice polimerică, este mai puțin întilnită la compozitele metalice, mai ales datorită faptului că matricea metalică preia foarte bine solicitările transversale direcției de solicitare principală, nefiind necesară armarea și pe această direcție.

Fibrele scurte pot fi aliniate în mai multe feluri: paralel, cu și fără gruparea fibrelor, sau fără orientare preferențială. În acest din urmă caz se obține un material izotrop, cu rezistență mecanică și rigiditate ridicată, la un preț mult mai redus decît cel al compozitelor armate cu fibre lungi.

Un caz particular al fibrelor scurte îl reprezintă *whiskers*-urile, ele avînd o rezistență și o rigiditate mult mai mare datorită structurii lor monocristaline.

I-4. Materiale compozite armate cu particule

Armarea cu particule permite obținerea unor materiale izotrope, deoarece particulele sunt în general distribuite întîmplător în matrice. În cele mai multe cazuri particulele au formă poligonală, sferică sau asemănătoare unor mici plăcuțe sau discuri.

Materialele compozite armate cu particule reprezintă o mare promisiune pentru viitor în aplicațiile industriale, fiind mult mai ieftine și mai simplu de produs față de alte materiale avansate. Fața de aliajele nearmate ale prezintă o serie de avantaje:

- Rezistență mecanică și rigiditate sporită;
- Comportare mult îmbunătățită la uzare, fluaj și solicitare prin oboseală;

Avantaje importante se constată și în comparație cu alte materiale compozite, în special compozitele armate cu fibre lungi:

- Caracterul de material esențialmente izotrop;
- Costuri mai reduse;
- Tehnologii de producere și prelucrare mai simple (de exemplu.: așchiere, sudare, extrudare roluire, forjare etc.).

Cu toate acestea este cunoscută tendința de scădere a ductilității și tenacității, ca urmare a înglobării de particule ceramice. Deși factorii care influențează această înrăutățire a proprietăților nu sunt prea bine studiați, ei sunt în mod evident în legătură cu mărimea, distribuția particulelor și unele proprietăți ale aliajului care formează matricea. Din acest motiv proprietățile compozitelor armate cu particule sunt în măsură mult mai mare dependente de procedeul de producere, acestea influențînd mai ales starea structurală a matricei și distribuția particulelor ceramice. Din aceste motive se poate concluziona că volumul important de date experimentale acumulate pînă în prezent au evidențiat ca factori ce controlează în primă instanță proprietățile rezultate sunt următorii:

- Itinerariul tehnologic de producere;
- Nivelul de armare;
- Natura aliajului care formează matricea;
- Mărimea elementelor de armare;
- Distribuția elementelor de armare.

Proprietățile compozitelor cu particule ceramice pot fi grupate în două mari categorii:

- Proprietăți care sunt în mare măsură dependente de nivelul de armare cu particule, nefiind sensibile la caracteristicile microstructurii, numite și proprietăți de **tip A**;
- Proprietăți foarte puternic influențate de microstructură.

Din grupul proprietăților de **tip A** fac parte:

- Densitatea;
- Dilatația termică;
- Modulul de elasticitate.

Acestea depind direct de volumul de particule înglobat, fiind calculabile într-o măsură mai mică sau mai mare prin relații de tipul regulii amestecului. Aliajul folosit pentru matrice, itinerariul de producere, mărimea și distribuția particulelor au o influență redusă.

Proprietățile de **tip B** includ:

- Rezistența mecanică;
- Ductilitatea;
- Tenacitatea;

¹ engl. *platelet*.

- Formabilitatea;
- Așchiabilitatea ș.a.

În afară de nivelul de armare, aceste proprietăți sunt controlate în mod semnificativ de structura rezultată a materialului. Microstructura este la rândul ei o funcție complexă depinzând de matricea materialului, procedeele de producere, mărimea și distribuția particulelor ceramice.

I-5. Proprietățile fizico-mecanice ale compozitelor metalice armate cu particule ceramice

I-5.1. Considerații generale

Deși rezistența mecanică a compozitelor armate cu particule este inferioară celei a compozitelor armate cu fibre, ele prezintă o serie de avantaje:

- caracterul izotrop al proprietăților;
- pot fi prelucrate asemănător materialelor clasice;
- costul este considerabil mai mic.

Pe măsura introducerii unei cantități mai mari de particule ceramice, modulul de elasticitate crește, iar densitatea se modifică, amândouă modificările făcându-se într-o manieră previzibilă. Rezistența mecanică și limita de curgere în general cresc, iar ductilitatea și tenacitatea scad semnificativ.

Modificarea cea mai evidentă este de rigiditate, care se poate dubla, față de situația materialului nearmat. Totuși, pentru ca acest avantaj să poată fi valorificat în aplicațiile ingineresti, tenacitatea trebuie menținută în limite acceptabile. Din acest motiv se admite o limită superioară a proporției volumice de armare cu particule, acceptată în literatura de specialitate la limita a 15 - 30 %.

Performanțele compozitelor armate cu particule depind în mai mare măsură de itinerariul tehnologic adoptat, decât la materialele clasice. Din acest motiv, pentru trecerea la utilizare industrială, este importantă înțelegerea comportării mecanice a acestor materiale, astfel ca metodele de obținere să fie optimizate, iar proprietățile realizate să fie superioare. Studiul literaturii de specialitate arată că rezistența și ductilitatea, de exemplu, la compozite care se presupun a fi identice, sunt deseori diferite, iar microstructura este departe de cea ideală, fiind legată direct de metoda prin care materialul a fost realizat.

În literatura de specialitate s-au conturat două abordări diferite în studiul proprietăților mecanice. Modelul *continuum*-ului presupune că materialul poate fi descris în mod adecvat prin parametri globali, în timp ce abordarea micromecanică se bazează prin înțelegerea proprietăților mecanice prin procese de deformare care au loc la nivel atomic. Modelul *continuum*-ului este o simplificare, în timp ce abordarea micromecanică este mai corectă. Cu toate acestea, cunoștințele în domeniul micromecanicii fiind destul de reduse, înafara unor situații foarte simple, modelul *continuum*-ului fiind mult mai des folosit, iar de multe ori se folosesc modele hibride. În cazul materialelor compozite armate discontinuu, categorie din care fac parte și compozitele armate cu particule, multe din contribuțiile de până acum s-au bazat pe modele dezvoltate anterior pentru studiul aliajelor bifazice convenționale.

Principalele caracteristici structurale ale compozitelor cu matrice metalică, influențând direct proprietățile obținute sunt următoarele:

- Particulele ceramice din interiorul grăunților;
- Similar cele de la limitele de grăunte;
- Limitele de grăunte;
- Limitele de subgrăunte;

- Particulele precipitate;
- Dizlocațiile;

Grăunții compozitelor supuse la prelucrări mecanice sunt relativ mici, tipic între 1 și 10 μm, multe dintre particulele de armare fiind localizate la limitele de grăunte. Pe lângă precipitatele care apar în aliajele durificabile, în material pot exista și alte impurități. De exemplu în aluminiu pot exista impurități bogate în fier sau mangan, datorate procesului tehnologic de producere. De asemenea pot apărea și alte caracteristici datorate metodei de producere, de exemplu prezența porilor și a oxizilor la materialele obținute prin metalurgia pulberilor sau fenomenul de aglomerare a particulelor de armare, datorat unei fie unei diferențe prea mari între diametrele medii ale pulberii metalice, respectiv a celei ceramice, fie unor parametri necorespunzători ai amestecării topiturii metalice, la înglobarea particulelor ceramice. Procedeele bazate pe metalurgia topiturii produc cu predilecție diferiți produși de reacție între matrice și particule, acești produși influențând direct micromecanica materialului rezultat, în sensul îmbunătățirii proprietăților rezultate, prin mecanisme specifice sau mai frecvent al diminuării lor.

1-5.2. Factorii de influență ai proprietăților fizico-mecanice

Compozitele metalice armate cu particule ceramice reprezintă o clasă relativ nouă de materiale, stadiul actual al cunoștințelor în domeniu fiind constituit în mare parte dintr-o cantitate foarte mare de date experimentale, menite să pună în evidență posibilele corelații între parametri de producere și prelucrare termomecanică, precum și microstructura rezultată, pe de o parte, și proprietățile materialului pe de altă parte.

Asistăm în prezent la continuarea abordării descriptive a cercetării acestor materiale, în sensul creșterii factorilor de influență luați în studiu și extinderii experimentelor la noi combinații aliaj – particule ceramice. Alături de aceasta, un număr considerabil de cercetători își dedică efortul sistematizării datelor existente, emiterii de ipoteze și elaborării de modele pentru studiul acestor materiale avansate. Tendința actuală în elaborarea modelelor de studiu are două laturi:

- Adaptarea și verificarea modelelor folosite pentru caracterizarea materialelor clasice, mai ales a celor polifazice, având mecanisme de durificare prin precipitare de faze secundare;
- Elaborarea de noi modele specifice care țin seama de particularitățile mecanismelor structurale existente în aceste materiale, pe baza datelor experimentale culese.

O bună înțelegere a nivelului actual al cunoștințelor și a tendințelor actuale în domeniul compozitelor armate cu particule trebuie să pornească de la o sinteză a materialului experimental existent, în special în ceea ce privește nivelul proprietăților obținute și factorii de influență identificați.

1-5.2.1. Influența itinerariului de producere

Metodele de producere a materialelor compozite cu matrice metalică pe bază de aluminiu; armate cu particule ceramice se pot clasifica în trei mai categorii, având la bază principii tehnice diferite:

- **Metalurgia topiturii¹** stă la baza procedeelelor care folosesc aliaje de aluminiu în stare topită sau parțial topită, topitura fiind amestecată, barbotată, infiltrată etc., în scopul înglobării particulelor ceramice de armare. În funcție de modul concret de procesare al topiturii s-au dezvoltat o serie de procedee: *stir casting*, *rheocasting*, *compocasting*, *melt infiltration* etc.

¹ engl. *ingot metallurgy* – IM.

- **Metalurgia pulberii** se aplică sub forma unor tratamente termo-mecanice asupra unor amestecuri de pulberi metalice și ceramice. În unele cazuri materia primă o constituie doar pulberea metalică, elementele ceramice de armare fiind compuși ai metalului de bază (oxizi, nitruri) produse prin reacții chimice în intimitatea materialului (*in-situ*).
- O categorie de procedee **neconvenționale**, folosind surse concentrate de energie (plasmă, laser etc.) care urmăresc înglobarea sau producerea particulelor ceramice la nivel microscopic, rezultând particule sau straturi compozite, urmate sau nu de procedee clasice de prelucrare mecano-termică. Principalul procedeu care s-a afirmat pînă în prezent se bazează pe pulverizarea comună a particulelor metalice și a celor ceramice, numit *cospray*.

Itinerariul de producere al materialului compozit are o influență fundamentală și substanțială asupra proprietăților realizate prin constrîngerile care le impune asupra stucturii generate, spre exemplu:

- Dimensiunile de particule care pot fi folosite. În cazul metalurgiei topitunii, aliajul topit nu "udă" particulele ceramice, fapt care face dificilă distribuirea acestora în topitură, dinamica acestui proces impunînd o serie de restricții, în general inferioare, asupra dimensiunii particulelor. În cazul metalurgiei pulberilor dacă tratamentul termic se aplică unui amestec mecanic de pulberi metalice și ceramice, distribuția uniformă a particulelor în acest amestec este condiționată de diferite rapoarte dimensionale între diametrul mediu al particulei metalice și a celei ceramice. Dacă diferența este prea mare există pericolul producerii de aglomerări de particulele ceramice cu efect negativ asupra proprietăților finale;
- Uniformitatea distribuției de particulele ce se poate obține prin metoda respectivă; de exemplu producerea prin amestecarea cu viteză mare a topitunii (*stir casting*), în care se introduc elementele de armare, crează un gradient de viteze ale deplasării topitunii, pufînd rezulta concentrații diferite de particule, funcție de aceste viteze.
- Natura interfeței particulă-matrice, cu influențe puternice asupra mecanismelor micromecanice din material. Temperaturile ridicate combinate cu durate lungi, apărute la metodele bazate pe topitură, pot duce la formarea de diverși compuși, cu efect în general nefavorabil asupra proprietăților rezultate;
- Segregațiile sau structurile defavorabile apărute în interiorul matricei metalice, de exemplu structura dendritică produsă la turnare

În tabelul următor se prezintă în mod sintetic influențele pe care le au cîteva metode de producere, asupra unor caracteristici ale compozitelor metalice armate prin particule.

Tabelul I- 2. Principalele caracteristici realizabile prin cîteva procedee de producere.

Caracteristică	Amestecare a topitunii (Stir cast)	Pulverizare simultană (Cospray)	Metalurgia pulberilor (Powder metallurgy)
Mărimea particulei de armare (μm)	10 – 25	10 – 25	1 – 15
Controlul distribuției particulelor	Scăzut	Mediu	Ridicat
Nivel maxim al armării (%)	25	20	60
Proprietăți mecanice realizabile (Cost)	Scăzute	Medii	Ridicate
	Foarte scăzut	Scăzut	Ridicat

^{*} engl. powder metallurgy – PM.

Așa cum se poate observa, metodele din metalurgia pulberilor sunt cele care oferă cea mai mare flexibilitate în ceea ce privește gradul de armare, pentru un domeniu relativ larg al dimensiunilor de particule. De asemenea proprietățile rezultate sunt superioare, dar la costuri mai ridicate, atât datorită materiei prime utilizate, cât și utilajului mai scump.

Cele trei categorii de metode constituie actualmente direcții de cercetare distincte, putându-se anticipa în funcție de caracteristicile obținute, diferite tipuri de aplicații, de la cele de vîrf la cele destinate industriei bunurilor de consum. Față de cele sintetizate în cele de mai sus se pot sesiza următoarele tendințe în elaborarea de tehnologii corespunzătoare celor trei tipuri principale:

- Extinderea folosirii metalurgiei pulberilor la producerea de materiale cu matrice din *aliaje complexe* și optimizarea structurală prin *tratamente termice și termomecanice*, atât a producerii propriu-zise cât și a prelucrării secundare. Aceste metode fiind pînă în prezent cele ce asigură proprietățile cele mai bune, eforturile de cercetare se concentrează pe creșterea *reproductibilității* și *caracterizarea completă* materialelor din punctul de vedere al *transformărilor structurale*, pe parcursul tuturor fazelor tehnologice. În cadrul acestei direcții se înscrie și lucrarea de față.
- Perfectionarea metodelor bazate pe topitură, în sensul ameliorării distribuției de particule prin noi procedee de amestecare și controlul mai pun al parametrilor de proces, folosirea metodelor de infiltrare a topiturii pentru creșterea proporției de armare maximum posibile și a dimensiunii minime a particulelor, îmbunătățirea calităților structurale ale matricei prin folosirea turnării sub presiune și a celei în vid. De asemenea se urmărește dezvoltarea tehnologiilor secundare, mai ales a celor bazate pe deformare plastică și tratament termic.
- Aplicarea unor procedee neconvenționale tipice producerii și prelucrării unor materiale clasice, extinderea domeniului de cercetare la materiale cu particule submicronice, matrici supuse unor răcirii rapide și ultrarapide, realizarea de pelicule și straturi subțiri cu structură compozită etc.

1-5.2.2. Influența nivelului de armare cu particule

Efectul creșterii nivelului de armare se manifestă la două nivele:

- Pe măsură ce gradul de participare al materialului ceramic crește, proprietățile de tipul A, mecanice și fizice, care se exprimă prin relații de tipul legii amestecului, se vor deplasa în sensul apropierii de nivelul proprietăților materialului ceramic; acesta este cazul rigidității, coeficientului de dilatație termică, conductivității termice și electrice etc. Exemplul cel mai elocvent este densitatea materialului, însă în cazul de față aluminiul și particulele ceramice avînd densități apropiate, efectul nu este sesizabil.
- Introducerea unei proporții sporite de particule va duce la creșterea densității acestora, la scăderea distanței între ele. Acest fapt are consecințe la nivel micromecanic și astfel o influență sporită asupra proprietăților de tip B, fiind studiat detaliat în alt capitol, relativ la rezistența mecanică, limita de curgere, ductilitate, tenacitate etc. Studiul acestui tip de influență trebuie făcut în legătură cu alte elemente de structură, precum distribuția de particule, dizlocațiile, tensiunile interne, granulația etc.

În linii mari efectele armării cu particule ceramice asupra unor proprietăți mecanice de tip A, este sintetizat în cele ce urmează, influența asupra proprietăților de tip B urmînd a fi discutate în paralel cu descrierea modelelor de studiu existente:

1-5.2.2.1. Modulul lui Young.

Un exemplu semnificativ de proprietate de tip A care variază puternic odată cu armarea o reprezintă rigiditatea exprimată prin valoarea modulului lui Young. Aceasta creștere se manifestă chiar la valori mici ale proporțiilor de armare, acest efect fiind inițial un motiv

important pentru dezvoltarea compozitelor cu matrice din aliaj ușor, armate cu particule ceramice, ele stînd la baza unor aplicații din industria aeronautică, de exemplu la realizarea unor structuri de rezistență sau a cadrelor suport pentru aparatura de navigație. Un alt exemplu îl constituie o serie de piese, mai ales cu scop portant, din industria automobilului sau cea a materialelor sportive. O asemenea variație este decrișă prin valorile din tabelul următor:

Tabelul I- 3. Efectul armării cu particule SiC asupra aliajului de aluminiu AA6061.

Nivel de armare SiC [% vol.]	Rigiditate [GN·m ⁻²]
0	70
10	97
20	103
30	114
40	121
50	135
60	145

I-5.2.2.2. Rezistența la uzare.

Aliajele aluminiului au în general o rezistență la uzare redusă, motiv pentru care armarea cu particule ceramice, este foarte atractivă pentru ameliorarea acestei proprietăți. Deși creșterea este importantă, uneori cu un ordin de mărime, ea este greu controlabilă, valorile obținute fiind în mare măsură dependente de metoda de încercare aleasă.

Dezvoltarea inițială a compozitelor cu matrice ușoară a avut ca scop creșterea rezistenței mecanice și a rigidității, fapt care a dus la dezvoltarea compozitelor cu fibre sau *whiskers*-uri. Ulterior unul dintre mobilurile dezvoltării compozitelor cu particule a fost creșterea rezistenței la uzare.

Dintre mecanismele de uzare, cel prin abraziune este mai distructiv, producînd cele mai mari pierderi de material în cel mai scurt timp. Pe de altă parte cercetările experimentale au relevat faptul că adaosul de particule ceramice are efectul cel mai favorabil la acest gen de uzare, existînd o corelație directă între proporția de armare și rezistența la uzare.

Tabelul I- 4. Coeficientul de dilatare termică pentru diverse nivele ale armării cu SiC.

Nivel de armare SiC [% vol.]	Coeficient de dilatare termică α [$10^{-6} K^{-1}$]
0	21,5
10	18,5
20	16,8
30	15,7
40	13,2
50	12,0
60	9,7

I-5.2.2.3. Coeficientul de dilatație termică liniară (α).

Această proprietate prezintă de asemenea o variație spectaculoasă, odată cu introducerea și creșterea proporției de armare. Astfel valoarea coeficientului de dilatație termică α , care are o valoare semnificativă la aliajele de aluminiu, poate fi redus prin armare cu particule

ceramice, făcându-le proprii utilizării în aplicații din industria electronică și electrotehnică, de exemplu ca radiatoare ale unor componente, în industria automobilului etc. O asemenea modificare este ilustrată în tabelul I-4 pentru o matrice din aluminiu tehnic pur.

I-5.2.3. Influența aliajului matricei

Spre deosebire de compozitele armate cu fibre lungi unde proprietățile sunt net dominate de fibre, materialul matricei avînd o importanță secundară, compozitele cu armare discontinuă sunt influențate puternic de către matrice.

Cercetările experimentale efectuate pînă în prezent asupra aliajelor de aluminiu au evidențiat că prin armare se obține o creștere din ce în ce mai redusă a proprietăților mecanice, pe măsură ce matricea metalică are o rezistență mecanică mai mare. Din aceste motive este mult mai ușoară și eficientă în cazul aliajelor cu rezistență scăzută, în timp ce aliajele de înaltă rezistență se durifică prin armare mult mai puțin. Cîteva date comparative sunt prezentate în tabelul I-5:

Tabelul I- 5. Creșterea rezistenței mecanice prin armare cu SiC pentru cîteva aliaje ale aluminiului.

Simbolul aliajului	Nearmat		MMC (20 % vol. SiC)		Modificarea medie a rezistenței [%]
	Limita de curgere [MN·m ⁻²]	Rezistența mecanică [MN·m ⁻²]	Limita de curgere [MN·m ⁻²]	Rezistența mecanică [MN·m ⁻²]	
1050	50	75	110	180	+132
6061 (T6)	275	310	340	420	+30
2124 (T8)	440	490	550	620	+26
8090 (T8)	430	530	490	560	+9
7475 (T6)	505	570	470	580	-2

Creșterea rezistenței mecanice prin armare cu particule are tendința de scădere la aliajele durificabile prin îmbătrînire. Precipitatele rezultate au un efect de blocare a dizlocațiilor, care nu este direct aditiv la cel produs de către particulele ceramice, dar durificările maxime tind să se producă la durate mai scurte de îmbătrînire. Densitatea crescută a dizlocațiilor, apărută prin răcirea compozitului se presupune că favorizează germinarea eterogenă a precipitatelor, însă acest efect nu a fost raportat pentru toate aliajele studiate. Cu toate că aparent armarea cu particule nu aduce beneficii prea mari aliajelor durificabile, se constată că la temperaturi medii și ridicat, atunci cînd precipitatele produse la îmbătrînire se dizolvă în soluția solidă, iar particulele rămîn singurul obstacol la deplasarea dizlocațiilor.

I-5.2.4. Influența mărimii particulelor

Efectul acestui parametru este dificil de cuantificat din cauza numărului redus de informații rezultate dintr-un studiu sistematic care să păstreze toate celelalte variabile constante, mai ales din cauza unor dificultăți tehnologice. De asemenea datele experimentale din literatură sunt contradictorii, iar unele dintre efectele mărimii particulelor sunt indirecte și dificil de constat. Datele prezentate sintetic în cele ce urmează indică o creștere a proprietăților mecanice pe măsura reducerii dimensiunii de particule de la 100 la 1 μm, la armarea aliajului AAB090, în stare îmbătrînită la duritate maximă^{*}:

Aceste variații ale proprietăților mecanice sunt atribuite de diferiți autori pe de o parte unei creșteri a densității de dizlocații, după un mecanism care va fi studiat ulterior, precum și efectului de finisare a granulației în urma tratamentului termic.

* engl. peak aged.

Tabelul I- 6. Variația proprietăților mecanice în funcție de mărimea elementelor de armare pentru aliajul de aluminiu AA8090.

Mărimea elementelor de armare [μm]	Limita de curgere [$\text{MN}\cdot\text{m}^{-2}$]	Rezistență mecanică [$\text{MN}\cdot\text{m}^{-2}$]
1	526	571
2	495	570
3	493	535
7	448	522
20	435	461
100	410	421

Scăderea dimensiunii particulelor pare a avea un efect favorabil și asupra altor proprietăți, ca de exemplu posibilitatea aplicării de prelucrări secundare prin roluire, extrudare, forjare etc., influențele fiind mai dificil de cuantificat.

I-5.2.5. Influența distribuției elementelor de armare

Cea mai importantă influență pe care distribuția particulelor pare a o avea este asupra ductilității și tenacității, și astfel în mod indirect asupra rezistenței mecanice, prin modificarea importantă a încărcărilor la nivel microscopic. Această influență este ilustrată în tabelul următor:

Tabelul I- 7. Influența uniformității distribuției particulelor de SiC asupra tenacității aliajului AA6061 pentru dimensiunea elementelor de armare de $\sim 10 \mu\text{m}$.

Nivelul de armare [% vol]	Distribuție	K_{IC} [$\text{MN}\cdot\text{m}^{-3/2}$]
10	Uniformă	23
10	Neuniformă	15
30	Uniformă	16
30	Neuniformă	13

Deoarece după producerea prin metalurgia pulberilor, dar mai ales după cea din topitură, distribuția nu este uniformă, se aplică de obicei o prelucrare secundară, de obicei printr-o deformare plastică la cald sau mai rar la rece. Această prelucrare nu poate înlătura total neuniformitățile mari, chiar la grade de deformare importante, motiv pentru care dezvoltarea unor metode de producere optimizate, care să asigure o distribuție cât mai bună, reprezintă un obiectiv de maximă importanță, avînd în vedere că scăderea ductilității și tenacității constituie un dezavantaj major al armării cu particule ceramice.

I-5.3. Mecanismul durificării prin dizlocații

Itinerariul de producere a compozitelor metalice implică într-o măsură mai mică sau mai mare aplicarea unor deformări sau a unor grade de subrăcire. Pe lângă deformațiile plastice aplicate în cazul prelucrărilor termomecanice, care produc dizlocații prin mecanisme în general cunoscute, densitatea de dizlocații este simțitor crescută datorită coeficienților de dilatare diferiți ai matricei, respectiv particulelor. Acest din urmă fenomen este de mare importanță pentru compozite.

Astfel la compozitele pe bază de aluminiu armate cu particule din carbură de siliciu, matricea are coeficientul de dilatare termică de aproximativ $23,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, iar particulele ceramice de tipul carburii de siliciu în jur de $4,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Din acest motiv la limitele între particule și matrice va apărea o densitate mare de dizlocații, atât în stare recoaptă, cit și

după o eventuală călire. Calculul densității de dizlocații rezultate a constituit obiectul preocupării a numeroși autori (Humphreys [114], Arsenault [6...9], Taya [305,306] etc.

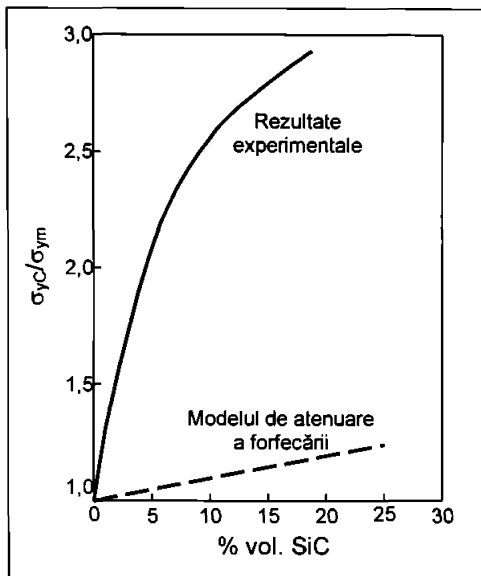


Figura I- 2. Raportul dintre limita de curgere a compozitului (σ_{yc}) și cea a matricei (σ_{ym}) în funcție de proporția armării.

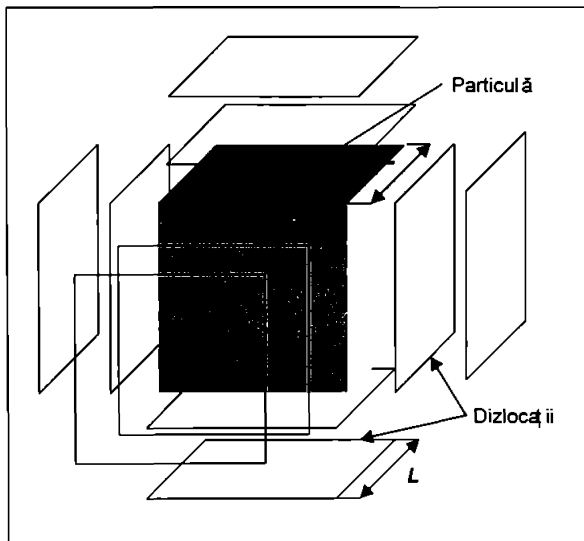


Figura I- 3. Particula ceramică și dizlocațiile produse la răcire.

Modelele bazate pe ipoteza *continuum*-ului elaborate pînă în prezent, s-au dovedit a avea o serie de neconcordanțe cu valorile experimentale. De exemplu modelul bazat pe

atenuarea forfecării⁷, aplicat cu succes în cazul fibrelor scurte, prevede o creștere liniară a raportului σ_{yc}/σ_{ym} , σ_{yc} reprezentând limita de curgere a compozitului, iar σ_{ym} cea a materialului matricei, așa cum rezultă din figura 1-2.

Un model simplu, alternativ celor bazate pe ipoteza *continuum*-ului pornește de la premiza că atât aluminiul cât și materialul ceramic au o elasticitate izotropică, forma elementelor de armare fiind cubică, de latură L (figura 1-3), iar dizlocațiile se produc după un aranjament prismatic, cu aceeași incidență pe toate laturile.

Deformația datorată diferenței ΔCT dintre coeficienții de dilatație termică a celor 2 materiale, matricea metalică și particulele ceramice, la o variație a temperaturii ΔT , are valoarea:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} = \Delta CT \cdot \Delta T \quad (1)$$

Dacă presupunem că tensiunea produsă de incompatibilitatea termică este eliberată prin generare de dizlocații, atunci când deplasarea depășește mărimea vectorului Burgers b (conform criteriului Brooks), iar întreaga deformare este eliberată prin apariția unor bucle dreptunghiulare de dizlocație, cu laturile L , pe fațetele particulelor, atunci lungimea totală a dizlocațiilor, generată pentru fiecare particulă are valoarea de $12 \cdot \varepsilon \cdot L^2/b$, iar densitatea dizlocațiilor este dată de relația:

$$\rho = 12 F_V \varepsilon / b L = 12 F_V \delta C \delta T / b L \quad (2)$$

în care F_V este proporția de armare cu particule ceramice.

1-5.4. Rezistența mecanică la curgere

Numeroase cercetări experimentale au dovedit că adaosul de particule ceramice are ca rezultat creșterea însemnată a rezistenței mecanice a compozitelor cu matrice din aliaj de aluminiu. Cu toate acestea, așa cum rezultă din tabelul următor această regulă empirică comportă unele excepții:

Tabelul 1- 8. Proprietățile unor compozite armate cu 20% vol. SiC și ale matricilor corespunzătoare.

Material	Limita tehnică $R_{p0,2}$ [MPa]	Rezistența mecanică R_m [MPa]	Alungire A [%]
Al - 1100	35	90	35
Al - 1100 + SiC	90	180	10 - 15
Al - 6061	275	310	12
Al - 6061 (T6) + SiC	400	500	5 - 6
Al - 2024	395	495	10
Al - 2024 (T6) + SiC	400	520	3 - 4
Al - 7075	500	570	12
Al - 7075 (T6) + SiC	450	550	3 - 4
Al - 8090	480	530	6
Al - 8090 (T6) + SiC	500	530	2 - 3

Datele experimentale publicate în literatură trebuiesc privite cu unele rezerve, din mai multe motive:

⁷ engl. shear lag.

- Calitățile de material obținute sunt foarte diferite, în special datorită unor probleme apărute la producere, astfel încât materiale care s-ar presupune să fie identice au de fapt proprietăți diferite; În măsura în care metodele de producere se îmbunătățesc se vor îmbunătății și proprietățile rezultate. La nivelul actual al cunoștințelor nu se cunosc proprietățile intrinsece ale unui compozit ideal;
- Cele mai multe contribuții în domeniu se referă la câte un singur material studiat, investigațiile extinse pentru mai multe mărci de material sunt foarte puține, iar studiul sistematic al parametrilor importanți ca mărimea particulei, forma și proporția volumică de armare, este doar la început;
- Cantitățile și sortimentele de materiale disponibile din partea producătorilor pentru studiu s-au redus simțitor în ultimul timp.

O tendință importantă care rezultă din studiul valorilor din tabelul 1 este că, dacă la aliajele cu rezistență mecanică mai redusă creșterea de rezistență mecanică este semnificativă, la aliajele caracterizate prin proprietăți mecanice mai ridicate, creșterea obținută prin armare este redusă.

Atunci când se dorește înțelegerea mecanismului de realizare a durificării, datele din literatură nu sunt întotdeauna concludente. De exemplu, în bibliografie apare frecvent limita de curgere tehnică, corespunzătoare deformației remanente de 0,2%. Deoarece compozitele ecrusează foarte repede, această mărime nu este în mod necesar echivalentă cu limita de curgere în sens fizic, datorită ductilității scăzute a compozitelor, care duce la o pantă destul de abruptă a caracteristicii efort - deformație, în zona de rupere a materialului. Din acest motiv rezistența mecanică la rupere este determinată în același timp de către ecrusare și ductilitate, nefiind o caracteristică fundamentală a materialului.

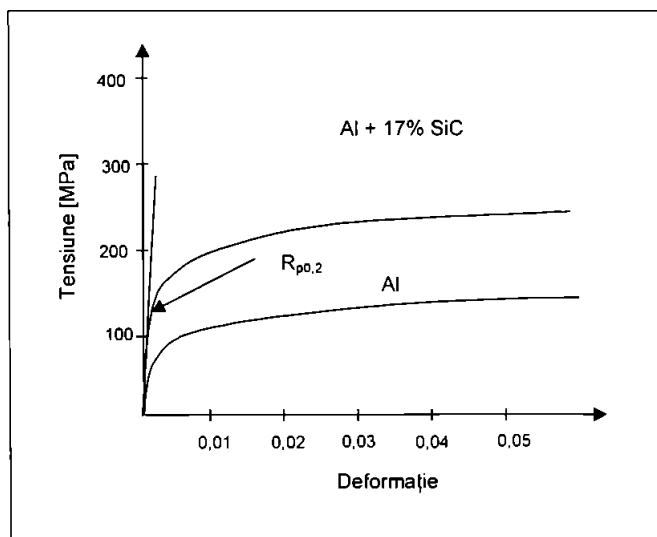


Figura I- 4. Curbele de tracțiune pentru Al și compozit Al+17% vol. SiC, recept la 550 C și răcit cu 1 C / minut pînă la 200 C.

Caracteristica tensiune - deformație a unui compozit produs prin metalurgia pulberilor, avînd matrice de aluminiu tehnic pur și armare cu 17 % vol. de particule din carbură de

siliciu, cu diametrul mediu 3 μm , poate fi comparată cu rezultatele obținute pentru matricea nearmată de aluminiu, cele două reprezentări fiind ilustrate grafic în figura I-4.

Principalele efecte ale armării sunt următoarele:

- creșterea modulului de rigiditate a lui Young;
- creșterea importantă a limitei de curgere a materialului;
- o viteză inițială de ecrusare mult mai mare.

Datorită acestei viteze inițiale de ecrusare deosebit de mari, determinarea efectivă a limitei de curgere este dificil de făcut cu o precizie acceptabilă, iar figura I-4 arată cu claritate diferența dintre limita de curgere efectivă și limita tehnică de 0,2%.

I-5.4.1. *Principalele modele pentru rezistență*

Rezistența mecanică a compozitelor cu fibre lungi poate fi modelată relativ simplu prin modelul *continuum*-ului. La aceste materiale rolul matricei este acela de a transfera încărcarea aplicată din exterior către fibre, iar rezistența mecanică de rupere se atinge atunci când fibrele se rup.

În cazul compozitelor armate cu particule fine dispersate în matrice, modelele se bazează pe abordări la nivel micro-mecanic. Limita de curgere este atinsă atunci când dizlocațiile se pot deplasa peste diversele bariere existente în matrice.

Dacă un compozit cu fibre aliniat și mai scurte decât lungimea critică este supus tracțiunii, ruperea se produce mai degrabă la desprinderea și smulgerea fibrelor decât la rupere. Limita de curgere a unui asemenea compozit este dată de relația:

$$\sigma_{cc} = \sigma_{CM}(1 - F_v) + \sigma_{CM}LF_v / 2d \quad (3)$$

unde σ_{CM} este limita de curgere al materialului matricei, iar L și d sunt lungimea și diametrul fibrelor.

Această ecuația se bazează pe modelul de atenuare a tensiunilor transversale și s-a dovedit că subestimează puternic valorile reale care se obțin pentru fibre foarte scurte, precum whiskers-urile sau particule sub formă de discuri, principalul motiv fiind acela că nu ține seama decât de transferul de sarcină către fibre prin tensiuni transversale, neglijând transferul de la capătul fibrelor, care se face prin eforturi de tracțiune. Această obiecție se menține și pentru alte relații de calcul bazate pe atenuarea tensiunilor de forfecare.

Teoria armării prin fibre se bazează pe transferul de sarcină între matrice și fibre prin intermediul interfețelor. Pe măsură ce fibrele sunt tot mai scurte trebuiesc operate o serie de aproximații prin modificări ale modelului de bază, iar atunci când se ajunge la *whiskers*-uri sau chiar particule, aproximațiile domină asupra modelului, astfel că nu mai există nici o bază pentru luarea în considerare a transferului de sarcină. Aceasta există probabil în continuare dar nu poate explica decât o mică parte a creșterii de proprietăți mecanice. Acesta este motivul pentru care la modelarea creșterii proprietăților mecanice se preferă explicarea prin mecanisme micro-mecanice.

În cazul unui compozit format dintr-o matrice din aliaj de aluminiu, armat cu particule dure, echiaxiale, curgerea se va produce atunci când efortul aplicat va fi suficient de mare, astfel încât dizlocațiile existente în material se vor putea mișca. O serie de bariere se opun acestor mișcări, dintre acestea putem aminti tensiunile interne, dizlocațiile, particulele, limitele de grăunte și substructura.

I-5.4.2. *Tensiunile interne*

Diferențele dintre coeficienții de dilatare liniară ai celor două componente principale care formează compozitul, aliajul metalic și particulele ceramice, produc la răcirea de la temperaturi ridicate tensiuni interne de valori mari. O parte dintre aceste tensiuni sunt eliberate prin procese difuzive sau prin deformarea plastică a matricei, cu formarea de

dizlocații. Partea rămasă nerelaxată va produce compresiunea particulelor și solicitarea la tracțiune a matricei, această valoare fiind în funcție de dimensiunea particulelor. Se cunoaște din teoria dizlocațiilor că există o tensiune minimă necesară producerii de dizlocații. Tensiunea produsă ca reacție la formarea dizlocațiilor va crește tensiunea rezultantă și valoarea necesare pentru formarea de noi dizlocații, iar relaxarea va fi din ce în ce mai dificilă pe măsură ce noile dizlocații se formează. Tensiunile interne reziduale rămase după descărcare sunt de natură elastică, ele putând fi calculate din relații analitice elaborate anterior pentru incluziuni elipsoidale (Eshelby 1957) modificate pentru proporții mari de armare, la care apar interacțiuni între particule (Mori și Tanaka 1973). Aplicarea acestor relații la compozitele cu matrice metalică a fost studiată în amănunt de numeroși autori (Taya și Arsenault - 1987, Arsenault și Taya - 1987, Withers - 1987).

Măsurătorile directe asupra parametrilor de rețea au confirmat existența tensiunilor interne reziduale în compozitele armate cu whiskers-uri și particule. Mărimea acestor tensiuni elastice a fost evaluată ca amplitudine ca fiind echivalentă cu cea produsă de o răcire cu o diferență de 50°C.

Efectul acestor tensiuni reziduale asupra proprietăților mecanice depinde foarte mult de forma elementelor de armare. La whiskers-urile aliniate pe direcția de aplicare a tensiunii de încercare se constată o tensiune reziduală anizotropică, rezultând o tensiune reziduală de tracțiune importantă pe direcția fibrelor. Din acest motiv este de așteptat ca tensiunea de curgere a materialului să fie mai mare la compresiune decât la tracțiune, fapt demonstrat cu claritate (Withers - 1987, Arsenault și Taya - 1987). În cazul particulelor echiaxiale tensiunile reziduale sunt de tip hidrostatic, rezistențele la compresiune și tracțiune fiind similare. Deși o tensiune hidrostatică uniformă ar trebui să aibe un efect redus asupra unui material armat cu particule echiaxiale, cele mai multe dintre particule au formă neregulată, astfel că în mod local tensiunile reziduale pot influența rezistența mecanică.

1-5.4.3. Dizlocațiile reziduale

Dizlocațiile generate de răcirea aplicată compozitelor cu matrice metalică vor influența de asemenea tensiunea de curgere a materialului. Dacă presupunem că dizlocațiile sunt uniform distribuite, atunci durificarea realizată va fi dată de o expresie de forma:

$$\sigma_D = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (4)$$

În expresia de mai sus G este modulul de elasticitate transversal, b este vectorul Burgers, iar constanta α este de regulă cuprinsă pentru diferite tipuri de materiale între 0,5 și 1,25, ultima dintre valori corespunzând matricei de aluminiu.

Deși s-a constatat că în compozitele cu matrice metalică creșterea densității de dizlocații are o contribuție importantă la durificarea materialului, această creștere este greu cuantificabilă matematic. Studiile s-au concentrat mai ales asupra călirii aliajelor metalice care nu precipită faze secundare. De exemplu la compozitele formate din matrice de aluminiu pur, armate cu particule de SiC, duritatea prezintă o variație aproximativ liniară în funcție de intervalul de temperatură pe care s-a făcut răcirea pentru călire. De asemenea o variație liniară a fost găsită și pentru variația durității în funcție de proporția de armare cu particule.

Cele amintite mai sus sunt ilustrate prin comparea curbelor de tracțiune din figura 1-4, trasate pentru un aluminiu pur și un compozit Al / 17% vol. SiC_p, în stare recoaptă și aceleași curbe ridicate pentru aluminiu și compozit în stare călită de la 550°C. Dacă rezistența mecanică a compozitului a crescut simțitor prin călire, modificările pentru aluminiu sunt nesemnificative, ceea ce conduce la ideea că s-a obținut durificarea

compozitului la călire ca urmare a dizlocațiilor produse de dilatările diferite ale celor două componente.

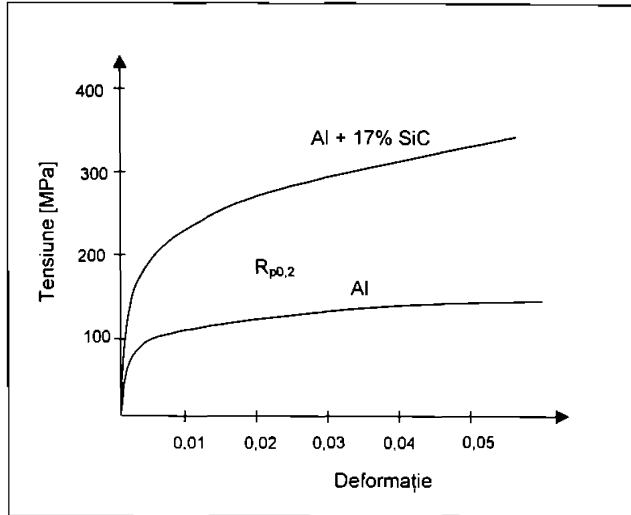


Figura 1- 5. Curbele de tracțiune pentru Al și compozit Al+17% vol. SiC, călit în apă rece de la 550°C.

Dacă se aplică temperaturi diferite pentru călire se obțin valori mult diferite ale densităților de dizlocații. Măsurările efectuate prin microscopie electronică de transmisie pentru 2 cazuri, compozit călit de la 200°C și 550°C, au dat valori de $3 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$ respectiv 10^{13} m^{-2} .

În general, valorile obținute experimental pentru densitățile de dizlocații sunt în bună concordanță cu ceea ce se calculează din relația (2), însă durificările calculate prin relația (4) sunt de pînă la 5 ori mai mici decît valorile experimentale. Aceasta sugerează că nu se poate interpreta creșterea de duritate la călire doar ca efect al dizlocațiilor apărute prin contracții termice diferite. Această neconcordanță a fost pusă de unii autori în contul distribuției neuniforme a dizlocațiilor, care sunt mai dense în jurul particulelor. S-a presupus că materialul va începe să curgă mai întîi în spațiul dintre particule, acolo unde dizlocațiile sunt mai rare, aceasta făcînd ca valorile limitei de curgere să fie mai scăzute decît cele calculate prin (4). Această presupunere nu a fost validată experimental decît în cazul unor aliaje, la metalele pure dizlocațiile fiind de regulă uniform distribuite.

În cazul compozitelor avînd ca matrice un aliaj și nu un metal, este de asemenea semnificativ faptul că și natura dizlocațiilor este diferită, acestea avînd un aspect mult mai complex, sub formă elicoidală, cu numeroase bucle și întretăieri etc.

Din aceste motive durificarea prin călire nu poate fi atribuită în totalitate fie tensiunilor interne reziduale, fie dizlocațiilor. Rămîne astfel deschisă problema atribuirii efectului de durificare și altor factori, ca de exemplu defectelor punctiforme.

1-5.4.4. Durificarea prin particule

În cazul compozitelor armate cu particule trebuie luată în considerare posibilitatea durificării datorate faptului că dizlocațiile trebuie să depășească particulele, conform ipotezelor formulate de către Orwan, descrise pe larg atunci cînd se analizează mecanismele de creștere a rezistenței la fluaj. Dacă armarea s-a făcut prin particule echiaxiale creșterea tensiunii de curgere se poate descrie prin următoarea relație:

$$\sigma_0 = 2G \cdot b/S \quad (5)$$

S fiind distanța între particule.

Așa cum s-a subliniat de către diverși autori valoarea creșterii de tensiune introdusă de către acest efect este redusă în cazul armării prin particule, valorile prezentate în literatură reprezentând doar a zecea parte din creșterea totală de tensiune. O serie de ipoteze emise au presupus că această componentă ar putea fi semnificativă în cazul particulelor foarte fine sau al whiskers-urilor de dimensiuni mici. Cu toate acestea, la aceste tipuri de compozite, cele mai multe dintre elementele de armare se află la limitele de grăunte, astfel încât este îndoielnic că mecanismul lui Orvan poate fi aplicat în aceste situații.

Compozitele având matrici din aliaje complexe, durificabile, conțin faze precipitate, iar durificarea realizată prin acestea poate fi asimilată durificării prin particule. Cu toate acestea, așa cum s-a raportat în diverse lucrări, comportarea la îmbătrânire a compozitelor față de cea a aliajelor nearmate este contradictorie. La unele aliaje, probabil datorită densității mai mari de dizlocații care favorizează germinarea heterogenă a precipitatelor, se constată un efect de accelerare a îmbătrânirii. Accelerarea îmbătrânirii nu a fost însă constatată la aliaje de tip 8090. La unele aliaje succesiunea structurală a fazelor de durificare este aceeași în matricea armată cât și în cea nearmată, iar în unele situații s-a constatat că durificarea maximă prin îmbătrânire nu este corespunzătoare precipitării de fază secundară, ci realizării unei granulații mai fine. Este posibil ca în unele situații efectul de durificare la călire prin mecanismele descrise anterior (tensiuni interne reziduale, dizlocații) să scadă la îmbătrânire pe măsura durificării prin precipitare, efectul global fiind de păstrare a valorilor proprietăților mecanice, sau chiar de creștere a lor.

1-5.4.5. Durificarea prin grăunți și subgrăunți

Prelucrările termice și termomecanice la care sunt supuse compozitele cu matrice metalică au efect realizarea unei granulații fine, la materialele cu bază de aluminiu, valorile tipice ale diametrelor de grăunte fiind cuprinse între 1 și 10 μm . Literatură de specialitate a tratat în mai mică măsură, pînă în prezent influența pe care mărimea de grăunte o are asupra creșterii limitei de curgere, cei mai mulți dintre autori nefiind preocupați de granulația materialului produs. În general efectul granulației asupra creșterii limitei de curgere se poate exprima prin ecuația Hall-Petch:

$$\sigma_G = k_Y d^{1/2} \quad (6)$$

Constanta k_Y pentru limitele de grăuntele la unghiuri mari, în aluminiu, are valoarea de aproximativ $k_Y = 0,1 \text{ MN}\cdot\text{m}^{-3/2}$, iar la aliajele aluminiului cu granulație fină în jurul lui $k_Y = 0,15 \text{ MN}\cdot\text{m}^{-3/2}$. Cu această ultimă valoare se calculează creșterea limitei de curgere $\sigma_G = 50 \text{ MPa}$ pentru diametrul mediu al grăuntelui de 10 μm și $\sigma_G = 150 \text{ MPa}$ la un grăunte mediu de 1 μm . Așa cum se constată acest parametru este important în evaluarea creșterii de proprietăți mecanice la multe compozite cu matrice metalică.

Compozitele deformate recristalizează prin recoacere la o granulație fină. Dacă dimensiunile particulelor și proporția de armare au valori care inhibă recristalizarea, așa cum se întâmplă de exemplu la materialele supuse alierii mecanice, la care se formează dispersii fine de oxizi, atunci materialul va păstra o structură fină la nivel de subgrăunte, aceasta contribuind la proprietățile mecanice ale materialului. În unele cazuri materialul nedeformat și supus recoacerei va avea de asemenea o structură conținând subgrăunți, rezultată din relaxarea tensiunilor induse termic.

Durificarea prin subgrăunți se poate exprima de asemenea prin ecuația (6), înlocuind valoarea corespunzătoare pentru subgrăunți a constantei, $k_Y = 0,05 \text{ MN}\cdot\text{m}^{-3/2}$.

1-5.4.6. Ecrusarea compozitelor cu matrice metalică

Numeroși autori au semnalat viteza ridicată de ecrusare la deformări reduse a compozitelor cu matrice metalică, comparativ cu aliajele metalice din care provin. Acest efect rezultă cu claritate din analiza figurii 1-4, în cazul unui compozit Al / 17% vol. SiC_p. S-a mai sugerat că durificarea rapidă s-ar datora epuizării dizlocațiilor, mai degrabă decât unei ecrusări propriu-zise, acest fapt nu a putut fi demonstrat cu claritate. Analizându-se în paralel figurile 1-4 și 1-5, se constată că viteza inițială a durificării este afectată de călire, ceea ce sugerează o posibilă asociere cu structura dizlocațiilor reziduale. Cu toate acestea sunt și alți factori care pot fi puși în legătură cu creșterea vitezei de durificare a matricei metalice.

Astfel în fazele inițiale ale deformării sunt prezente bucle de dizlocație de tip Orwan nedescărcate, realizându-se un transfer al încărcării de la matricea deformată la particulele nedeformabile prin intermediul acestor bucle sau, dacă particulele sunt situate la limitele de grăunte, prin intermediul altor mecanisme echivalente de dizlocații. Valoarea medie a tensiunii din matrice datorată buclelor de dizlocație nerelaxate este dată de relația Brown-Stobbs:

$$\tau = G \cdot \Gamma \cdot F_v \cdot \varepsilon \quad (7)$$

unde ε reprezintă deformațiile nedescărcate, iar Γ este factorul de acomodare al lui Eshelby, avînd pentru o incluziune sferică valoarea de 0,5.

Dacă modulele de elasticitate ale matricei (G) și particulelor (G^*) sunt diferite, atunci în relația (7), G se înlocuiește prin valoarea modulului efectiv G' .

Comparînd valorile analitice de calcul pentru viteza de ecrusare a materialului, exprimată prin relații derivate din (7), cu curbele experimentale de tipul celor din figura 1, se constată că modelul considerat acoperă corespunzător constatările experimentale, cu preponderență cele referitoare la panta inițială a curbei de tracțiune, care exprimă tocmai viteza de ecrusare. În concluzie, acest tip de ecrusare este important în explicarea durificării inițiale, la valori mici ale deformației.

Tensiunile ridicate induse pe interfața particulă-matrice de către dizlocații conduc la descărcarea buclelor de tip Orwan, pentru deformări reduse. La deformări mari particulele vor contribui la ecrusare prin generarea de alte dizlocații, necesare din punct de vedere geometric. O estimare aproximativă a durificării produse de acestea din urmă este dată de Ashby:

$$\left(\frac{d\tau}{d\varepsilon}\right)^{1/2} = \alpha \cdot G \cdot \left(\frac{2F_v \cdot b}{d}\right)^{1/2} \quad (8)$$

Această relație dă o valoare mult mai mică a vitezei de ecrusare decât buclele de tip Orwan, reflectînd influența mai redusă a acestui tip de mecanism.

1-5.4.7. Aditivitatea efectelor de durificare

Limita de curgere a unui compozit cu matrice metalică complexă, armat cu particule ceramice va depinde de mai mulți factori:

- Tensiuni interne la mare distanță, produse de contracții termice și dizlocații nedescărcate (σ_i);
- Dizlocații produse la călire și ecrusare (σ_D);
- Structura de grăunte și subgrăunte formată la producere și prelucrare (σ_G);
- Durificarea prin precipitare (σ_P);
- Durificarea prin solubilizare (σ_S).

Gradul în care aceste componente vor contribui la creșterea limitei de curgere, mărimea efectelor produse de ele depind de tipul compozitului și de prelucrările mecano-termice la care materialul a fost supus. Efectele produse nu sunt în mod necesar aditive, deoarece dizlocațiile răspund în mod diferit la diversele tensiuni și obstacole. Se constată că obstacolele dure, precum particulele sau dizlocațiile contribuie cu un efect reprezentat cel mai adecvat prin termenul $\sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_D^2}$, iar durificările realizate de obstacole moi, reprezentate de exemplu de elementele solubilizate pot fi adunate liniar, la fel ca și tensiunile interne. Tensiunea necesară deplasării unei dizlocații în interiorul unui grăunte devine astfel: $\sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_D^2} + \sigma_S + \sigma_I$. Acesta este echivalent ca formă cu tensiunea de frecare internă din ecuația Hall-Petch, motiv pentru care se poate adăuga la expresia anterioară efectul mărimii de grăunte, rezultând finalmente:

$$\sigma = \sqrt{\sigma_p^2 + \sigma_D^2} + \sigma_S + \sigma_I + \sigma_G \quad (9)$$

Această expresie este însă o suprasimplificare a fenomenelor care au loc în material, ea fiind supusă la numeroase critici, mai ales legată de faptul că nu conține referire explicită la gradul de armare cu particule ceramice, care influențează semnificativ valoarea finală. Cu toate acestea nu au putut fi elaborate pînă în prezent modele mai precise, care să satisfacă nevoile practice, nici măcar pe clase restrînse de compozite metalice, chestiunea studiului micro-mecanic rămînînd deschisă.

1-5.5. Rezistența mecanică la rupere

Compozitele metalice armate cu particule ceramice au în general o ductilitate scăzută, de multe ori ruperea producîndu-se în timp ce materialul încă ecrusează. Din acest motiv rezistența mecanică la rupere^{*} este dependentă de ductilitate, astfel încît o analiză a modului de rupere este relevantă pentru studiul acestei proprietăți. Există mai multe moduri în care un compozit metalic se poate rupe:

- Ruperea ductilă a matricei;
- Ruperea fragilă a matricei;
- Decoeziunea interfeței particulă-matrice
- Ruperea fragilă a particulelor.

Așa cum s-a demonstrat prin numeroase date experimentale ductilitatea scade odată cu creșterea proporției de armare. Pentru un anumit procent de particule ductilitatea scade dacă particulele sunt distribuite neomogen. Compozitele fiind de fapt materiale neomogene, împrăștierea largă a rezultatelor experimentale obținute de diferiți autori, pare a fi efectul acestui din urmă factor.

Aspectul secțiunii de rupere al compozitelor cu matrice pe bază de aluminiu armat cu particule ceramice, mai ales SiC și Al₂O₃, este caracterizat de prezența unor mici cratere, caracteristice rupei ductile a matricei, rupei de tip fragil nefiind observate. În cazul folosirii particulelor de SiC nu s-au constatat decoeziuni ale interfeței particulă – matrice, fie în cazul în care elementele de armare sunt particule sau whiskers-uri, tensiunea de coeziune estimată fiind de cel puțin 1,7 GPa, valoare comparabilă cu rezistența mecanică a particulelor de SiC. Ruperea se face de regulă fără a se observa gîtuirea, iar aspectul microscopic al secțiunii de rupere prezintă destul de puține fisuri la distanță mare de linia principală de rupere. Acest aspect diferă semnificativ de cel al altor tipuri de materiale, armate prin particule, la care se întîlnesc goluri la particule aflate în apropierea suprafeței de rupere.

^{*} engl. *ultimate tensile strength* – UTS.

Principalul mecanism care se constată la ruperea acestui tip de materiale este de tip ductil în cazul matricei și de tip fragil pentru particule. Cercetările efectuate au relevat că ruperea se amorsează în matrice, în apropierea particulei de armare, care nu se rupe, iar coalescența golurilor microscopice duce la rupere. Se constată de asemenea că de obicei în secțiunea de rupere se găsesc un număr mai mic de particule decât într-o secțiune oarecare și că aliajul de aluminiu aderă puternic la particule, fapt care indică tendința fisurii de a evita particulele. Cu toate acestea unele surse bibliografice au indicat un număr destul de important de particule rupte, chiar în secțiunea de rupere. Absența unor goluri stabile sugerează că, spre deosebire de aliajele armate cu proporții reduse de elemente de armare, unde ruperea se produce prin creșterea golurilor, la procente de armare ridicate stadiul critic în ruperea compozitelor metalice îl reprezintă germinarea de goluri. Un gol germinează la interfața cu particulele sau ca și crăpătură în interiorul particulei, atunci când tensiunea depășește nivelul necesar decoeziunii, respectiv fisurării particulei. Acumularea de dizlocații la nivelul particulelor duce la creșterea locală a tensiunii, care poate fi într-o oarecare măsură disipată printr-un proces de deformare plastică locală, ca de exemplu generarea secundară a dizlocațiilor, acest proces fiind prezentat în mod schematic în figura 1-6.

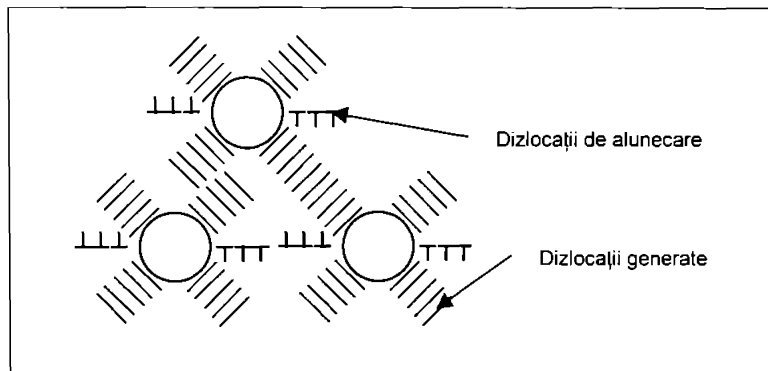


Figura 1- 6. Reprezentarea schematică a relaxării plastice și inhibarea ei de către alte particule.

Relaxarea plastică devine tot mai dificilă pe măsură ce deformarea continuă, deoarece dizlocațiile generate pe particule sunt împiedicate în deplasarea lor de către acele dizlocații aflate deja în vecinătatea particulelor. Din acest motiv tensiunea crește, putându-se produce fisuri locale.

Orice factor care inhibă deplasarea dizlocațiilor va face mai dificilă relaxarea plastică și va duce la producerea unei tensiuni de rupere pentru o valoare mică a deformației. Astfel la compozitele cu proporție ridicată în elemente de armare este probabil ca zona de deformare plastică a unei particule să interfereze cu cea a unei particule alăturate, inhibând relaxarea și măbind tensiunea locală. Ductilitate redusă a compozitelor cu matrice metalică se datorează în primul rând acestui efect. Un procent ridicat al elementelor dizolvate sau prezența unor precipitate are de asemenea tendința să împiedice disiparea tensiunii create asupra particulelor ceramice, astfel încât pentru o proporție dată a particulelor, ductilitatea scade odată cu creșterea rezistenței mecanice a matricei.

Tensiunea critică pentru amorsarea fisurilor nu depinde foarte mult la aceste modele de mărimea particulei ceramice. Studiul bibliografic a relevat că nici tenacitatea nu depinde foarte mult de mărimea particulelor pentru dimensiuni sub 20 μm , scăzând puternic la

creșterea peste această limită. Particulele cu dimensiuni peste 8 μm prezintă o oarecare tendință spre fisurare, fapt care poate fi interpretat în sensul unei probabilități mai mari de existență a defectelor în particulele mai mari. Diferiți autori au raportat valori ușor schimbate pentru aceste limite, fiind dificil a se discerne, la nivelul actual al cunoștințelor, în ce măsură rezultatele au fost influențate de distribuția particulelor în matrice, factor care poate fi dominant în unele situații.

În concluzie, cele mai importante dintre contribuțiile în domeniu semnaleză pentru compozitele metalice armate cu particule următoarele caracteristici privitoare la rezistența mecanică:

- Ruperea se face preponderent prin mecanismul de formare a golurilor și mai puțin prin cel de creștere a lor. Dacă apariția golurilor se face predominant prin ruperea particulelor sau a matricei, în zona adiacentă particulelor, nu este pe deplin lămurit, datele din bibliografie fiind contradictorii;
- Ductilitatea materialelor are tendința de scădere odată cu creșterea rezistenței mecanice a aliajului matricei;
- Efectul creșterii proporției de armare este în mod evident îndreptat înspre scăderea ductilității, dar efectul mărimii particulelor este mai puțin clar;
- Distribuția particulelor în matricea metalică are un efect critic, deoarece o distribuție neuniformă va produce local zone cu proporție de armare exagerat de mare, cu o fragilitate ridicată, ele determinând în ultima instanță comportarea globală a materialului.

I-5.6. Plasticitatea la rece

Așa cum s-a arătat anterior, în timpul deformării plastice, în matrice se vor forma dizlocații secundare, având rolul de a relaxa tensiunea produsă de dizlocațiile de alunecare. În cazul prezenței particulelor nedeformabile, având mărimi de ordinul celor folosite la producerea de compozite, principala caracteristică a acestor dizlocații generate secundar o constituie rotația importantă a rețelei cristaline în zona imediat alăturată particulelor.

Sucesiunea cea mai probabilă a fenomenelor produse, confirmată parțial de observații experimentale, este următoarea (figura I-7):

- Dizlocațiile de alunecare interacționează cu particulele ceramice producând bucle de tip Orwan (a);
- Chiar pentru deformări reduse ($\ll 1\%$) tensiunile ridicate care se produc la interfața matrice-particulă generează dizlocații secundare, iar relaxarea parțială a tensiunii îi permite particulei o rotire de unghi γ (b);
- Dacă deformarea continuă, va fi din ce în ce mai greu ca dizlocațiile de alunecare să ajungă în vecinătatea particulelor, din cauza tensiunilor de reacție care au rămas nerelaxate și al încręgăturii de dizlocații generate secundar. Dacă dizlocațiile de alunecare nu pot ajunge la particule, atunci de fapt particula și zona învecinată a matricei, care a devenit impenetrabilă, acționează ca un obstacol nedeformabil, ce se va roti în timpul deformării și va genera dizlocații secundare (c).
- Din acest motiv, pe măsură ce deformarea avansează, zona rotită se extinde în jurul particulei, rotația maximă înregistrându-se în imediata vecinătate a particulei, având valoarea γ față de o zonă a matricei suficient de îndepărtată, scăderea fiind progresivă (d). Dacă, așa cum este de așteptat într-un caz real, asupra unei particule acționează consecutiv mai multe sisteme de alunecare, se poate întâmpla fie ca să se formeze noi zone rotite, fie zonele formate anterior sunt rotite suplimentar de noua alunecare.

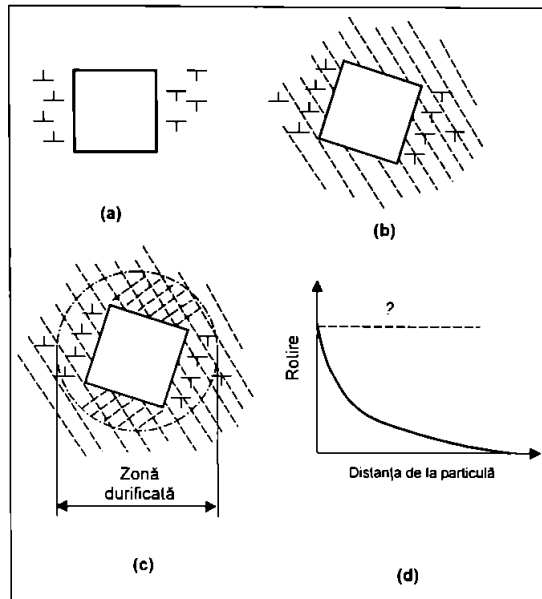


Figura 1- 7. Formarea rotirilor de rețea cristalină la interfața cu particulele.

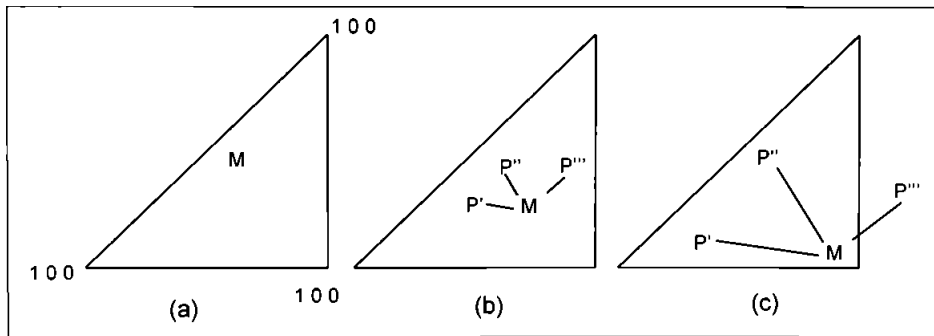


Figura 1- 8. Formarea texturii la compresiunea unui aliaj conținând particule.

Dacă se consideră un grăunte avînd orientarea M , într-un agregat policristalin de aluminiu (a), supus unei deformări de compresiune, atunci în timpul deformării matricea se deplasează progresiv către $[110]$ și se vor forma după toate probabilitățile trei zone de deformare (de orientare P) la nivelul particulei ceramice (b și c). De aceea în timp ce într-un aliaj monofazic se va dezvolta o textură $[110]$, într-un compozit deși o parte din matricea de aluminiu are orientarea M , există o parte semnificativă avînd o orientare între M și cele notate P' , P'' și P''' . Rezistența materialului texturat este de aceea redusă cu o cantitate dependentă de volumul total ocupat de zonele deformate. Textura formată în timpul deformării plastice la rece, de exemplu prin roluire este mai puțin pronunțată decît la aliajul neformat supus aceluiași grad de deformare.

I-5.7. Plasticitatea la cald

Plasticitatea la cald a acestei categorii de materiale este importantă din mai multe puncte de vedere:

- Itinerariul de producere al compozitelor include operații de deformare plastică la cald, absolut necesare consolidării, omogenizării distribuției de particule și conferirii formei finale; deoarece ductilitatea este în general redusă, deformarea la cald este absolut necesară;
- Creșterea rezistenței la fluaj este unul din obiectivele importante ale studierii și producerii compozitelor cu matrice metalică, avînd în vedere că aliajele nearmate ale aluminiului prezintă o scădere accentuată a proprietăților mecanice odată cu creșterea temperaturii, iar pe de altă parte acestea au un bun potențial de utilizare în industria automobilului și în alte aplicații, la care greutatea specifică mică este o cerință importantă.

Rezistență mecanică a compozitelor cu armare discontinuă are tendința de scădere la creșterea temperaturii, puține excepții fiind semnalate pînă în prezent. Astfel s-a raportat creșterea rezistenței doar la unele compozite armate whiskers-uri, în intervalul de temperatură 100-200°C, aceasta părînd a fi efectul unui ameliorări a ductilității, mai mult decît modificarea valorii tensiunii de curgere.

În general tensiunea de curgere scade la o creștere moderată a temperaturii, însă în măsură mult mai redusă decît se întîmplă la aliajul nearmat. În intervalul 200-300°C compozitele produse pe baza aliajelor aluminiului au o scădere accentuată a limitei de curgere și o reducere importantă a vitezei de ecrusare. La temperaturi aflate în jurul valorilor de 500°C tensiunea de curgere a materialului poate scădea sub valoarea corespunzătoare a aliajului din care provine, iar viteza de deformare are o influență crescută. Acest fapt este pus pe seama accentuării fenomenelor de alunecare la limitele de grăunte, avînd în vedere că materialele compozite intră de obicei în categoria celor cu granulație fină.

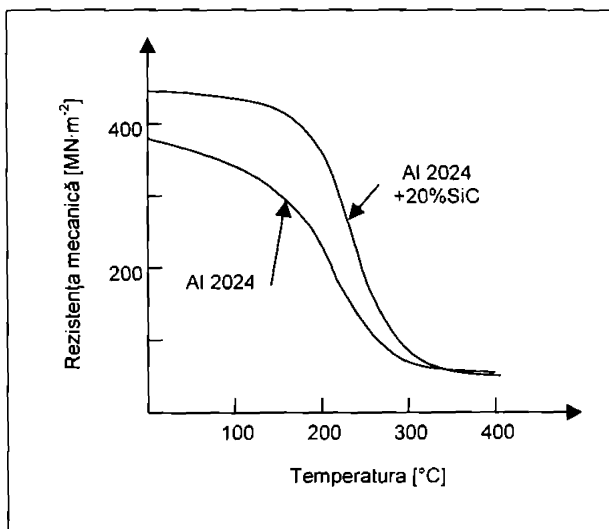


Figura I- 9. Evoluția comparativă a rezistenței mecanice cu temperatura pentru un compozit și matricea nearmată.

O asemenea comportare tipică este pusă în evidență în figura I-9 pentru un compozit cu matricea dintr-un aliaj Al-4,2%Cu-1,47%Mg-0,56%Mn, armat cu 20%vol. SiC, comparativ cu matricea nearmată: Datele experimentale acumulate pun în evidență o temperatură de tranziție la o comportare plastică, situată la matricile din aliaj de aluminiu în jurul valorii de 200-300°C. Peste această temperatură la unele materiale proporția alungirii uniforme se reduce astfel încât se constată o gîtuire puternică, iar ductilitatea totală de obicei crește foarte mult, valori maxime se constată în jur de 500°C. Suprafețele de rupere au un aspect asemănător celui de la temperatură ambiantă, existînd și cazuri de rupere intergranulară. S-au identificat în mare trei intervale de temperatură care definesc comportarea compozitelor cu matrice din aliaje de aluminiu:

- $T < 200 \dots 300^\circ\text{C}$: la aceste valori de temperatură materialul prezintă o ecrusare puternică, o rezistență la curgere ridicată și o ductilitate scăzută;
- $200 \dots 300^\circ\text{C} < T < 500^\circ\text{C}$: viteza de ecrusare a materialului scade, iar ductilitatea se îmbunătățește;
- $T > 500^\circ\text{C}$: ductilitatea devine ceva mai mică, materialul este mai sensibil la viteze mari de deformare, iar ruperea se produce mai ales intergranular.

I-5.7.1. Tranziția la rece

Tranziția stării micromecanice a materialului compozit corespunde cu relaxarea difuzivă a tensiunilor la nivelul particulelor. Așa cum s-a arătat anterior, la temperaturi apropiate de cea ambiantă, dizlocațiile de alunecare se acumulează pe particule, consecința acestui fapt fiind că materialele compozite metalice se ecrusează rapid și au o ductilitate scăzută.

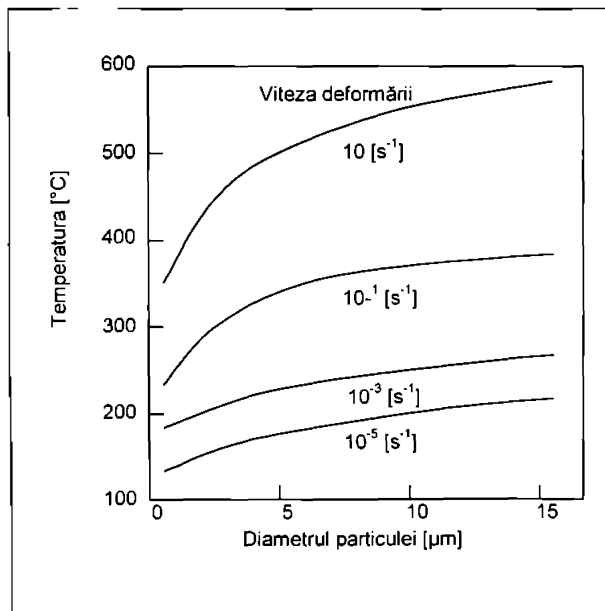


Figura I- 10. Temperaturile critice pină la care are loc acumularea tensiunii in particule.

La temperaturi mai ridicate dizlocațiile acumulate au posibilitatea să depășească particulele, iar viteza cu care aceste dizlocații depășesc particulele este mai mare decât

cea de acumulare. Din acest motiv nu va exista o creștere a tensiunii pe particule, materialul se ecrusează mai încet, iar ruperea nu se va produce datorită tensiunilor locale ridicate.

Acest model a fost parțial verificat pe compozite bazate pe aliaje de aluminiu, la proporții de armare moderate și dimensiuni ale particulelor ceramice între 0,5 și 15 μm. În aceste cazuri se definește și un nivel al vitezei de deformare pînă la care nu are loc acumularea tensiunii pe particule:

$$\dot{\epsilon}_t = K_1 \cdot \exp(-Q_V / RT) / T \cdot d^3 + K_2 \cdot \exp(Q_B / RT) / T \cdot d^2 \quad (10)$$

K_1 și K_2 reprezentînd constante, iar Q_V și Q_B energiile de activare pentru difuzia în volum, respectiv la limitele de grăunte. La cele mai multe dintre compozitele de aluminiu, la care diametrul particulei este $d > 1 \mu\text{m}$, cel de al doilea termen exprimînd difuzia la limite de grăunte este de valori mici.

În figura I-10 sunt reprezentate temperaturile critice pînă la care există o acumulare pe particule a dizlocațiilor de alunecare, în funcție de diametrul particulelor folosite și viteza de deformare aplicată. Tranziția de la o stare la alta, atunci cînd temperatura crește peste valorile critice, se bazează pe relaxarea difuzivă, activată prin tensiunile locale mari, ca urmare a acumulării de dizlocații în apropierea particulelor. Viteza cu care se produce relaxarea nu depinde de distanța dintre particule, în afară de cazul cînd această distanță este mai mică decît diametrul mediu al particulelor, situație la care trebuie luată în considerare posibilitatea difuziei între particule adiacente. La particule echiaxiale aceasta se va produce dacă proporția volumică a armării cu particule este mai mare decît 20%.

Relațiile de tipul ecuației (10) și reprezentările din figura I-10 pot fi folosite pentru a prevedea condițiile în care compozitele de aluminiu pot fi deformate cu succes la cald.

Analizînd curbele prezentate în figura I-10 se constată că, din punct de vedere tehnologic, compozitele cu particule mari au un interval mai redus de prelucrare. Acesta este limitat practic de nivelul mai ridicat al temperaturii critice de tranziție și valoarea temperaturii *solidus* a materialului, putînd duce în cazul particulelor cu diametre prea mari la intervale optime de deformare prea mici pentru a fi realizate practic.

I-5.7.2. Superplasticitatea compozitelor armate cu particule

Tranziția care are loc în comportarea mecanică a compozitelor în jurul temperaturii de 500°C pare să corespundă apariției alunecării la limitele de grăunte, care are un efect deosebit la aceste materiale, datorită granulației fine. Sub această temperatură, dominant devine procesul de deformare prin dizlocații, care are loc în interiorul grăuntelui, peste aceasta putîndu-se suprapune alunecarea la limitele de grăunte. În anumite condiții ultimul dintre mecanisme poate conduce la o comportare superplastică a materialului.

Cu toate acestea alunecarea la limitele de grăunte este inhibată de particulele nedeformabile situate la limite. Viteza de deformare care se produce prin alunecarea la limite de grăunte este dată de următoarea relație:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{K \cdot \sigma \cdot X^2 D_V}{D \cdot k \cdot T \cdot d^3} \left(1 + \frac{5\delta \cdot D_B}{d \cdot D_V} \right) \quad (11)$$

În relația de mai sus K este o constantă, X reprezintă distanța dintre particule, δ grosimea interfeței matrice – particulă, d diametrul particulei, D mărimea grăuntelui, iar D_B și D_V sunt coeficienții de difuzie la limitele de grăunte și în masa materialului.

Dacă $\dot{\epsilon}_s$ controlează viteza de deformare, atunci tensiunea va crește puternic la marginea particulelor și poate apărea fenomenul de cavitație, cu scăderea puternică a ductilității.

Dacă alunecarea la limitele de grăunte nu este fenomenul predominant, materialul poate prezenta un comportament de superplasticitate. După cum se observă din relația (11), $\dot{\epsilon}_p$ este invers proporțional cu puterea a treia a diametrului particulei, ceea ce explică importanța deosebită a acestui parametru asupra efectului a diferite particule. Astfel separările fine de fază secundară nu afectează alunecarea la limitele de grăunte, în timp ce particulele mai grosolane au efect defavorabil asupra ductilității.

Compozitele metalice au în general granulație fină și destul de stabilă, dar de obicei există și o fracțiune de particule de dimensiuni mai mari. Acești factori se contrabalansează reciproc, așa cum rezultă din relația (10), iar superplasticitatea este posibilă în anumite condiții. Cercetările experimentale au evidențiat prezența acestei comportări în condiții destul de restrictive, în raport cu necesitățile practice, de exemplu la dimensiuni de particule sub 5 μm , mărimi de grăunte de pînă la 10 μm și proporții de armare relativ reduse. O observație de cert interes este faptul că suprapunerea în timpul deformării a unei tensiuni hidrostatice îmbunătățește ductilitatea.

Superplasticitatea poate apare și în timpul altor solicitări termomecanice, de exemplu la încercarea de oboseală termică, datorită contracției termice diferite a matricei și particulelor ceramice. Un comportament asemănător s-a obținut în cazul deformării la o temperatură imediat superioară liniei *solidus*.

1-5.8. Tenacitatea

Deoarece o caracteristică generală a compozitelor metalice armate cu particule ceramice o reprezintă valoarea redusă a tenacității, evaluarea și optimizarea acestei proprietăți este o temă de cercetare frecventă. Acest obiectiv este dificil de realizat deoarece datele experimentale relevă o dependență foarte complexă a acestei proprietăți de numeroși parametri, între care tipul și forma elementelor de armare, nivelul de participare a particulelor ceramice, procedeul de obținere etc. Soluția acestor probleme este și mai mult complicată de necesitatea unei definiri corecte a tenacității și de dezvoltarea unor metode adecvate pentru determinarea ei.

Este stabilit cu precizie că în aluminiul pur ruperea se asociază cu amorsarea unor goluri și creșterea lor, amorsa fiind în general o incluziune, un dispersoid sau o particulă de fază secundară. Acest mecanism se regăsește și în cazul armării cu particule ceramice înglobate, după cum s-a arătat la descrierea mecanismelor propuse pentru studiul limitei de curgere și a rezistenței mecanice. Mai mult decît atît, prezența particulelor ceramice face ca defectele ce preced ruperea să fie puternic localizate, vizibile foarte aproape de suprafața de rupere.

1-5.8.1. Factorii de influență ai tenacității

În primă analiză valoarea tenacității este rezultatul unor relații complexe între proprietățile fazelor constituente și itinerariul tehnologic folosit la producere. Astfel se consideră că tenacitatea depinde de următorii factori:

- (i) Proprietățile fazei de armare, aceasta incluzînd tipul, mărimea și distribuția;
- (ii) Proprietățile aliajului care formează matricea;
- (iii) Itinerariul de producere și efectul pe care acesta îl produce asupra variabilelor microstructurale, precum distribuția particulelor, nivelul porozității și segregările din interiorul matricei.

1-5.8.1.1. Proprietățile elementelor de armare

Analiza tenacității este îngreunată de lipsa datelor sistematice și comparabile între ele din literatură de specialitate. Aceasta se datorează unei largi varietăți de materiale care sunt cercetate, a tehnologiilor diferite de producere și a problemelor legate de obținerea unor

valori critice ale parametrilor tenacității, care să dea date valabile, verificând criteriile impuse pentru materialele clasice.

Un prim grup de factori luați în studiu pentru optimizarea tenacității este legat de natura chimică, mărimea, distribuția și forma geometrică a elementelor de armare. De asemenea sunt luate în considerare și elemente conexe cum ar fi rezistența particulei la rupere și la desprinderea de matrice.

Natura chimică a particulelor este cel mai dificil de analizat deoarece pentru a produce o comparație semnificativă, toate celelalte variabile, precum mărimea particulelor, orientarea sau procedeul de producere trebuie păstrate constante, ceea ce e foarte greu de realizat pe baza datelor existente. Cu toate acestea se pot obține unele date cu valabilitate limitată, din cele câteva studii sistematice care au fost întreprinse, unde cei alți factori cu excepția naturii chimice au fost minimizați. Astfel cercetările întreprinse pînă în prezent au arătat că armările cu carbură de siliciu sau alumină produc materiale cu tenacitate mai ridicată față de elementele pe bază de carbon, bor sau altele. Acest fapt este pus în legătură cu rezistența interfeței element de armare – matrice și cu modificarea de proprietăți ale particulelor ceramice. Însă extinderea acestor efecte este greu de stabilit.

În cazul compozitelor armate cu particule, spre deosebire de cele cu fibre lungi sau chiar cu *whiskers*-uri, tenacitatea scade semnificativ pe măsura creșterii proporției de armare, fapt care rezultă și din considerațiile făcute în capitolul dedicat studiului rezistenței mecanice. Tot cu această ocazie s-a subliniat că tenacitatea nu depinde foarte mult de mărimea particulelor pentru dimensiuni sub 20 – 25 μm , scăzînd puternic la creșterea peste această limită.

Creșterea dimensiunii particulelor duce la tendința mai accentuată de fisurare a acestora, acest fapt neavînd însă influențe notabile asupra tenacității. Dacă particulele sunt mai fine ele constituie amorse primare pentru inițierea de goluri în matrice, în locurile de rupere a coeziunii particulă-matrice. Particulele mai grosolane, care în mod inevitabil au rezistență mai mică, se fragmentează după toate probabilitățile înainte sau în timpul acestui proces. Presupunînd că apariția golurilor se face la o anumită valoare a tensiunii locale, aceasta corespunde la o anumită valoare a deschiderii vîrfului fisurii sau intensității sarcinii aplicate, indiferent de mărimea particulelor.

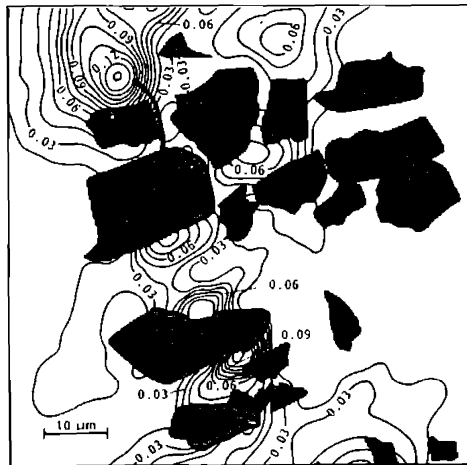


Figura I- 11. Distribuția tensiunilor locale în încercarea de tracțiune a unei probe $\text{Al}_2\text{O}_3+15\% \text{ vol. SiC}$.

De asemenea o distribuție neuniformă va duce la apariția unor zone cu procente de armare foarte mari, în care materialul are tenacitate redusă, zone care vor determina comportamentul general al materialului. Aglomerarea particulelor poate avea ca efect și o slabă penetrare a aliajului, mai ales dacă materialul a fost produs din topitură, forțele de legătură fiind slabe, aceste zone fiind predispuse la formare de fisuri. În figura I-11 se prezintă distribuția de tensiuni locale în timpul unei solicitări la tracțiune, în cazul unei distribuții neuniforme a particulelor, obținută pe cale experimentală. Această configurație a tensiunilor conferă un comportament de tip fragil, alungirile de tracțiune fiind mici la valori mari a unor deformații locale. Deși acest aspect al distribuției de particule este critic pentru nivelul tenacității, nexistînd o metodă standard de evaluare, ea nu apare de cele mai multe ori în datele publicate de diverși autori.

I-5.8.1.2. Microstructura matricei

Pe lângă influențele rezultate din natura particulelor de armare, tenacitatea compozitelor obținute pe baza aliajelor ușoare depinde de aliajul matricei, și în particular de ductilitate și de viteza ecrusării matricei, acestea exprimînd abilitatea aliajului metalic de a se deforma plastic pentru descărcarea concentrării locale a tensiunii, ce precede formarea golurilor. Folosirea unor aliaje mai ductile și în general cu o rezistență mecanică mai mică va avea așadar ca rezultat obținerea unor compozite cu tenacitate mai bună.

Diferitele stări structurale ale aliajului matricei influențează de asemenea simțitor tenacitatea. La aliajele durificabile aceasta scade pe parcursul îmbătrînirii artificiale pînă la obținerea durității maxime, fără ca prin supraîmbătrînire tenacitatea să revină la valori mai mari. Legătura între plasticitatea și tenacitatea compozitelor este ilustrată în figura de mai jos, în care este reprezentată dependența între tenacitate și limita de curgere tehnică, la un compozit cu matrice de Al-2,3 Li-1,2 Cu-0,7 Mg-0,1 Zr, armat cu 20% SiC, aflat în diferite stări structurale: ST – călit în soluție; PA – îmbătrînit la duritate maximă; WA – puternic supraîmbătrînit:

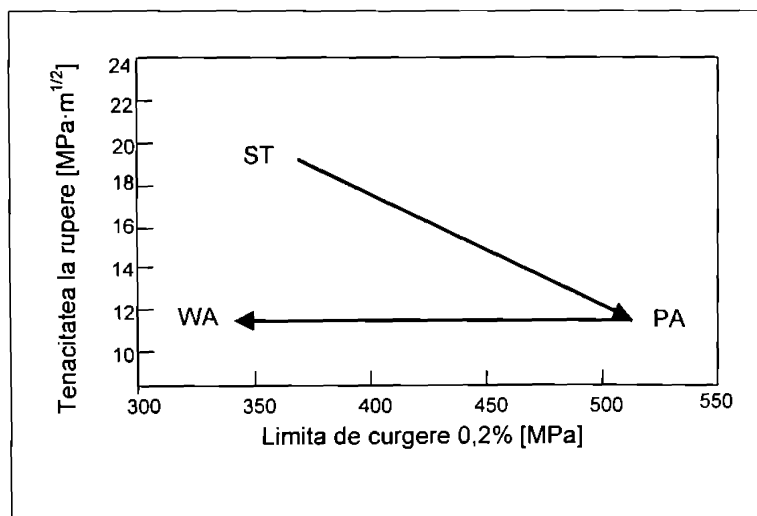


Figura I- 12. Tenacitatea la rupere în funcție de limita de curgere tehnică

De remarcat că alura curbelor reprezentate se păstrează aproape identică pentru diametre medii ale particulelor între 3 și 23 μm . Starea structurală corespunzătoare călirii de punere în soluție se caracterizează printr-o plasticitate relativ ridicată asociată ruperii particulelor ceramice, matricea cedind ca urmare a apariției unor goluri alungite la limitele de grăunte. În starea îmbătrânită, corespunzătoare durității maxime, secțiunea de rupere prezintă o serie de benzi, datorită influenței marcante a creșterii golurilor, la limitele de grăunte. La duritate maximă plasticitatea lipsește aproape complet, iar golurile din matrice ating aproape particulele de SiC. Când duratele de îmbătrânire sunt foarte lungi, aspectul de benzi din ruptură dispare, iar golurile apar în număr mare în matrice.

1-5.8.1.3. Metoda de obținere

Procedeul folosit pentru obținerea compozitelor nu influențează proprietățile realizate în mod direct, ci prin intermediul altor parametri. Astfel s-a dovedit că la materiale cu aceeași microstructură și aceleași densități de dizlocații au proprietăți similare, indiferent de metoda folosită la producere. Cu toate acestea itinerarii tehnologice diferite vor produce microstructuri diferite, mai ales în ceea ce privește distribuția particulelor, nivelul porozității, segregările și echilibrul structural din matrice. Toate aceste elemente menționate au un efect critic asupra tenacității, investigarea lor sistematică fiind abia la început, îmbunătățirea tenacității prin dezvoltarea unui anumit itinerariu tehnologic reprezintă de fapt un efort de optimizare a mai multor variabile interdependente, care controlează valoarea rezultantă a tenacității

1-5.8.2. Definirea și măsurarea tenacității

Înafara identificării variabilelor care influențează tenacitatea, un aspect important al studierii acestei proprietăți îl constituie și stabilirea unor tehnici care să poată fi folosite cu succes la caracterizarea ei. Nu s-a putut găsi o metodă unică care să fie acceptată ca fiind "corectă" pentru materialele compozite. Cu toate acestea două abordări pentru determinarea tenacității se utilizează cu precădere:

- Măsurarea tenacității la rupere prin deformare plană (K_{IC});
- Măsurarea energiei de rupere la încovoiere prin șoc, după Charpy (E).

1-5.8.2.1. Tenacitatea la rupere

Măsurarea tenacității la rupere se face printr-un coeficient al intensității tensiunii K_{IC} pentru încercarea la deformare plană, de regulă încovoiere cvasizostatică sau cu o viteză mică de încărcare, pe o epruvetă având fisuri inițiale produse prin oboseală.

Această inițiere voită a fisurării este aplicată deoarece K_{IC} se dorește a evidenția rezistență maximă care se manifestă în material la **propagarea** fisurii și nu la inițierea ei.

Respectarea strictă a normelor ASTM în domeniu este obligatorie în ceea ce privește relațiile impuse între limita de curgere a materialului, determinată prin încercare la tracțiune și dimensiunile piesei. Condiția de validitate a rezultatelor experimentale obținute este o relație de tipul:

$$B \geq 2.5(K_{IC} / \sigma_y)^2 \quad (12)$$

B este grosimea probei normalizate, σ_y limita de curgere a materialului, K_{IC} valoarea măsurată.

Pentru încercările de încovoiere la care condițiile impuse nu sunt întocmai respectate, valorile factorului de intensitate care exprimă tenacitatea se consideră provizorii sau informative și se notează K_Q .

Măsurarea tenacității la compozitele metalice comportă unele dificultăți, mai ales în definirea factorului intensității tensiunii K_{IC} , condiția pentru validitatea măsurării (12) fiind

dificil de respectat, deoarece valorile limitei de curgere a compozitului nu permit corelarea acesteia cu una dintre dimensiunile normalizate ale epruvetei.

În ultimul timp se extind cercetările efectuate pe probe de încovoiere având concentratori de formă specială (*chevron notch*) fapt care permite validarea unui număr sporit al determinărilor de tenacitate.

Un posibil model al tenacității la rupere îl constituie creșterea fisurilor care unesc vîrfurile fisurilor inițiale, care există în material sau se amorsează în primele momente, cu golurile (cavitățile) apărute la începutul procesului de rupere. Acest model, împrumutat de la materialele clasice, presupune că va avea loc o creștere a fisurii atunci cînd vîrfurile ei se va deschide suficient de mult, încît deformarea produsă va rupe ligamentul de material, ce desparte golurile formate de vîrfurile fisurii. Din acest motiv deschiderea vîrfurilor fisurii este dublul înălțimii adînciturii formate pe suprafața de rupere (h), astfel încît:

$$K_{IC} \sim (E, \sigma_y, h)^{1/2} \quad (13)$$

În relația de mai sus E este modulul lui Young, iar σ_y este limita de curgere a materialului.

Adoptarea acestui model prezintă cîteva inconveniente:

1. Multe compozite armate cu particule prezintă o creștere a golurilor mult diferită de cea a materialelor clasice, iar adînciturile nu sunt întotdeauna prezente în secțiunea de rupere;
2. Atunci cînd adînciturile sunt prezente, dimensiunea lor mică face ca prin calcul analitic să rezulte o valoare K_{IC} mult subestimată.
3. Valorile măsurate ale deschiderilor de fisuri sunt mult mai mici decît cele determinate analitic pe baza acestui model.

Un model mult mai adecvat se bazează pe ipoteza că fisurile vor crește atunci cînd deformațiile datorate solicitărilor vor deschide fisurile inițiale mai mult decît o valoare critică (ϵ_C) la o distanță caracteristică de la vîrfurile fisurii l_C . În calcule se folosește o valoare a deformației critice modificată prin tensiuni:

$$\epsilon_C = \epsilon_f (\sigma_{tr} / \sigma_{ef}) \quad (14)$$

unde ϵ_f reprezintă alungirea la rupere a unei probe de tracțiune, iar σ_{ef} este un factor de solicitare care ține seama de diferența dintre tensiunea de la vîrfurile fisurii și cea a întregii probe de tracțiune.

Pentru un material avînd o curbă caracteristică deformare/tensiune descrisă de o relație de tipul următor:

$$(\epsilon_C / \epsilon_f) = \alpha (\sigma / \sigma_y)^n \quad (15)$$

deformarea la nivelul vîrfurilor fisurii se poate calcula printr-o relație care dă distribuția deformației după *Hutchinson, Rice și Rosengren*:

$$\epsilon(r, \theta) = \alpha \epsilon_y K^n r^{n(n+1)} \epsilon_n(r, \theta) \quad (16)$$

Valorile $\epsilon_n(r, \theta)$ pot fi tabelate în funcție de coeficientii de ecrisare (n), în funcție de coordonatele polare (r, θ) măsurate de la vîrfurile fisurii. Din relații (3) și (4) se poate obține o relație care să evalueze nivelul tenacității:

$$K_{II} = 5,61 \sqrt{(E \epsilon_c l, \sigma_y)} \quad (17)$$

Pentru ca expresiile de acest fel să poate fi folosite, trebuie cunoscute valorile critice ale deformației și ale lungimii fisurii care corespund rupei. În practică se presupune că lungimea critică este proporțională cu distanța dintre particule, iar deformația critică este cea care se determină experimental prin încercarea la tracțiune. Valorile calculate și cele experimentale sunt în bună concordanță.

Pentru ca presupunerile de mai sus să fie valabile trebuie să îndeplinească câteva condiții:

- (1) La suprafața de rupere trebuie să se poată observa goluri cu dimensiuni apropiate distanței între particule;
- (2) Deformația pînă la rupere a epruvetei de tracțiune trebuie să rezulte dintr-o deformație relativ omogenă pînă la apariția găturii, ceea ce presupune și o distribuție relativ uniformă a particulelor de armare.

Cercetări recente au urmărit să elucideze efectul asupra tenacității pe care îl are forma geometrică a particulelor. Fără a se putea elabora pînă în prezent modele analitice, s-a putut remarca efectul hidrostatic pe care îl au particulele cu un grad ridicat de neregularitate, asupra proprietăților mecanice și în special asupra tenacității.

Din studiul literaturii de specialitate rezultă cu claritate că nivelul tenacității la compozitele armate cu particule depinde în primul rînd de valoarea deformației locale care apare la vîrfurile fisurii, indiferent dacă în apropierea vîrfului fisurii, într-o "zonă de proces", se vor forma micro-cavități (goluri).

Deformația care are loc la vîrfurile fisurii reprezintă o măsură a lucrului mecanic produs în material înaintea ruperii. O creștere a valorii K_{IC} corespunde unei creșteri a lucrului mecanic efectuat pînă la rupere și unei deformații mai mari în zona de la vîrfurile fisurii.

În lumina celor de mai sus condițiile de producere a ruperii pot fi descrise într-un din următoarele două modalități:

- (1) Lucrul mecanic disipat în zona adiacentă vîrfurilor fisurii;
- (2) Obținerea unei stări de deformație critică în anumite puncte din zona de deformație din jurul vîrfurilor fisurii.

Deoarece amîndouă condițiile descriu condițiile de deformație din care decurge tenacitatea, este necesar să se definească criteriile de atingere a stării critice (de exemplu o deformație critică) de la care se produce o rupere rapidă. Din acest punct de vedere relațiile de tipul (5) se consideră că descriu cel mai bine ruperea compozitelor armate cu particule. Actualmente eforturile se concentrează asupra măsurării parametrilor ϵ_c și l_c care pot permite evaluarea valorii K_{IC} .

1-5.8.2.2. Încercarea la încovoiere prin șoc

Determinările pentru materialele compozite se fac în conformitate cu normativele folosite pentru materialele clasice, încercările aplicate fiind aplicate prin pendul de impact (tip *Charpy*), mai rar prin încovoiere cvasistatică sau impactul unor greutăți în cădere.

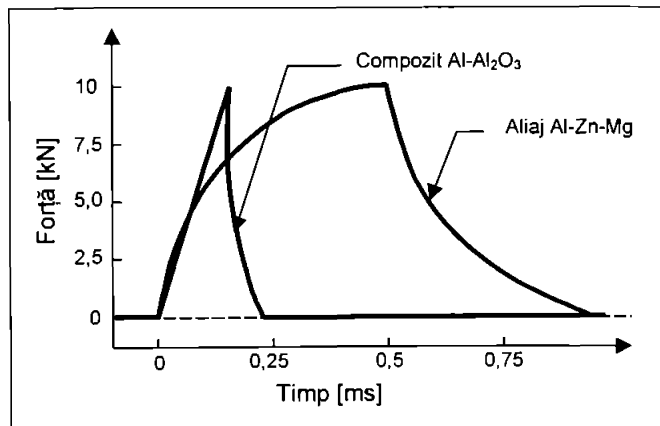


Figura 1- 13. Variația forței în funcție de timp la testul de impact pentru diferite materiale.

Acest tip de măsurare a tenacității se folosește în cazuri în care se dorește evidențierea unor aspecte care nu sunt accesibile prin măsurarea K_{IC} , ca de exemplu contribuția unei viteze de deformare ridicate, fapt care poate fi mai aproape de unele cazuri reale, în care tenacitatea este o proprietate critică.

Aplicarea încercării la încovoiere prin șoc în forma sa cea mai simplă permite evaluarea energiei totale disipate ca urmare a ruperii materialului. Folosind o echipare corespunzătoare este posibilă evidențierea contribuției la tenacitate a energiei de inițiere a fisurii E_i și a celei datorate propagării fisurii E_p prin trasarea variației forței dezvoltate în probă în funcție de timp, așa cum se arată în figura I-13.

Curba corespunzătoare materialului compozit este caracteristică unui material fragil, cu o energie de rupere de valoare redusă. Împărțirea duratei corespunzătoare ruperii în două faze, cea a inițierii fisurii (ramura ascendentă) și cea datorată propagării fisurii (ramura descendentă), permite o analiză a posibilităților de optimizare a tenacității.

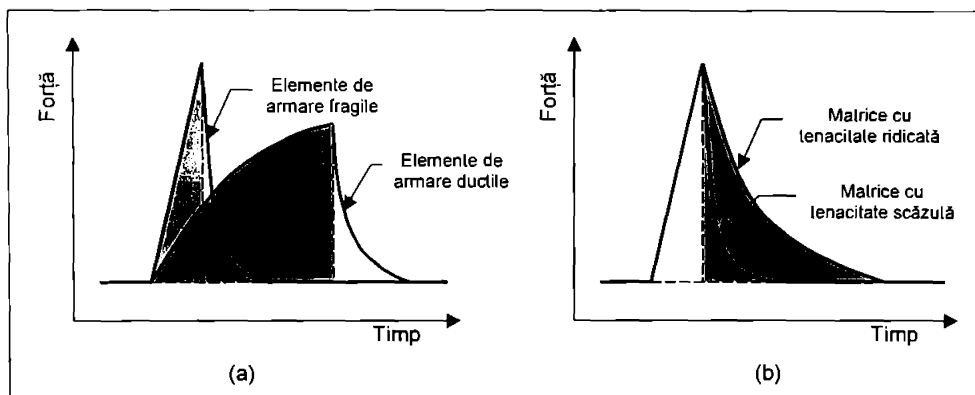


Figura I-14. Posibilități de creștere a tenacității; (a) efectul asupra energiei de inițiere; (b) efectul asupra energiei de propagare.

Așa cum s-a văzut anterior valorile reduse ale energiei de rupere se datoresc unor alungiri la rupere mici și unor module de elasticitate mari. La rîndul lor acestea sunt cauzate de fragilitatea elementelor de armare ceramice. Rezultă că o creștere a tenacității pe seama mării energiei de inițiere poate fi teoretic făcută prin folosirea unor elemente de armare mai ductile (fig. I-14 a). Această cale nu este operantă decît în puține situații, de exemplu armarea cu fibre scurte din wolfram, obținerea compozitelor cu particule se bazează pe elemente ceramice care au în orice caz o alungire la rupere sub 1%.

Pentru compozitele armate cu particule se definește un indicator al ductilității¹ avînd următoarea expresie:

$$DI = E_p / E_i \quad (18)$$

Compozitele cu tendință de rupere fragilitate au valori mai mari ale energiei de inițiere E_i și mai mici pentru energia de propagare a fisurii E_p . Materialele mai ductile au dimpotrivă valori mai mari ale lui DI .

În ceea ce privește E_i ameliorarea tenacității pe seama energiei de propagare, soluția este dată de folosirea unei matrici cu tenacitate mai ridicată (fig. I-14 b) sau o stare structurală

¹ engl. ductility index – DI .

la care această proprietate este maximă. O altă posibilitate constă în folosirea unui mecanism disipativ de energie, ca de exemplu forțe de frecare între elementele de armare și matrice, ruperea interfețelor ș.a., acestea fiind în general aplicabile doar la armarea cu fibre lungi.

În cadrul investigațiilor bazate pe determinarea energiei de rupere a compozitelor se obișnuiește a se defini un indicator al sensibilității la creștătură^{**}, după următoarea relație:

$$NS = E_U / E_{CVN} \quad (19)$$

E_U este energia la ruperea unei epruvete fără creștătură, E_{CVN} iar pentru creștătură în formă de V. Tendința care se observă la încercarea compozitelor este ca sensibilitatea la creștătură să scadă la compozitele mai fragile, cele mai ductile fiind mai sensibile la creștătură. Acest fapt poate fi explicat prin faptul că materialele compozite cu ductilități mai scăzute prezintă zone cu concentrații mari de tensiuni, precum și porțiuni în care aglomerările de particule formează goluri de material, unde de asemenea concentrările de tensiune deja existente sunt asemănătoare celor produse de creștătura în V.

1-5.8.2.3. Relația între E și K_{IC}

Determinarea tenacității prin cele două metode presupune realizarea unor condiții diferite de încărcare, alții în ceea ce privește natura tensiunilor cît și ca viteză de încărcare, una fiind quasistatică cealaltă dinamică. Din acest motiv compararea valorilor se poate face doar la materiale care nu sunt sensibile la viteza de deformare, ceea ce, după cum s-a văzut anterior nu este cazul compozitelor.

De asemenea din punct de vedere fizic E reprezintă energia totală absorbită în timpul ruperii, în timp ce K_{IC} exprimă cea mai mare forță care se opune avansării fisurilor.

Dintre cele două componente ale energiei de rupere (E), energia de inițiere a fisurilor (E_i) și cea de propagare a lor (E_p), energia de propagare este cea care se apropie cel mai mult în sens fizic de K_{IC} , deoarece aceasta din urmă se obține de cele mai multe ori pe epruvete în care fisurile au fost deja inițiate. Din acest motiv există preocupări de corelare a celor două, eventual prin relații de tip empiric.

O tendință observată de unii autori, care au efectuat măsurări ale tenacității în paralel prin cele două metode este aceea că valorile K_{IC} tind să subevalueze efectul de fragilitate apărute în unele materiale ca urmare a armării, mai ales la matricile cu plasticitate mai redusă.

Cu toate că au semnificații diferite amîndouă mărimile exprimă tenacitatea. Deși nu se cunosc relații analitice între cele două, experimentele au evidențiat că ele au dependențe asemănătoare față de parametri ca microstructura și starea aliajului matricei, gradul de deformare etc.

1-5.9. Rezistența mecanică la oboseală

Considerațiile care se fac pentru folosirea compozitelor armate cu particule în aplicații unde solicitările la oboseală sunt critice, prezintă similitudini cu cele pentru materialele structurale monolitice.

În cazul pieselor de dimensiuni mici, supuse solicitărilor la oboseală, cum ar bielele pentru transmiterea mișcării de la motoarele cu ardere internă, caracteristica cea mai importantă a materialului este rezistența la inițierea prin oboseală a fisurii.

Dacă raportarea se face la o structură de dimensiuni mari, de exemplu o piesă portantă de la o aeronavă, care are numeroase găuri pentru fixare, atunci va fi mult mai prudent să se considere că fisurile există deja în material și ele vor crește atunci cînd se va aplica o

^{**} engl. notch sensitivity – NS.

încărcare ciclică. Astfel inițierea fisurii poate fi sau mai mult sau mai puțin importantă pentru durata de viață a unei piese, la fel ca și modul în care creșterea fisurii produse de oboseală este afectată de solicitările variabile.

I-5.9.1. Inițierea fisurii de oboseală

Studiile asupra inițierii prin oboseală a fisurilor în compozite sunt abia la început, însă cel mai important aspect microstructural s-a dovedit deja a fi mărirea și distribuția particulelor de armare. Particulele de dimensiuni mai mari sunt mai predispuse la a se crăpa decât cele mici. Un aspect important al producerii compozitelor este folosirea particulelor ceramice cu o distribuție dimensională a diametrelor controlată, astfel încât să se reducă probabilitatea ca în zone critice ale unor piese să se găsească particule mari. Legat de distribuția particulelor, aglomerările pot să împiedice pătrunderea între particule a aliajului metalic, formându-se fisuri intrinsece.

În cele mai multe cazuri, de-a lungul itinerariului de producere a compozitelor au loc ruperi ale particulelor, astfel încât în material pot exista particule fisurate și implicit amorse de fisură prin oboseală. Fisurile din particule sunt dificil de pus în evidență, datorită faptului că tensiunile de compresiune din matrice tind să închidă aceste fisuri. De altfel o altă problemă care se pune este măsura în care particulele cu crăpături vor propaga sau nu fisuri prin oboseală.

Compușii intermetalici din aliajele matricei pot constitui și ei în unele situații amorse de fisură. Forma, dimensiunea și distribuția acestor faze se poate modifica pe parcursul producerii și prelucrării termomecanice a materialului, modificând susceptibilitatea la amorsarea de fisuri.

Comportarea la inițierea de fisuri poate fi de asemenea influențată de unii factori:

1. Tensiunile reziduale de compresie din material, datorate diferenței dintre coeficienții de dilatație termică a matricei și particulelor, având ca efect îmbunătățirea comportamentului la oboseală a materialului;
2. Procedeele și parametri prelucrărilor mecanice, mai ales a celor prin așchiere, din punctul de vedere a calității suprafeței rezultate. O suprafață cu rugozitate mare poate anula efectul pozitiv al tensiunilor reziduale de compresiune din compozit.

Înafara factorilor de influență enumerați mai sus, datorită caracterului complex al microstructurii și al micromecanicii acestor compozite, pot apărea o mulțime de alte cauze de reducere sau creștere a rezistenței la inițierea de fisuri.

Un criteriu propus pentru mecanismul de inițiere a fisurilor prin ruperea particulelor devine operant doar dacă tensiunea apărută în timpul solicitării ciclice depășește rezistența mecanică a materialului ceramic, motiv pentru care particulele de dimensiuni mai mari sunt mai susceptibile a se rupe, promovând în mai mare măsură inițierea fisurilor. Valoarea maximă a tensiunii care se poate dezvolta la nivelul particulelor este suma dintre componentele normale ale tensiunii produsă de către starea macroscopică de solicitare și componentele normale care apar la nivel microscopic, aceasta din urmă ca urmare a diferenței între coeficienții de dilatație termică.

Modelul de inițiere a fisurilor în matricea metalică se bazează fie pe acumularea deformațiilor plastice sau pe atingerea unui nivel critic al tensiunii locale.

Una dintre posibilități este ca inițierea fisurii să se producă după ce solicitarea ciclică a materialului a produs un nivel critic al acumulărilor de deformație, într-un ligament de aliaj de aluminiu care desparte particula de armare de suprafața piesei. Viteza cu care deformația se acumulează este însă dependentă de starea locală de tensiune, care trebuie să favorizeze deformația plastică în ligament. Având în vedere starea de tensiune reziduală de valori mari, care se induce la producerea/prelucrarea materialului, este foarte

probabilă apariția unei tensiuni locale care să favorizeze curgerea în ligamentul ce separă particula de suprafața piesei.

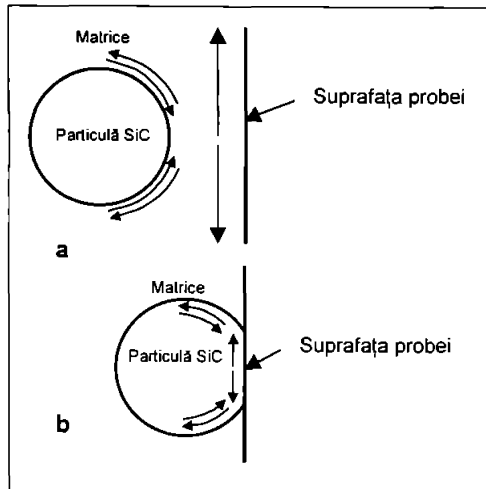


Figura I- 15. Tensiunile reziduale induse termic pentru a. particulă în vecinătatea suprafeței; b. particulă intersectând suprafața, dar predominant înglobată.

Starea de tensiune prezentată în cazul a al figurii precedente subliniază probabilitatea de apariție la solicitarea ciclică a unei tensiuni locale, în ligamentul care desparte particula de suprafața probei, datorită faptului că în această zonă există atât o componentă circulară a tensiunii, cât și o tensiune de forfecare în apropierea interfeței particulă/matrice. De asemenea este posibilă existența unei mici componente radiale de compresiune, tot în apropierea interfeței particulă/matrice, rezultanta fiind o valoare ridicată a tensiunii locale, susceptibilă a crea deformații.

În cazul inițierii fisurii de la o particulă ceramică ruptă, tensiunile termice reziduale induse în particule favorizează ruperea acestora dacă particula intersectează suprafața probei (figura I-15, b), dacă există o legătură suficient de puternică între particulă și matrice.

În cele de mai sus se prezintă două mecanisme posibile pentru inițierea fisurării la oboseală în compozitele armate cu particule. Cu toate acestea nu există o metodologie pentru a prevedea care dintre ele se va produce într-un caz concret de solicitare. Realizarea unuia sau a altuia dintre cele două mecanisme de producere a fisurii inițiale, depinde de localizarea la care se vor forma mai întâi tensiunile locale de valori critice, care dintre legăturile microstructurale va fi mai întâi solicitată.

1-5.9.2. Creșterea microfisurilor de oboseală

1-5.9.2.1. Factorii de influență ai rezistenței la oboseală

O fisură de oboseală amorsată la o particulă ruptă, o aglomerare de particule, o fază intermetalică sau altă neomogenitate din matrice, are de obicei lungime cuprinsă între 5 și 30 μm , în funcție de dimensiunea crăpăturii inițiale. În acest fel aceste fisuri vor fi de 10 până la 100 de ori mai mici decât fisurile produse în laborator în scopul stabilirii unor corelații între viteza de creștere a fisurii (da/dN) și factorul de intensitate a tensiunii aplicate (AK). De asemenea tensiunea necesară creșterii acestor microfisuri este de două până la patru ori mai mare decât cea pentru fisurile mai mari. Studiile făcute pînă în prezent

pe materiale clasice indică faptul că microfisurile cresc mai repede decât fisurile mari, relativ la ΔK . Din acest motiv s-a considerat important în studiul compozitelor să se examineze creșterea microfisurilor, deși numărul contribuțiilor în domeniu este destul de limitat. Modelele adoptate pentru microfisuri fac de regulă referire la fisurile mari, motiv pentru care acestea din urmă stau la baza concluziilor referitoare la microfisuri.

Cercetările experimentale au dovedit că particulele ceramice au efect atât asupra vitezei de propagare, cât și asupra celui de închidere a fisurilor. Observațiile formulate de diverși autori pot fi sintetizate în cele ce urmează:

1. Analiza comparativă a suprafețelor de rupere, pentru compozite cu diferite proporții de armare, au arătat că pe măsură ce în aliajul matricei se introduc tot mai multe particule, fisurile produse prin oboseală sunt mai sinuoase, gradul de rugozitate a suprafețelor de rupere crește, uneori de până la trei ori, ceea ce înseamnă că și fenomenul de închiderea fisurilor se face mai intens;
2. În afară de creșterea rugozității suprafeței de rupere, are loc și un fenomen conex, adică creșterea abaterii standard a distribuției unghiurilor după care se propagă fisurile. Această tendință de accentuează la valori mai reduse ale factorului de intensitate a tensiunii aplicate;
3. Aglomerările de particule, împreună cu porozitățile inerente care apar, acționează ca niște scurtcircuite față de creșterea fisurilor și din acest motiv ridică viteza de propagare a fisurilor la o valoare dată a solicitării aplicate;
4. Ramificarea fisurii principale are și în cazul compozitelor un efect important: dacă o microfisură apărută este coplanară și pe aceeași direcție cu fisura principală, valoarea factorului de intensitate a tensiunii crește, dacă distanța până la microfisură este cel mult egală cu lungimea microfisurii. Dacă microfisura formează un unghi suficient de mare cu direcția principală de fisurare efectul de creștere este atenuat, iar la unghiuri de peste 60° de grade se produce scăderea factorului de intensitate.
5. Observațiile metalografice au evidențiat că microfisurile secundare apar preponderent pe aglomerările de particule, existând o bună coincidență între distanța dintre aglomerări și cea între fisurile secundare. Faptul că apar în imediata apropiere a fisurii principale indică apariția în zona de plasticitate a fisurii principale, fie în același plan și în fața capătului fisurii principale, fie la un anumit unghi. Cel din urmă caz este mai frecvent în cazul suprafețelor exterioare ale pieselor.
6. Numeroși autori au semnalat că avansul fisurilor, în jurul valorii de prag ΔK_{th} produce puține ruperi ale particulelor, însă pe măsură ce valoarea ΔK crește numărul particulelor rupte va crește și el, mai ales în cazul particulelor mari, la care probabilitatea de existență a unei imperfecțiuni este mai mare, precum și datorită faptului că acestea este mai probabil să fi fost fisurate la prelucrare. Pe măsură ce valoarea factorului de intensitate a tensiunii crește se mărește zona de deformare plastică de la vârful fisurii, astfel încât tot mai multe particule sunt afectate de tensiuni mari și astfel rupte. Cu toate acestea nu s-a dovedit nici o influență a numărului de particule rupte asupra modificării vitezei de propagare a unei fisuri. De asemenea unele surse bibliografice au indicat că particulele de dimensiuni mici nu se fisurează mai frecvent la creșterea valorii ΔK .

1-5.9.2.2. Mecanismul ruperii

Măsurările efectuate pe suprafețele de rupere au dovedit că fisurile se extind după diferite direcții, valoarea medie a unghiurilor față de direcția principală fiind în cazul compozitelor în jurul valorii de 45° , iar pentru aliajul matricei cu cel puțin $10-15^\circ$ mai mic. Această constatare sugerează că materialul cedează ca urmare a solicitării la forfecare, deoarece planele înclinate cu 45° față de direcția principală sunt cele în care solicitarea transversală

este maximă. O altă posibilitate o reprezintă ruperea particulelor și separarea după interfețe ca urmare a tensiunii hidrostatice apărute în fața vârfului fisurii. Transferul deformației de la matrice la particulă duce la tensiunii mult mai mari în particule decât în materialul înconjurător al matricei. Ruperile de particule sau ale interfeței nu sunt însă semnificative în ansamblu, deoarece doar aproximativ 1% din traseul fisurii conține particule rupte.

Un mecanism de propagare a fisurilor la oboseală avînd o probabilitate mult mai ridicată de producere se bazează pe "fisurarea matricei". În interiorul zonei de plasticitate, care apare în mod ciclic la solicitare, acumularea deformațiilor plastice se face în apropierea particulelor. Acumularea este mai pronunțată la mică distanță de polii incluziunii ceramice, aceste puncte fiind după toate probabilitățile locurile unde apare ruperea matricei, ducînd la creșterea fisurii.

Devierea fisurii de la direcția principală după acest mecanism este mai pronunțată decît cea cauzată în materialele monolitice de grăunții cu diverse mărimi și orientări. Odată cu creșterea valorii aplicate a factorului ΔK va crește și extinderea zonei de plasticitate, precum și numărul de particule care sunt sub influența acestui mecanism de acumulare a deformației plastice.

Raportul dintre valoarea distanțelor particulă - fisură d_c și diametrul particulei D_p se constată că este relativ constant pentru o anumită geometrie a particulelor.

De asemenea datele experimentale susține ideea că particulele mai mari vor produce valori mai mari ale deviației fisurii de la direcția principală.

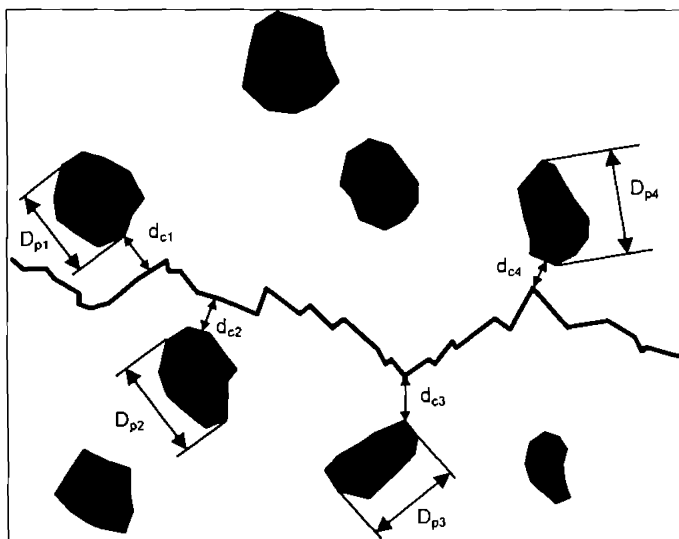


Figura 1- 16. Definierea distanțelor de la particule la fisură.

Tensiunile reziduale din material împreună cu efectul de creștere a rigidității produs de particulele ceramice sunt cele care guvernează avansul curgerii locale a materialului. Cu toate acestea curgerea globală a materialului este controlată de valoarea stării de tensiune medie. Tensiunea hidrostatică, care este dominantă pentru materialul nedeformat nu va avea deci nici un impact asupra extinderii plasticității locale. La piesele supuse

^{*} engl. *matrix cracking*.

pretensionării, tensiunea de compresiune cu valoare scăzută care se aplică, are ca efect doar o eventuală reducere a zonei de plasticitate din vecinătatea particulelor, foarte redusă, care nu se constată a avea efect asupra rupei prin oboseală.

1-5.9.3. Pragul de oboseală pentru fisuri

Viteza de creștere a fisurilor scade rapid pe măsură ce ΔK_{th} scade, pînă cînd la o anumită valoare de prag a factorului de intensitate a tensiunii ΔK_{th} nu mai apare nici o creștere pe perioada a mai multor mii de cicluri de solicitare. Este importantă cunoașterea comportării materialului la valori foarte mici a vitezei de creștere a fisurii ($da/dN < 10^{-10}$ m/ciclu) mai ales dacă încărcarea are amplitudine variabilă, pentru că suprasarcinile mari produc scăderea vitezelor de creștere pînă la valori apropiate pragului. Cea mai mare parte a duratei de viață a unei structuri se consumă în zona vitezelor de creștere foarte mici, motiv pentru care cunoașterea acestor regimuri este de mare importanță practică.

Observațiile făcute la microscopul electronic cu baleiaj, în timpul încărcării ciclice au dovedit că fisurile de oboseală au tendința de a ocoli particulele, preferînd să crească în matrice, înconjurînd particulele. Spre deosebire de aceasta, la încărcările statice particulele sunt considerate elemente de blocare a fisurilor.

Măsurările făcute în compozite asupra deplasărilor și deformațiilor de la vîrfurile fisurii au condus la concluzia că pragul pentru creșterea fisurilor prin oboseală se produce la o valoare a factorului de intensitate a tensiunii necesară pentru a induce plasticitatea la capătul unei linii unice de alunecare, care pornește de la vîrfurile fisurii. Pornind de la această observație, valoarea de prag poate fi calculată prin relația următoare:

$$\Delta K_{th} = (1 - R)\sigma_y \sqrt{2r_s} \quad (20)$$

unde R este raportul dintre încărcarea minimă și cea maximă, σ_y este limita de curgere (preferabil valoarea ciclică), iar r_s este lungimea liniei de alunecare produsă la vîrfurile fisurii. Determinarea valorii r_s prezintă serioase dificultăți, în compozitele pe bază de aluminiu ea putînd fi totuși calculată ca valoare a drumului liber mediu^{*} al alunecării pînă la elementul de armare:

$$MFP = (2d/3)(1-f)/f \quad (21)$$

în care d este diametrul mediu al particulei, f proporția volumică a particulelor de armare. Modelul analitic este mult simplificat mai ales datorită faptului că distribuția particulelor în matricea compozitului este rareori uniformă, iar limita de curgere este doar o aproximare a tensiunii de la capătul liniei de alunecare, însă cu toate acestea are o bună coincidență cu valorile experimentale ale lui ΔK_{th} obținute pentru unele compozite, în timp ce pentru altele este neadecvat, din motive necunoscute.

Experimentul a dovedit că introducerea particulelor în matricea metalică are ca efect creșterea valorii de prag, fapt ilustrat în figura următoare. De asemenea valoarea de prag a factorului de tensiune este îmbunătățită la pretensionarea materialului, fapt care are consecințe importante asupra utilizării compozitelor de aluminiu armate cu particule în diversele aplicații ingineresti.

În figura 1-17 curba de variație a vitezei de propagare a fisurii pentru aliajul aluminiului AA 6061, cu adaos de Si, Cu și Fe, este notată cu A. Curba B corespunde compozitului obținut prin armare cu 15% vol. SiC, iar curba C a fost trasată pentru același compozit supus pretensionării. Îmbunătățirea comportării la oboseală este mai mare în zona solicitărilor mai reduse, aflate în apropierea zonei de prag, unde ameliorarea poate fi de

* engl. mean free path – MFP.

pînă la 50% și chiar mai mult dacă piesa aflată în exploatare este în prealabil pretensionată.

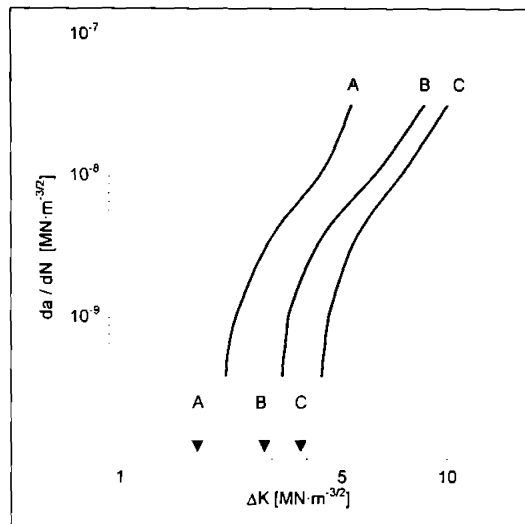


Figura I- 17. Viteza de creștere a fisurii în funcție de valoarea ΔK .

I-5.10. Fluajul compozitelor armate cu particule

I-5.10.1. Considerații generale

Un efect important al prezenței particulelor ceramice în matricea metalică a unui compozit este creșterea rezistenței materialului și îmbunătățirea altor proprietăți mecanice la temperaturi ridicate. Din acest motiv materialele compozite cu matrice metalică, armate cu elemente ceramice, reprezintă o alternativă fezabilă pentru utilizarea la temperaturi ridicate a unor materialele clasice, de genul superaliajelor. Acestea din urmă pot avea valori de rezistență în general superioare la temperaturi scăzute, însă odată cu creșterea temperaturii de încercare, compozitele prezintă o netă superioritate față de superaliajele nearmate.

Un prim avantaj al materialelor armate cu particule este acela că particulele ceramice sunt stabile la temperaturi la care fenomenul de durificare prin faze intermetalice precipitate nu mai este efectiv, datorită creșterii sau dizolvării acestora, astfel încît aceste precipitări nu mai acționează ca și bariere de frinare a dizlocațiilor.

Pentru ca materialele durificate prin dispersie de particule să își mențină rezistența la temperaturi care să reprezinte fracțiuni cît mai mari din temperatura de topire, elementele de armare trebuie să prezinte anumite caracteristici:

- stabilitate chimică, cristalografică și microstructurală la temperaturi înalte, de aceea particulele trebuie să aibe temperaturi de topire ridicate;
- solubilitate și difuzivitate scăzută în materialul matricei;
- modul de rigiditate ridicat;
- căldură latentă de formare de valoare puternic negativă (la compozitele *in-situ*).

În general temperatura de topire a particulelor trebuie să fie peste 1300°C, iar energia liberă de formare peste 380 kJ/mol și mai mare într-un sens negativ decât cea a oxidului matricei. În cazul aliajelor de aluminiu această condiție este îndeplinită de o serie de materiale ceramice, cel mai răspândit datorită costurilor reduse și a faptului că îndeplinește condițiile enumerate mai sus fiind carbura de siliciu.

La nivelul cunoștințelor actuale, condițiile tipice pentru particulele ceramice de armare sunt foarte variabile în funcție de natura matricei și a particulelor de armare, pentru aliajele pe bază de aluminiu fiind mai frecvent între următoarele limite:

- proporția volumică a particulelor 10 -15 % vol., mai frecvent SiC, Al₂O₃, B₄C etc.
- distanța între particule 50 - 3000 nm.
- mărimea particulei 5-20 μm;

Particulele fine și distribuțiile uniforme minimizează problemele legate de scăderea tenacității, scăderea rezistenței produsă de fisuri inițiate pe particule și creșterea subcritică a fisurilor.

1-5.10.2. Influența granulației matricei metalice

Dacă proprietățile mecanice la temperaturi scăzute sunt în general favorizate de o granulație fină, la temperaturi ridicate se obțin proprietăți mecanice superioare atunci când granulația matricei este mai grosolană și puternic alungită pe direcția solicitării, la un raport de 1 la 10 sau mai mare. Structurile de grăunte alungit care, au tendința să minimizeze alunecările la limita de grăunte și alte deformații legate de aceasta, precum și apariția de vacanțe (fisuri), se obțin prin tratamente termomecanice corespunzătoare.

Un exemplu de asemenea tratament este consolidarea prin extrudare la cald, urmată recristalizare direcțională prin recoacere locală, prin care se obține o asemenea structură grosolană și alungită. Texturi pronunțate se obțin în compozitele armate cu particule prin recristalizare secundară, factorii care influențează această recristalizare variind de la o familie de materiale la alta. La aliajele cu matrice având în compoziție faze secundare precipitate, în cantitate mică sau chiar deloc, influența hotărâtoare a are seria de prelucrări termomecanice anterioare. Dacă aceste precipitări se află în cantități semnificative procesul este declanșat de dizolvarea acestor faze, temperatura *solvus* pentru acestea, fiind după toate probabilitățile critică pentru transformarea acestor aliaje. Cu toate acestea mecanismul exact al formării texturilor nu este prea bine cunoscut.

Un model, care să explice creșterea rezistenței la fluaj odată cu creșterea raportului de aspect al granulației asimilează compozitul durificat prin dispersia de particule, cu un compozit fibros, format din grăunți separați de limite cu coeziune redusă. Introducerea de faze dispersate în material va duce la durificarea matricei relativ la limitele de grăunți. În această situație se consideră că rezistența materialului durificat prin dispersie σ_{DS} depinde de produsul dintre tensiunea de forfecare la limita grăuntelui τ_{GB} , și limitele de grăunte însumate. Luând în considerare acestea și știind că τ_{GB} este constantă, rezistența materialului poate fi crescută doar mărind suprafața grăunților, pînă la limita rezistenței la rupere a matricei σ_F . Modelul prevede o relație liniară între rezistența mecanică și raportul de aspect GAR, cu punct de saturație la valoarea $\sigma_{DS} = \sigma_F$.

Lucrările mai recente au demonstrat că la unele compozite, are loc o tranziție de la ruperea intergranulară, la cea transgranulară, pentru o anumită valoare a GAR. Acest punct corespunde riguros și momentului în care timpul de rupere devine constant față de creșterea GAR.

Comportarea constatată este considerată ca un cuplu a două cauze, pe de o parte alunecarea limitelor longitudinale ale grăunților, controlată de difuzie, iar pe altă parte

¹ engl. *grain aspect ratio*.

creșterea unor cavități pe limitele transversale de grăunți. La valori scăzute ale GAR, creșterea cavităților este cea care controlează comportarea la rupere, aceasta fiind în mod corespunzător intergranulară. Cu creșterea GAR are loc o scădere a creșterii de cavități și o diminuare a tensiunilor de forfecare pe limitele longitudinale de grăunți. Ulterior se atinge un prag al tensiunii de alunecare, iar materialul cedează transgranular. S-a dovedit că, în afară de forma grăunțului, efectul este influențat de gradul de zimțare a limitelor și conținutul de particule.

1-5.10.3. Efectul interacțiunii dizlocație-particulă

Prezența particulei, care este inertă față de particulă, influențează direct rezistența mecanică, pentru că ea acționează ca un nod rigid în matrice, inhibând deplasarea dizlocațiilor.

1-5.10.3.1. Tensiunea de prag

Chiar și fracțiuni volumice mici de particule au un efect pronunțat asupra rezistenței la temperatură ridicată a materialelor metalice: odată cu descreșterea forței aplicate, viteza de deformare la fluaj scade rapid sub valorile corespunzătoare ale materialelor narmate, rezultând viteze de deformații foarte mici la sarcini finite, fapt care poate fi evidențiat prin alura curbelor din figura 1-18, respectiv prin variația vitezei de fluaj funcție de forța aplicată.

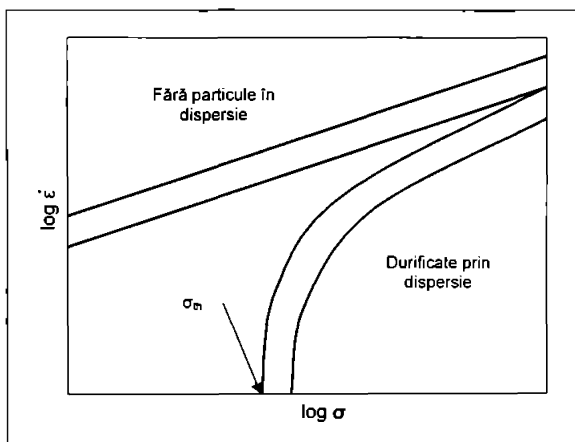


Figura 1-18. Reprezentarea schematică a comportării la fluaj pentru compozitele armate cu particule.

1-5.10.3.2. Fluajul prin dizlocații

Dintre expresiile vitezelor de deformație la fluaj în funcție de tensiunea aplicată, cea mai frecventă formă întâlnită în literatură, corespunzătoare unui mecanism bazat pe deformația prin dizlocații este de tipul:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{D_v G b}{k_n T} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (22)$$

unde D_V este difuzivitatea volumică, G modulul transversal, b vectorul Burgers al dizlocației rețelei, k_B constanta lui Boltzmann, T temperatura absolută, A o constantă adimensională, iar n exponentul tensiunii.

Dacă la aliajele fără armare cu dispersii dure, acest exponent are o valoare între 3 și 10, cele armate au valori mult mai mari, mergând până la peste 20, care depășesc sensul fizic obișnuit al acestui exponent. Pentru asemenea valori ale lui n care sunt dificil de raționalizat teoretic, s-a propus o altă formă a ecuației de mai sus:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{D_V G b}{k_B T} \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{G} \right)^n \quad (23)$$

Prin scăderea valorii σ_{th} din tensiunea aplicată, se obțin de regulă valori mai rezonabile ale lui n . Din acest motiv fenomenele de fluaj se definesc cel mai bine prin noțiunea de *tensiune de prag*^{*}, notat σ_{th} , sub a căruia valoare, viteza de deformare la fluaj se consideră neglijabilă. Deoarece în ecuația (23) viteza de fluaj tinde la zero atunci când σ tinde la σ_{th} , se consideră că σ_{th} are într-adevăr semnificația unei valori de prag.

În privința sensului fizic al tensiunii de prag, nu se poate afirma că acesta este un prag "real" al deformării, în sensul că la tensiuni mici deformarea ar fi nulă. O asemenea comportare ar fi contrară celui de al doilea principiu a termodinamicii, care stabilește producerea unei cantități finite de entropie în orice proces activat termic. Cu toate acestea, pentru aplicații practice, în care se iau în considerare durate finite, pragul de tensiune, așa cum a fost el definit, este cea mai importantă caracteristică a materialelor compozite armate cu particule în dispersie.

Existența unei tensiuni de prag se reflectă și în comportarea la rupere. Dacă se reprezintă variația tensiunii aplicate în funcție de durabilitatea până la rupere t_r , așa cum se vede în figura I-19, se constată că durabilitatea tinde la infinit pentru valori ale tensiunii aplicate care se află sub tensiunea de prag.

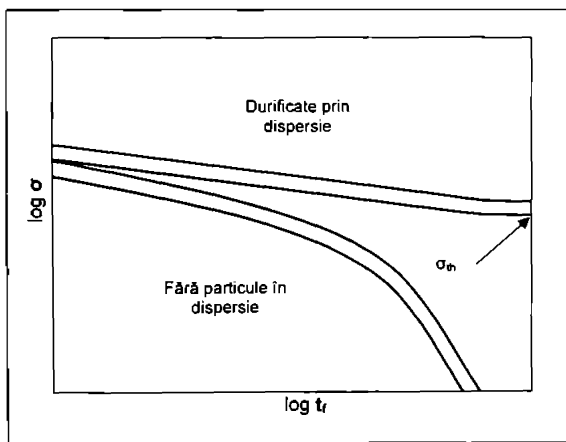


Figura I- 19. Timpul până la rupere în funcție de tensiunea aplicată. Durabilitatea tinde la infinit atunci când tensiunea aplicată scade sub tensiunea de prag σ_{th}

* engl. *threshold stress*.

Durabilitatea materialului scade dramatic de îndată ce tensiunea aplicată crește peste valoarea tensiunii de prag. Din acest motiv se consideră că acest prag critic este o valoare limită, maxim admisibilă la proiectarea de piese care se confecționează din compozite armate cu particule.

Cel mai important fenomen care trebuie cunoscut și pe cât posibil prevăzut, din datele microstructurale, este dependența de temperatură a tensiunii de prag și menținerea unei rezistențe la fluaj finite la temperaturi apropiate celei de topire. Acest avantaj de rezistență este unic la compozitele durificate prin dispersie, oferind un potențial deosebit în aplicații.

Comportamentul caracteristic existenței tensiunii de prag se întâlnește la mai multe familii de materiale. Deoarece mărimea pragului depinde semnificativ de modul în care el este extras din valorile experimentale de fluaj, actualmente eforturile de cercetare se concentrează pe stabilirea unei metodologii coerente de stabilire a lui.

I-5.10.3.3. Modele de explicare a fluajului prin dizlocații

Existența tensiunii de prag pentru fluajul la temperaturi înalte a fost intens dezbătut în ultimii 15-20 de ani, în termenii teoriei dizlocațiilor, dar mecanismul său de producere nu a fost încă pe deplin înțeles. Deoarece fluajul începe la tensiuni aflate la valoarea tensiunii relativ reduse, primele modele s-au concentrat asupra felului în care dizlocațiile ocolesc particulele dure, ocolindu-le. Urmînd unor investigații detaliate de microscopie electronică prin transmisie (TEM), studiile s-au concentrat pe interacțiunea particulelor ceramice dispersate cu dizlocațiile. Eforturile au fost direcționate spre modelarea fenomenului de apariție a tensiunii de prag.

Modelele de alunecare se bazează pe faptul că particulele sunt un obstacol în alunecarea dizlocațiilor. O tensiune de prag poate apărea deoarece dizlocațiile trebuie să-și crească lungimea pentru a putea depăși particula.

Așa cum s-a constatat, aceste "praguri de alunecare" depind în mod semnificativ de detaliile geometrice ale configurației dizlocație-particulă (mai precis de extinderea segmentului de alunecare, forma particulei, înălțimea la care se intersectează planele de alunecare etc.).

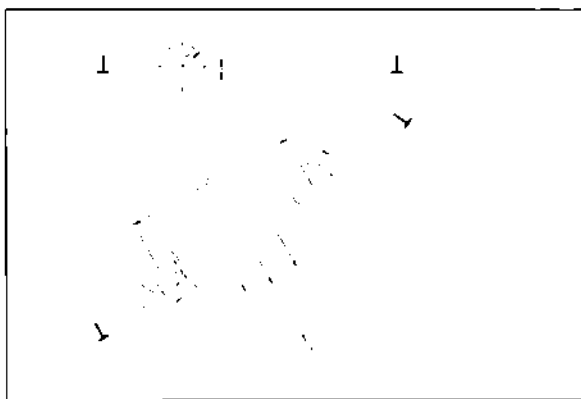


Figura I- 20. Distribuția schematică a elementelor geometrice în timpul glisării locale a dizlocației peste particulă.

Procesul de alunecare a fost pentru prima oară modelat presupunîndu-se că dizlocația urcă "local" peste particulă. Aceasta înseamnă că doar porțiunea dizlocației care se află în imediata vecinătate a interfeței particulă - matrice suferă alunecarea, în timp ce porțiunea

ce nu se află în contact cu dizlocația rămîne în planul de alunecare, fapt care poate fi observat schematic în figura I-20.

În timp ce modelul glisării locale dă valori ale tensiunii de prag avînd același ordin de mărime cu valorile reale, presupunerile privind forma dizlocațiilor trebuiesc privite ca fiind excesiv de restrictive.

Existînd argumente temeinice că alunecarea locală ar trebui să fie un proces afară de echilibru; încovoierea puternică, ce este caracteristică glisării locale, se poate relaxa rapid prin difuzie, ducînd la o alunecare mai degrabă generalizată. Un asemenea model de alunecare a dizlocațiilor este prezentat schematic în figura I-21.

Mai mulți autori au susținut ideea că tensiunea de prag din aliajele durificate cu particule în dispersie nu poate fi atribuită dispersiilor care acționează ca obstacole în fața glisării dizlocațiilor. În căutarea unei explicații valabile pentru existența tensiunii de prag, s-a dat o atenție specială posibilei **interacțiuni între dizlocații și particulele dure**.

Studiile de microscopie electronică prin transmisie sugerează că depășirea particulelor de către dizlocații nu este controlat de fenomenul de alunecare, ci de o rezistență care se manifestă împotriva desprinderii dizlocației de particulă. Astfel fenomenul apariției tensiunii de prag poate fi atribuit unei interacțiuni de atracție particulă - dizlocație.

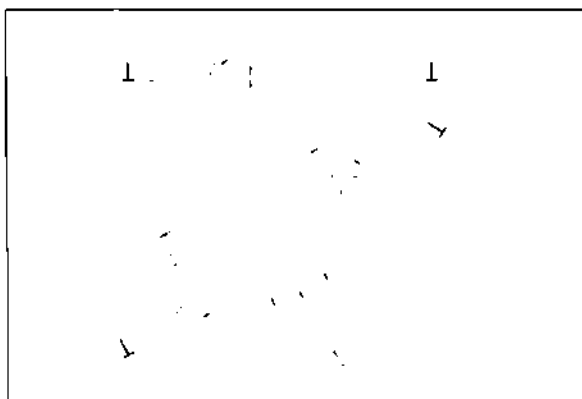


Figura I- 21. Distribuția schematică a elementelor geometrice în timpul alunecării generalizate a dizlocației peste particulă.

Observațiile experimentale concordă în mare măsură cu unele studii teoretice, care au arătat că, la temperaturi înalte, interacțiunile elastice dintre particule și dizlocații sunt modificate complet, astfel încît chiar și o particulă fictivă de duritate infinită (care respinge dizlocațiile la temperatură joasă) poate produce o forță de atracție puternică, deși ea este incoerentă față de matrice. Motivul îl constituie faptul că difuzia, de-a lungul interfeței particulă - matrice, relaxează forfecarea și, într-o oarecare măsură, tensiunea hidrostatică exercitată de dizlocație asupra particulei. Aceasta poate permite dizlocației să-și reducă energia liniară în vecinătatea particulei, care se comportă din punct de vedere elastic mai mult ca un gol.

Spre deosebire de pragul de alunecare, cel de desprindere este independent de forma și poziția particulei față de planul de alunecare. El se aplică indiferent de detaliile procesului de alunecare care preced detașarea.

1-5.10.3.4. Fluaajul difuziv

Deși se consideră stabilită existența modului caracteristic de comportare prin existența unui tensiuni de prag, la materiale monocristaline sau cu granulație grosolană, caz în care procesele de dizlocare domină deformarea, există indicii de existență a tensiunii de prag și la materiale cu granulație fină, care se deformează ca urmare a unui fluaaj difuziv.

Materialele cu granulație fină se pot deforma, prin transport difuziv de vacanțe, de la limitele grăunților aflați sub tracțiune, la cei sub compresie (relativă), chiar dacă grăunții înșiși nu se deformează, acest proces numindu-se fluaaj difuziv.

Cum fluaajul difuziv nu depinde de mișcarea dizlocațiilor din rețeaua cristalină, se pune problema dacă el poate deveni dominant la tensiuni aflate sub tensiunea de prag a fluaajului prin dizlocare. Aliajele cu particule fine și dure tind să prezinte o neliniaritate la fluaajul difuziv, care dă aparența unui comportament specific existenței unei tensiuni de prag. Tensiuni de prag mult mai mari au fost identificate în câteva compozite durificate prin dispersii de particule, având granulație medie și particulele relativ apropiate.

Tensiunile de prag la modelul fluaajului difuziv prezintă și o puternică dependență de temperatură, mult mai pronunțată decât la fluaajul prin dizlocații, acesta fiind caracteristic materialelor foarte fine, cu grăunți echiaxiali.

În concluzie, dovezile privitoare la existența unei tensiuni de prag la fluaajul difuziv sunt clare, datele de bază acumulate pînă în prezent sunt prea puține și prea dispersate pentru a putea permite o reprezentare normalizată, așa cum se procedează în cazul fluaajului de dizlocație.

Mai multe modele au fost elaborate în scopul explicării prezenței tensiunii de prag la fluaajul difuziv. Unul dintre aceste modele consideră emisia și absorbția de vacanțe la limitele de grăunte ("reacția la interfață"), ca fiind factorii ce limitează viteza de desfășurare a procesului. Acestea sunt susținute de studiile atomiste asupra limitelor de grăunte, care sugerează o structură bine definită a acestor zone. Vacanțele pot fi emise sau absorbite doar de dizlocațiile de la limitele de grăunte, care trebuie să se deplaseze în planul acestor limite. Deoarece dizlocațiile sunt fixate de particule aflate la limite de grăunte, previziunile pentru tensiunea de prag la fluaajul difuziv, se evaluează teoretic pornind de la modele care calculează tensiunile pentru dizlocațiile aflate la limite:

$$\left(\sigma_{th}^{dl}\right)_A \approx \frac{Gb_b}{l_b} \quad (24)$$

unde b_b este vectorul Burgers a unei dizlocații de la limita de grăunte, iar l_b este distanța între particule la limite. Atunci cînd dizlocațiile de la limite pot glisa peste particule, pragul este redus la acela pentru alunecarea locală.

Luarea în considerare aici a unei alunecări locale este potrivită, deoarece dizlocația de la limita de grăunte este constrinsă să rămînă, în cursul deplasării, la interfața particulă - matrice. Prin analogie cu fluaajul prin dizlocație, o interacțiune de atracție între dizlocațiile de la limite și particule, ar putea juca un anumit rol, dar efectul ei nu a fost încă studiat.

Într-un alt tip de model, se presupune că limita de grăunte, și nu interfața particulă - matrice, acționează ca o sursă sau un captator perfect de vacanțe. Relaxarea tensiunii care se naște în particule, duce la o tensiune de prag pentru fluaajul difuziv. Dacă relaxarea se produce prin inițierea de bucle de dizlocații ale rețelei cristaline, rezultă următoarea tensiune de prag:

$$\left(\sigma_{th}^{dl}\right)_{II} = \frac{Gb}{r} \cdot f \quad (25)$$

În care s-a notat cu f fracțiunea volumică a particulelor, iar r raza lor. Alternativ, bucle de dizlocație se pot forma și la interfața particulă - matrice, rezultând o tensiune de prag dependentă de temperatură:

$$(\sigma_{th}^{df})_H = \frac{\pi \cdot G_i^2 b_i^2 f}{220k_H T} \quad (26)$$

unde G_i este modulul transversal "sesizat" de bucla de dizlocare de la interfață, iar b_i este vectorul Burgers.

Este dificil de stabilit care dintre aceste modele de calcul sunt mai potrivite. Experiența limitată de pînă în prezent, sugerează însă că există o dependență liniară de fracția volumică.

Ecuatia (26) prezintă o puternică dependență de temperatură, care nu poate fi altfel explicată decît prin tensiuni puternice la nivelul limitelor de grăunte. Deoarece unii dintre parametri nu sunt cunoscuți întotdeauna cu precizie (b_i , l_b , G_i , b_i) modelele nu pot fi verificate cu precizie pe baza datelor numerice ale tensiunii de prag.

Pentru explicarea valorilor ridicate ale tensiunii de prag găsite experimental de unii autori, se subliniază un alt fapt important. Procesele difuzive intergranulare observate impun modificări ale fluajului prin dizlocare, mai ales la materialele cu factor de aspect al granulației ridicat. Fluajul prin dizlocare fiind supus tensiunii de prag, în cazul materialelor durificate prin dispersie, poate rezulta o tensiune de prag aparentă și pentru procesul difuziv. Necesitatea modificărilor fiind mai redusă la factori GAR reduși, se poate explica în aceste mod existența unei tensiuni de prag sensibilă la factorul GAR și la orientarea tensiunii. Aceste considerații sunt încă aflate în discuție, la nivelul actual al cunoștințelor.

1-5.10.4. Concluzii

Tensiunea de prag trebuie privită ca cea mai importantă caracteristică a relației tensiune-deformație, în cazul materialelor armate prin dispersie. Scăderea accentuată a vitezei de fluaj la tensiunea de prag poate fi explicată prin presupunerea că există o interacțiune de atracție între dispersii și dizlocații, presupunerea că particulele sunt numai obstacole în deplasarea dizlocațiilor, ducînd la dificultăți conceptuale. Considerațiile teoretice au arătat că, la temperaturi apropiate punctului de topire al aliajului matricei (atunci cînd difuzia este foarte intensă), dispersiile fine sunt obstacole ineficiente în calea deplasării dizlocațiilor, dacă ele nu exercită și o interacțiune de atracție.

În aplicațiile practice, mentenabilitatea pe termen lung a tensiunii de prag este esențială însă, în principiu nu există nici o garanție împotriva apariției unor noi mecanisme de deformare, la viteze de fluaj incommensurabil de mici.

La nivelul actual de cunoaștere există cel puțin două procese cu potențial de producere a unor deformații la tensiuni inferioare tensiunii de prag, pe durate lungi de utilizare și fără a apărea la încercări de durată mai redusă:

- prin activare termică se produc desprinderi de dizlocații, care conduc la deformații de valoare finită, la tensiuni mai mici decît cea de prag ;
- limitele de grăunți pot contribui la deformație prin alunecări la limite sau acumularea de defecte.

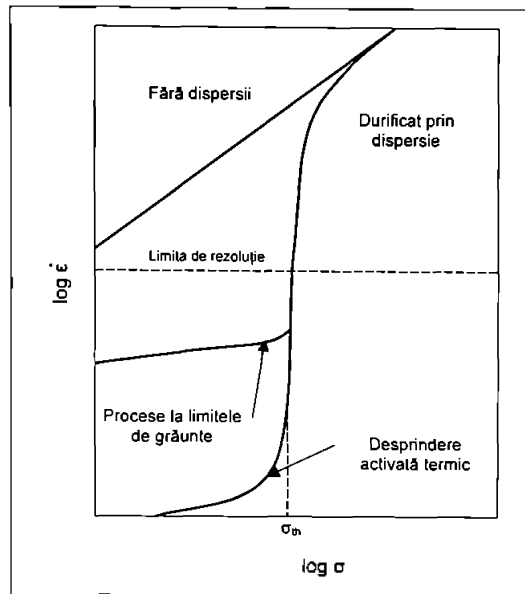


Figura I- 22. Reprezentarea schematică a posibilelor contribuții ale tensiunilor, inferioare celei de prag, la deformării de fluaj cu viteză extrem de mică.

În timp ce ultimul caz poate fi evitat, la monocristale sau la granulații grosolane cu un factor GAR ridicat, primul reprezintă o limitare "intrinsecă" a durificării prin dispersie la temperaturi ridicate. Ambele efecte sunt ilustrate de figura I-22.

Cercetările efectuate pînă în prezent conduc la următoarele reguli calitative și generale de realizare a efectului optim de durificare în compozitele armate cu particule fine în dispersie:

- particulele trebuie să fie la distanțe cît mai mici unele de altele;
- ele trebuie să fie suficient de mari pentru a reduce producerea activării termice a desprinderii dizlocațiilor, dar suficient de mici pentru a reduce fracția volumică a particulelor, în interesul unei bune ductilități.
- proprietățile interfeței particulă - matrice trebuiesc optimizate pentru a permite relaxarea completă a dizlocațiilor.

Modul în care aceste reguli generale pot fi traduse în expresii cantitative și în procedee practice, reprezintă practic tematica de studiu pentru caracterizarea completă a acestei categorii de materiale, din punctul de vedere al comportării la temperaturi ridicate.

I-5.11. Recristalizarea și creșterea grăunților

Compozitele metalice care au fost supuse prelucrării prin deformare plastică pot recristaliza în timpul recoacerii. Efectul separărilor de fază secundară asupra recristalizării este destul de bine cunoscut, însă în ceea ce privește particulele mai mari de 1 μm, caz care acoperă majoritatea compozitelor produse pînă în prezent, cercetările sunt în curs.

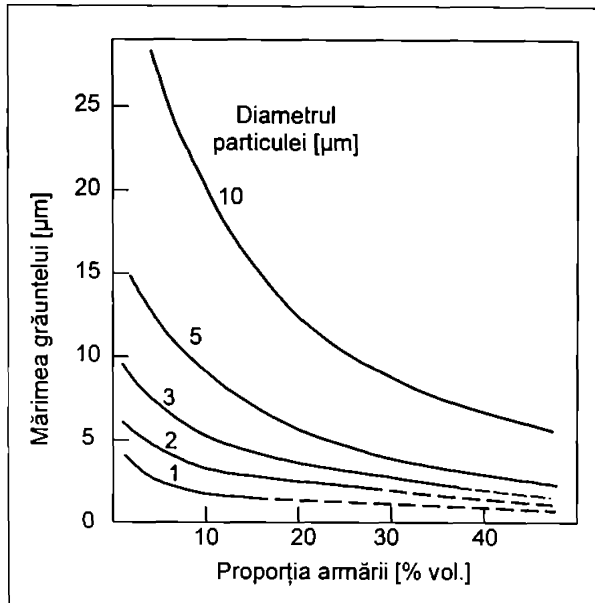


Figura I-23. Mărima de grăunte prevăzută în funcție de mărimea particulelor și proporția de armare

Se cunoaște că aceste particule ceramice stimulează germinii recrystalizării în zonele deformate, adiacente particulelor. În general fiecare particulă formează cel puțin un nucleu, motiv pentru care granulația rezultată va fi în strînsă legătură cu distribuția particulelor.

Germinarea stimulată de particulele ceramice se produce numai dacă la marginea particulelor s-au format zone deformate, motiv pentru care deformația trebuie să se producă la o temperatură sub cea critică de tranziție. Prin deformare plastică la rece granulația se poate reduce după recrystalizare foarte mult, mergînd pînă la scăderea de 10 ori a diametrului grăuntelui. O relația care poate da indicații asupra mărimii de grăunte rezultate o constituie ecuația următoare:

$$D = d / F_V^{2/3} \cdot (1 - F_V) \quad (27)$$

Transpunerea grafică a relației de mai sus, pentru cîteva mărimi de particule și proporții de armare uzuale în producerea compozitelor, este prezentată în figura I-23. Zona în care curbele sunt trasate punctat reprezintă situațiile în care recrystalizarea este improbabilă. Cercetările experimentale au relevat că particulele mai mari de 3 μm pot germina mai mult decît un grăunte, motiv pentru care valoarea dată de relația (11) poate privi ca și limită superioară, granulația fiind mai fină decît cea prevăzută.

Mărima grăuntelui este afectată și de alte variabile, cum ar fi mărimea deformației, temperatura de recrystalizare, viteza de încălzire, elementele de aliere etc. Din acest motiv valoarea dată de relația (27) și datele furnizate de diagrama din figura I-23 trebuie să fie privite doar ca valori orientative, cercetările trebuind să fie aprofundate pentru fiecare caz în parte. Cu toate acestea dacă particulele de armare sunt foarte apropiate, creșterea subgrăunților, necesară pentru recrystalizare, este împiedicată, iar la recrystalizare structura se relaxează dar nu recrystalizează. Aceste situații sunt descrise de o serie de relații empirice. De exemplu recrystalizarea este împiedicată atunci cînd $F_V / d > 0,1$.

Atunci cînd germinarea grăunților de către particule se produce, nucleele de germinare se diatribuie în interiorul zonei deformată, motiv pentru care rezultă o textură întimplătoare. În cazul în care materialul este expus la temperaturi ridicate, după ce s-a produs recristalizarea, este de mare importanță practică stabilitatea granulației obținute, unele studii concentrîndu-se asupra acestui aspect. Astfel a fost pus în evidență pentru compozitele metalice pe bază de aluminiu efectul de fixare (*Zener pinning effect*) pe care îl au particulele ceramice. Dimensiunea maximă la care se limitează creșterea granulației în cazul expunerii îndelungate la temperatură a fost dat de unii autori sub forma următoarei relații:

$$D_{max} = 2d/3F_V \quad (28)$$

Din această relație rezultă în mod evident efectul pozitiv asupra stabilității termice a granulației pe care îl exercită o proporție ridicată în elemente de armare.

Capitolul II.

Contribuții privind tratamentul termic de sinterizare la producerea materialelor compozite pe bază de aluminiu armate cu particule ceramice

II-1. Stabilirea obiectivelor

Având în vedere că unele proprietăți critice ale compozitelor armate cu particule, cum ar fi ductilitatea, tenacitatea, rezistența la oboseală, depind esențialmente de procedeul de producere adoptat, din motive legate mai ales de uniformitatea distribuției particulelor ceramice, apare pregnant necesitatea studierii în continuare a tehnicilor de elaborare care oferă caracteristici superioare, în condiții tehnico-economice favorabile.

Studiul literaturii în domeniu a identificat două direcții pe care se concentrează actualmente eforturile colectivelor de cercetare:

Extinderea ariei de studiu, mai ales prin dezvoltarea de noi procedee și optimizarea procedeelelor clasice sau folosirea unor noi materiale, atât pentru matrice cît și pentru armare, în scopul îmbunătățirii performanțelor, mai ales în cazul celor critice, dependente de microstructură. Faptul că pentru materialele produse pînă în prezent s-au raportat valori ale proprietăților rezultate cu o mare împrăștiere, ridică problema controlului și reproductibilității elementelor microstructurale, elaborarea unor noi modele de calcul pentru caracterizarea materialelor; găsirea unor noi corelații între parametri de elaborare, microstructură și proprietăți etc.

- Cea de a doua direcție principală se referă la atenuarea unor dezavantaje relative. Astfel costurile relativ ridicate ale materialelor produse, precum și tehnicile de elaborare relativ complicate au deplasat centrul de greutate al cercetărilor din domeniul fundamental în cel ingineresc. Extinderea utilizării acestei grupe de materiale de la unele aplicații ale industriei aerospațiale la utilizarea industrială curentă, impune caracterizarea completă a materialului, inclusiv elaborarea unor specificații de proiectare constructivă și tehnologică, învingerea unui oarecare scepticism al potențialilor utilizatori industriali. Un criteriu important în selecția unui material pentru o anumită aplicație îl constituie posibilitatea producerii și prelucrării prin metode și cu utilaje clasice, în special cele de mare productivitate (turnare, deformare, așchiere etc.) fie în formă finală, fie ca semifabricate de diferite tipodimensiuni.

Legat de prima direcție principală de cercetare, s-a considerat oportună studierea posibilităților microstructurale pe care le poate oferi folosirea ca matrice metalică a unui aliaj de aluminiu cu aliere complexă, acest aspect fiind mai puțin studiat. Asemenea aliaje prezintă transformări structurale complexe din punctul de vedere al proprietăților rezultate. Un subiect interesant îl constituie posibilele influențe pe care particulele ceramice le pot avea în cadrul acestor transformări, la producere și în timpul prelucrării termomecanice, precum și elementele microstructurale noi pe care le introduce o asemenea matrice, în urma armării cu particule ceramice, având în vedere și efectele transformărilor structurale asupra proprietăților mecanice și tehnologice.

Cea de a doua idee conducătoare a studiilor prezentate se află în relație cu creșterea disponibilității și accesibilității acestor materiale, prin elaborarea unor tehnologii, fezabile din punct tehnico-economic cu nivelul tehnologic și gradul de dotare existent actualmente în industria prelucrătoare. Aceasta presupune elaborarea unui itinerar tehnologic complet de producere și elucidarea posibilităților de transformare a proprietăților mecanice și tehnologice prin tratamente termomecanice. În scopul realizării unor caracteristici superioare, s-a urmărit optimizarea parametrilor de tratament termomecanic, atât la nivelul elaborării, cît și în ceea ce privește prelucrarea secundară în vederea utilizării.

II-2. Itinerariul tehnologic de producere

II-2.1. Alegerea procedurii de elaborare

Așa cum s-a subliniat în considerațiile făcute la capitolul 1, metodele de producere a compozitelor de aluminiu bazate pe metalurgia pulberilor prezintă avantaje evidente, printre care se pot aminti, cea mai bună flexibilitate în ceea ce privește mărimea particulelor și proporția de armare realizată.

Metalurgia pulberilor presupune aplicarea unor temperaturi mai reduse, durate mai scurte de contact între metalul în stare topită și particulele ceramice, permițând de asemenea un control mai bun asupra fazelor și constituenților care se formează în timpul producerii, în special la interfața matrice-particule. Această categorie de procedee realizează elemente de microstructură mai favorabile, în ceea ce privește granulația, incluziunile, segregările, defectele de rețea cristalină, distribuția a elementelor de aliere etc.

Unul dintre aspectele cele mai importante ale structurii compozitelor îl reprezintă distribuția particulelor ceramice în matricea metalică. Așa cum s-a arătat, o distribuție uniformă a particulelor este condiția de bază pentru obținerea unor valori mai bune pentru tenacitate și ductilitate, proprietăți deficitare la acest tip de materiale, fapt care poate exclude utilizarea la numeroase aplicații ingineresti. De asemenea evitarea aglomerărilor de particule îmbunătățește semnificativ rezistența la oboseală și deschide drum la numeroase utilizări, mai ales în industria automobilului.

Faptul că materialele produse prin metalurgia pulberilor asigură cea mai favorabilă distribuție a particulelor ceramice, alături de alte avantaje structurale, precum o granulație fină, o proporție mai redusă de oxizi și incluziuni, recomandă această categorie de procedee ca având cel mai mare potențial de dezvoltare.

Avînd în vedere obiectivul propus, de punere la punct a unei tehnologii cît mai atractive din punct de vedere tehnologic și economic s-a optat pe un itinerariu avînd un număr minimal de faze. De asemenea s-a urmărit evitarea utilizării pe cît posibil a unor utilaje complexe, care să facă apel la forțe și presiuni foarte mari, precum cele bazate pe presarea izostatică, la cald sau la rece, tratamente în vid sau cu încălziri prin metode neconvenționale, sau alte operațiuni de mică productivitate.

Analiza efectelor diferitelor operațiuni, componente ale itinerariului tehnologic, le au asupra proprietăților finale, a dus finalmente la adoptarea variantei prezentate în figura II-1.

1. Cele două sortimente de pulberi, metalice și ceramice, se supun în primă instanță amestecării, ca o primă etapă în realizarea distribuției particulelor ceramice în viitoarea matrice metalică. Dintre variantele disponibile, se distinge amestecarea mecanică în moara cu bile, atît din punctul de vedere al productivității și simplității, procedeul fiind pus la punct în diverse domenii industriale, cît și în ceea ce privește posibilitatea reglării în limite largi a parametrilor tehnologici. Fenomenele complexe care au loc în spațiul de lucru sunt legate de energia specifică pe care bilele de amestecare o transmit amestecului de pulberi, mărime care se reglează prin viteza de rotire și raportul masic bile/pulbere.
2. Amestecul de pulberi rezultat se supune agregării prin compactare, la forme și dimensiuni apropiate celor finale. În scopul simplificării acestei operațiuni s-a optat pentru compactarea prin presare la rece. De asemenea se realizează în acest fel separarea de tratamentul termic de sinterizare, care se face distinct, puîndu-se controla mult mai bine parametri tehnologici, iar protejarea materialului de atmosfera ambiantă este mai ușoară. Spre deosebire de presarea la cald, eventual cea izostatică, varianta aleasă folosește utilaje și scule mult mai simple.

^{*} engl. *cluster*.

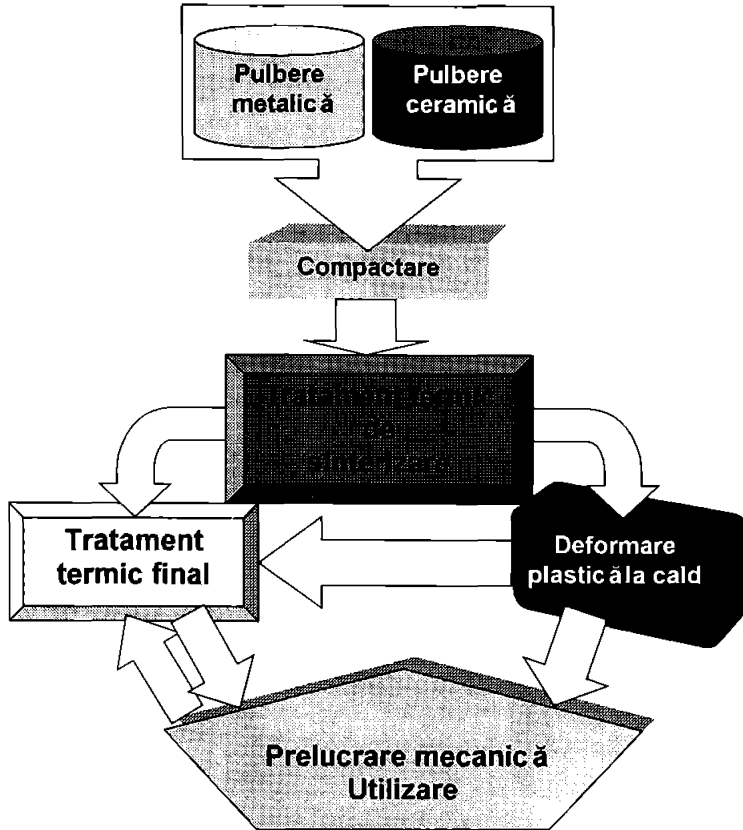


Figura 11- 1. Itinerariul tehnologic de producere a compozitului.

Un motiv în plus care face ca presarea la cald, mult mai scumpă, să nu se justifice este acela că în general structura rezultată după amestecare mecanică și compactare, este neuniformă din punctul de vedere al distribuției de particule ceramice, indiferent de varianta de presare aleasă. Din acest motiv, pentru asigurarea unei calități superioare a materialului este necesară o operație suplimentară constând dintr-o deformare la cald. Această operație asigură în orice caz eliminarea cvasi-totală a porozităților din material, anulând avantajele presării izostatice la cald, ce constau tocmai din distribuția mai uniformă a tensiunilor în masa piesei și porozități mai reduse.

Semifabricatele compactate ("verzi") realizate din presare la rece se caracterizează prin faptul că pulberile sunt legate doar prin forțe de adeziune, sarcinile care pot fi suportate fiind foarte reduse, exclusiv cele ocazionale de manipulări tehnologice simple

3. Consolidarea materialului se face prin tratamentul termic de sinterizare, operațiunea cea mai pretențioasă, asupra căreia s-au concentrat în cea mai mare măsură cercetările legate de producerea compozitelor. Influențele exercitate de compoziția

* engl. *green compacts*

materialului și parametri tehnologici aplicați sunt în general elucidate pentru cazul materialelor monobloc. Din acest motiv s-a urmărit punerea în evidență cu precădere a particularităților ce apar la tratamentul aplicat agregatelor din amestecuri de pulberi metalice și ceramice.

4. Ca urmare a tratamentului termic de sinterizare, are loc îmbinarea particulelor metalice și umplerea majorității golurilor. Creșterea gradului de compactitate, în scopul îmbunătățirii proprietăților mecanice se produce prin operațiuni de deformare plastică la cald: forjare, roluire, extrudare etc. Fenomenele de curgere a materialului au ca efect și modificarea distribuției de particule ceramice în matricea metalică, și mai ales de îndepărtare a aglomerărilor de particule (*cluster*), fiind susceptibile a îmbunătăți tenacitatea, ductilitatea și rezistența mecanică la oboseală.

II-2.2. Materiale folosite

Unul dintre dezavantajele relative ale materialelor compozite este legat de costurile ridicate ale materiilor prime. Acesta este de altfel unul dintre motivele pentru care armarea cu particule a devenit mai atractivă decât cea cu fibre.

Realizarea unor tehnologii fezabile din punctul de vedere al raportului preț - calitate este condiționată și de folosirea ca materii prime a unor materiale relativ ieftine și disponibile la scară industrială. Acest deziderat poate fi îndeplinit în condițiile în care sunt folosite alți ca și pulberi metalice, cât și ca pulberi ceramice, mărci standardizate, procurabile pe filieră comercială.

II-2.2.1. Pulberile metalice

Matricea metalică a materialului se formează prin sinterizarea unui amestec de pulberi metalice, corespunzător cantitativ unui aliaj complex Al - Cu - Si - Mg, destinat producerii prin sinterizare a pieselor din aliaj durificabil de înaltă rezistență, folosite în industria constructoare de mașini.

II-2.2.1.1. Caracteristici fizico-chimice

Sortimentul de pulberi metalice folosite are simbolizarea comercială **Alumix 123**, compoziția aliajului fiind prezentată în tabelul II-1:

Tabelul II-1. Compoziția aliajului Alumix 123.

Alumix 123	Aliaj sinterizat	Cu [%]	Mg [%]	Si [%]	Zn [%]	Lubrifianți [%]	Al
Alumix 123	AlCuSiMg	10	0,5	0,2	-	1,5	Rest

În timpul procesului de producere prin atomizare din topitură, la contactul cu aerul, fiecare particulă se acoperă cu un strat subțire de oxid. Din acest motiv, pulberile pe bază aluminiu au o activitate redusă pe timpul sinterizării și au tendința de a se suda la rece de pereții sculelor pentru formare sau compactare.

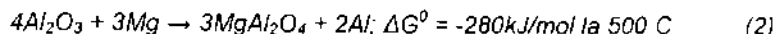
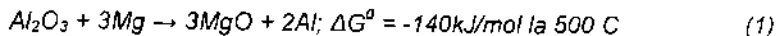
Rezolvarea parțială a acestor probleme o reprezintă adăugarea de lubrifianți. Aceasta are ca efect și scăderea simțitoare a presiunilor necesare unei compactări eficiente, precum și a forțelor de extragere din sculă a pieselor compactate.

Un efect favorabil îl are adăugarea de elemente de aliere, dintre care se remarcă magneziul, siliciul, cuprul și zincul.

¹ procurat prin amabilitatea firmei **Eckart Werke GmbH** din Germania.
² steramidă tip **HOECHST Microwax C**

Adaosurile de magneziu, la fel ca și cele de siliciu favorizează ca topitura rezultată prin încălzire deasupra liniei solidus să penetreze stratul de oxid ce înconjoară particulele și astfel să realizeze consolidarea.

Se cunoaște că pelicula de oxid formată la suprafața metalică este mai puțin stabilă la aliaje față de aluminiul nealiat. Studii efectuate pe aliaje Al-Mg încălzite în aer [292] arată că la 350°C se formează un oxid cristalin, sub formă de particule, care tinde să întrerupă pelicula de alumina. Aceasta se întâmplă prin una din reacțiile următoare:



Energia liberă de valoare absolută mai mare a reacției (2) favorizează formarea spinelului $MgAl_2O_4$, dar în realitate procesul de oxidare al aliajelor cu baza de Al, care conțin ca element de aliere-Mg este foarte complex și depinde de compoziția aliajului. În plus magneziul are un rol însemnat în durificarea prin precipitare a soluției solide, prin compușii intermetalici pe care îi formează

Tabelul II- 2. Caracteristicile aliajului de sinterizare pentru producerea matricei.

Caracteristica	Metoda pentru determinare	Simbol DIN/ISO	Valori admisibile
Distribuția mărimii particulelor	Determinarea dimensiunii particulei prin cernere uscată cf. DIN 66165/2; ISO 4497	Z_{50} S	75 – 95 μm 0,30 – 0,50
Densitatea aparentă	Determinarea densității aparente prin metoda Funnel, cf. DIN/ISO 3923/1	ρ_a	0,95 - 1,05 g/cm^3
Densitate în stare tasată	Determinarea densității în stare tasată cf. DIN/ISO 3953/1	ρ_t	1,25 – 1,35 g/cm^3
Fluiditate	Determinarea fluidității pulberii cf. DIN/ISO 4490		<30 s (50g; 5.0 mm)
Rezistența mecanică a semifabricatului compactat	Determinarea rezistenței în stare compactată prin rupere transversală a probelor reangulare	S	>8,0 N/mm^2
Proprietăți de compactare și sinterizare	Determinarea modificărilor dimensionale asociate compactării și sinterizării	Δd_{GS}	-0,25+0,25%

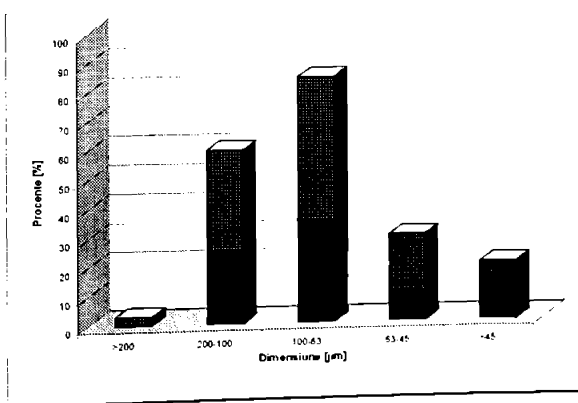


Figura II- 2. Distribuția dimensională a particulelor de pulbere Aluminix 123.

II-2.2.1.2. Proprietăți tehnologice

Aliajul Alumix 123 se obține din agregatul de pulberi metalice ca urmare a unui tratament termic de sinterizare având următoarele faze tipice:

1. Îndepărtarea lubrifiantului

În scopul realizării de proprietăți mecanice superioare, prin consolidarea corespunzătoare a materialului, este absolut necesară îndepărtarea lubrifiantului folosit la compactare. Aceasta se face prin încălzire la o temperatură în general sub 420°C, mai frecvent la 400°C, timp de 20 de minute. Cantitățile de lubrifiant rămase (sub 0,1%) vor fi îndepărtate la sinterizare, ele neinterferind cu procesele de difuzie.

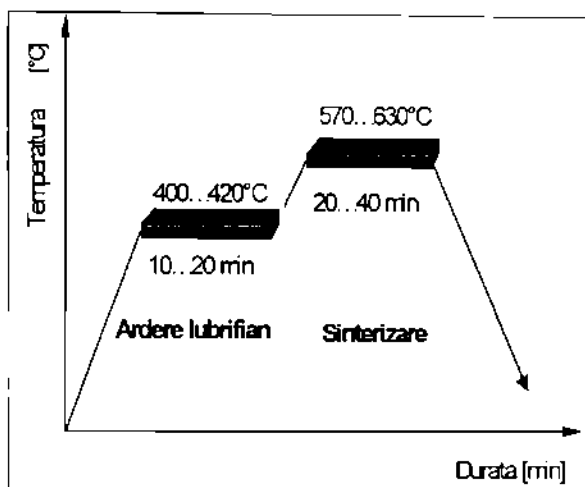


Figura II- 3. Ciclograma tratamentului termic de sinterizare.

2. Sinterizarea

Prezența la aliajele pe bază de aluminiu a peliculei subțiri de oxid face ca sinterizarea să poată fi realizată doar în condițiile prezenței unei faze lichide. Obișnuit temperaturile adoptate pentru această categorie de aliaje se situează în gama de temperaturi de la 570 pînă la 630°C. În aceste condiții, fazele eutectice penetrează pelicula subțire de oxid, lichidul difuzează în particulele de aluminiu, formînd un aliaj omogen.

Un ciclu tipic de tratament termic de sinterizare, care va fi supus unei proceduri de optimizare a parametrilor este reprezentat în ciclograma din figura II-3.

II-2.2.1.3. Tratamente termice aplicate

Caracteristicile mecanice ale aliajele rezultate în urma sinterizării pot fi simțitor crescute prin tratamente termice corespunzătoare, similare celor aplicate aliajelor obținute prin metode din metalurgia topiturii.

1. Starea T1

Se obține prin sinterizare la temperatura recomandată, urmată de răcire pînă la temperatura ambiantă.

2. Starea T4

Încălzire în aer timp de aproximativ 30 de minute la temperaturi cuprinse între 495 și 505°C urmată de răcire rapidă în apă. Durificarea prin precipitare ca urmare a îmbătrînirii

naturale se face prin depozitare la temperatura camerei (15-25° C). Durificarea este realizată complet după aproximativ 30 de zile de la călire.

3. Starea T6

Este un tratament de durificare termică, constînd din punerea în soluție timp de 30 de minute, în aer, la 495-505°C, urmată de răcire în apă, apoi o îmbătrînire la 160°C timp de 18 ore.

Starea structurală realizată în urma îmbătrînirii termice la durate apropiate celei de 18 ore corespunde îmbătrînirii la duritate maximă, menținerea în continuare la îmbătrînire avînd ca efect coalescența precipitatelor formate și scăderea durității, corespunzătoare unei supra-îmbătrîniri.

Proprietățile mecanice rezultate după tratamentul aliajelor nearmate cu particule ceramice sunt sintetizate în tabelul II-3:

Tabelul II- 3. Proprietățile mecanice realizate în urma tratamentelor termice.

Tip	Presiune de compactare	Densitatea compactat	Densitate sinterizat	Modificări dimensionale	Rezistența la tracțiune		Duritate	Alungire
	P MPa	ρ_b g/cm ³	ρ_s g/cm ³	Δl %	Rm N/mm ²	T1a	HB	A5 %
Alumix 123	250	2,56	2,52	-0,4	T1a	190	60	5
	400	2,65	2,59	-0,2	T4	260	75	3
					T6	320	100	1

II-2.2.2. Pulberea ceramică

Elementele de armare a matricei metalice trebuie să fie reprezentate de particule, care să poată realiza efectul de durificare a compozitului. Pentru ca îmbunătățirea proprietăților mecanice să fie semnificativă materialul de armare trebuie să prezinte rezistență mecanică, rigiditate de valori ridicate și să fie relativ inerte față de matricea metalică pînă la temperaturi cel puțin egale celei de producere. De asemenea avînd în vedere obiectivul de realizare a unor materiale cvasi-izotrope, particulele ceramice se aleg de formă neregulată.

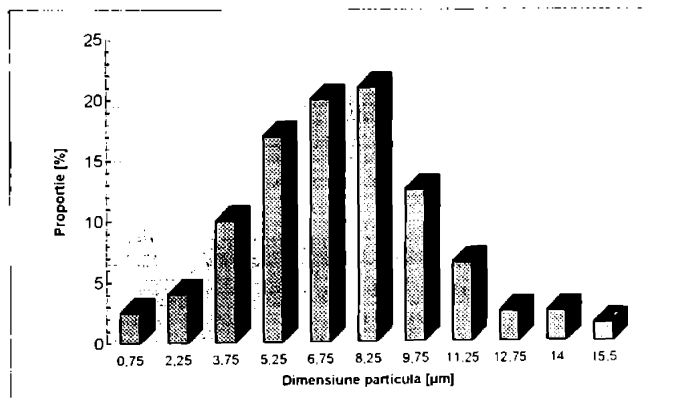


Figura II- 4. Distribuția dimensională a particulelor din carbură de siliciu.

engl. peak aged.
engl. over-aged.

Din punctul de vedere al obiectivelor urmărite, cel al proprietăților pe care le prezintă, precum și din considerente legate de dorința de realizare a unei variante economice, studiul bibliografic și al ofertelor comerciale de materiale ceramice, au indicat ca variantă optimă folosirea unei pulberi abrazive din carbură de siliciu (SiC), cu diametrul mediu de ~8,5 μm, marca F800¹. Distribuția dimensională a particulelor indicată de producător este cea din figura II-4.

¹ produsă de Universal Abrasives și pusă la dispoziție de către firma Optica S.A. Timișoara.

II-3. Influența parametrilor amestecării mecanice asupra proprietăților structurale

II-3.1. Considerații generale

Așa cum s-a constatat din studiul bibliografic întreprins și din studiile preliminare efectuate, distribuția uniformă a particulelor ceramice în matricea metalică are o influență semnificativă asupra proprietăților mecanice. Neomogenitățile structurale sub forma aglomerărilor de particule și formarea unei rețele continue și subțiri de particule ceramice mici, care înconjoară grăunții metalici, produc porozități în material și diminuarea efectelor de durificare structurală produse de particule.

Diminuarea rezistenței mecanice a materialului are loc ca urmare ca reducerii secțiunii utile a piesei, aglomerările de particule acționând ca un gol de material, datorită faptului că materialul metalic nu reușește în aceste zone să înglobeze particulele aflate la distanțe mici. De asemenea, așa cum s-a arătat în capitolul I, aglomerările vor reduce prin mecanisme structurale specifice ductilitatea, tenacitatea și rezistența la oboseală.

Înlăturarea parțială a porozităților se poate face prin aplicarea unei operațiuni de infiltrare a aliajului de matrice în stare mixtă, solid – lichid, prin presare la cald, operațiune costisitoare și având o eficiență destul de redusă.

Remediarea distribuției neuniforme a particulelor ceramice este foarte dificil de realizat, procedeele ulterioare de deformare plastică la cald sau la rece nu realizează decât ameliorarea parțială, chiar dacă se aplică grade mari de deformare. Rezultă că o condiție preliminară de obținere a unor materiale cu calități superioare este amestecarea omogenă a pulberilor metalice cu cele ceramice și evitarea pe cât posibil a apariției de segregări.

II-3.2. Parametri fizici și cinematici ai amestecării mecanice

Acțiunea mecanică asupra amestecului de pulberi se produce prin elemente active de forma unor bile, puse în mișcare fie prin rotirea containerului utilajului, fie cu ajutorul unui amestecător format din mai multe tije care acționează asupra bilelor.

Spre deosebire de procedeele de **aliere mecanică**, la care energia transmisă este de valori mari, având loc deformații importante, însoțite de transformări de faze și formarea unor noi compuși, **amestecarea mecanică** are ca scop doar omogenizarea distribuției de particule ceramice în pulberea metalică, reacțiile fizico-chimice trebuind evitate cu multă grijă. În acest scop densitatea de energie transmisă trebuie să fie redusă, iar stabilitatea compozițională menținută în timpul amestecării.

Experimentele preliminare prevăzute pe baza datelor din bibliografie au indicat un raport masic între amestecul de pulberi și bile de 1:1 și un grad de umplere volumică a containerului de 35-50%, în cazul folosirii unei mori cu bile având o viteză de rotație de 45 rotații/minut și o capacitate de aproximativ 5 litri.

În aceste condiții o amestecare cu durată de 2 ore a asigurat o bună omogenizare, fără încălzirea amestecului. Energia redusă a procesului și stabilitatea chimică a pulberilor folosite nu a făcut necesară protecția prin vacuum sau gaze inerte, analizele prin difracție de raze X nu evidențiază în acest sens apariția de noi faze.

Pulberea din carbură de siliciu a fost în prealabil uscată prin încălzire în etuvă, timp de 1 oră la 150°C, fiind folosită imediat după răcire.

II-3.3. Influența parametrilor geometrici ai pulberilor

Studiul bibliografic a indicat o serie de măsuri tehnologice folosite pentru uniformizarea amestecării. Astfel se pot aminti folosirea de utilaje cu energie ridicată de amestecare, creșterea duratei acestei operațiuni, folosirea de activatori, tratamente termice sau

acoperiri aplicate pulberii ceramice, etc. Toate aceste măsuri au un efect destul de modest, complicând itinerariul de producere și ridicând costurile de producere a materialului.

Studiile publicate în ultimul timp au semnalat faptul că relațiile între parametri geometrici ai pulberilor folosite la amestecare au influența hotărâtoare asupra eficacității amestecării, fiind indicate fie relații empirice, fie chiar modele analitice care pun în relație acești parametri. Deși mai puțin cercetată relația dintre participarea volumică și distribuția particulelor ceramice, exercită o influență importantă asupra calității amestecului, observațiile experimentale indicând înrăutățirea distribuției pe măsura creșterii proporției volumice a particulelor ceramice. Această influență se exercită în strânsă influență cu dimensiunile pulberilor, știut fiind că diferența semnificativă de diametre între cele 2 tipuri de pulberi poate avea ca efect, pe parcursul itinerariului de producere, apariția unor aglomerări de particule ceramice.

Astfel pe lângă alegerea unei tehnici corecte de amestecare, care să realizeze cu succes dezagregarea particulelor și distribuirea lor uniformă, trebuie cunoscut dacă proporția volumică a particulelor ceramice și distribuția aleasă sunt compatibile cu obținerea unui amestec final care să nu aibe aglomerări frecvente de particule, iar cele existente să poate fi atenuate printr-o prelucrarea secundară de deformare plastică la cald.

În mod evident, pentru o anumită proporție volumică de particule și un diametru al particulelor metalice bine definit, cu cât particulele ceramice sunt mai fine, cu atât mai puțin spațiu va fi disponibil pe suprafața particulei metalice, pentru ca aceasta să intre în contact cu ceramica. Pentru fiecare proporția volumică de particule ceramice care se dorește a se realiza, există o valoare critică a dimensiunii particulei ceramice, sub care se vor forma aglomerări. Încercările de a scădea în continuare dimensiunea particulelor vor avea ca rezultat înrăutățirea proprietăților mecanice ale compozitului.

De asemenea, pentru dimensiuni date ale pulberilor metalice disponibile și anumite valori ale diametrelor particulelor ceramice, vor exista proporții volumice maxime de participare a elementelor de armare pentru care se pot realiza distribuții relativ uniforme ale particulelor ceramice.

Pentru calculul estimativ al relațiilor dintre dimensiunile particulelor și proporția volumică de elemente de armare se vor nota cu D și d diametrele particulelor metalice, respectiv ale celor ceramice. S-a mai notat $\delta = D/d$, iar V_{mp} și V_{cp} sunt volumul particulei metalice, respectiv al celei ceramice.

Amestecarea mecanică presupune distribuția uniformă a particulelor ceramice pe suprafața celei metalice. În timpul consolidării care urmează amestecării, acestea sunt forțate să pătrundă în metalul mai moale. Proporția volumică a ceramicii este dată de următoarea relație:

$$V = \frac{\frac{n \cdot V_{cp}}{2}}{V_{mp} + \frac{n \cdot V_{cp}}{2}} = \frac{1}{2\delta^3 \frac{n}{n} + 1} \quad (3)$$

unde n este numărul de particule ceramice împrăștiate pe suprafața particulei metalice, din care doar jumătate din volum este inserat în particula mai moale, cealaltă jumătate fiind cuprinsă în particula învecinată.

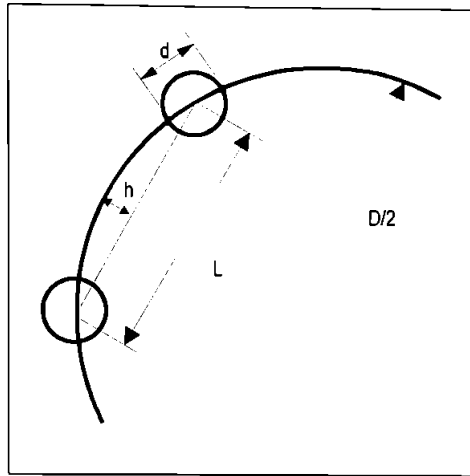


Figura II- 5. Dimensiunile caracteristice ale amestecului de pulberi.

Dacă la fiecare particulă ceramică va corespunde un segment sferic de coardă L (distanța medie între particulele de armare) pe suprafața particulei metalice, suprafața rezervată fiecărei particule ceramice este:

$$a = \pi D h \quad (4)$$

unde h este înălțimea segmentului sferic.

Deoarece:

$$\left(\frac{D}{2}\right)^2 = \left(\frac{L}{2}\right)^2 + \left(\frac{D}{2} - h\right)^2 \quad (5)$$

atunci:

$$h = \frac{D - \sqrt{D^2 - L^2}}{2} \quad (6)$$

Făcînd substituțiile rezultă:

$$a = \pi D \frac{D - \sqrt{D^2 - L^2}}{2} \quad (7)$$

Numărul de particule împrăștiate pe suprafața particulei metalice va fi:

$$n = \frac{\pi D^2}{a} = \frac{2\delta}{\delta - \sqrt{\delta^2 - \lambda^2}} \quad (8)$$

unde $\lambda = L/d$. Exprimînd ecuația de mai sus în funcție de λ , distanța dintre particule relativ la diametrul lor, se obține următoarea egalitate:

$$\lambda = \frac{2}{\delta} \left(\frac{1}{V} - 1 \right) - \frac{1}{\delta^4} \left(\frac{1}{V} - 1 \right)^2 \quad (9)$$

unde cel de al doilea termen din membrul drept al egalității are o valoare semnificativă

doar pentru valori ale lui δ apropiate de 1. Această expresie este reprezentată grafic în Anexa II.1 pentru câteva valori de participare volumică ale particulelor ceramice.

În conformitate cu previziunile pe care le face alura curbelor din Anexa II.1 se poate afirma:

- Pentru o valoare constantă a participării volumice a pulberii ceramice, la o valoare medie d a diametrului particulei, variația distanței între aceste particule, ca funcție de diametrul particulei metalice, prezintă un maximum deplasat înspre valorile mici ale raportului D/d . De exemplu pentru participări volumice între 5% și 30%, D/d la $(L/d)_{max}$ se va modifica aproximativ între 3,5 și 2.
- Valoarea maximă apare în mod evident, deoarece modelul își încetează valabilitatea în cazul particulelor ceramice și metalice cu diametre apropiate. La valori ale lui D/d superioare celei care dă $(L/d)_{max}$ particulele ceramice sunt mai apropiate una de alta, pe măsură ce diametrul particulei metalice crește relativ față de cel al particulei ceramice (arie specifică mai mică a grăunților metalici).
- Amestecurile la care apariția aglomerărilor de particule este mai puțin probabilă apar pentru valorile cele mai mari ale L/d . Valoarea $L/d = 1$ se referă la situația în care toate particulele ceramice distribuite pe suprafața particulelor metalice ating particulele ceramice cele mai apropiate.
- Pentru fiecare valoare a participării volumice există un interval de amestec (valori D/d) pentru care, în mod ideal, nu apar aglomerări de particule ceramice de armare. Cu cât participarea volumică a ceramicii (gradul de armare) este mai mare, cu atât acest interval este mai îngust. De exemplu la $V = 20\%$ rezultă $1,3 < D/d < 8$, iar la $V = 30\%$ rezultă $1,1 < D/d < 4,6$.

Tabelul II- 4. Valorile limită ale raportului diametrele D/d .

Participare volumică V [%]	$(D/d)_{min}$	$(D/d)_{max}$
5	2,3	117
10	1,7	15
15	1,6	5
20	1,5	3
25	1,5	2,4
30	-	-

În situațiile reale, cu cât este mai mică valoarea L/d , cu atât este mai greu de distribuit uniform particulele ceramice. De aceea este mult mai realist să se stabilească ca și criteriu $L/d > 1$. Dacă se alege arbitrar valoarea $L/d = 1,5$, atunci în tabelul II-5 se poate vedea ce importantă este coordonarea mărimii de grăunte și participarea volumică.

Cu cât intervalul este mai mic, cu atât amestecarea este mai dificilă. Criteriul ales de $L/d > 1,5$ va elimina în general orice posibilitate de a adăuga mai mult de 30% particule ceramice fără a exista pericolul formării de aglomerări.

Aceste considerații în privința intervalului admisibil pentru D/d au importanță practică, deoarece pulberile se caracterizează printr-o distribuție a dimensiunii diametrelor de particule, mai degrabă decât printr-o valoare unică și uniformă a diametrului. Cu cât intervalul de valori admisibile ale lui D/d este mai mic, cu atât mai îngustă va trebui să fie distribuția diametrelor de particule.

Pentru pulberile din aliaj de aluminiu care se iau în studiu, de tip Alumix 123, diametrele particulelor metalice se înscriu în limitele a $D = 75 - 95 \mu m$. În cazul amestecării cu pulbere din carbură de siliciu SiC, din fracțiunea F800 având valoarea diametrului nominal de $8,5 \mu m$, valorile rezultate pentru valoarea L/d , la diverse valori ale procentului de

armare V , sunt calculate conform modelului reprezentat în Anexa II.1 și prezentate în tabelul II-5.

Valorile maxime ale lui L/d corespund diametrului maxim a particulei metalice și aproximativ raportului $D/d=11$, iar cele minime la pulberile metalice cele mai mici din amestecul metalic folosit, pentru care $D/d=9$. Valoarea medie L/d corespunde aproximativ cu $D/d=10$.

Tabelul II- 5. Valorile criteriului L/d în cazul armării cu particule ceramice F800.

V [% vol.]	(L/d)max	(L/d)med	(L/d)min
5	2,23	2,15	2,10
10	1,54	1,36	1,27
15	1,23	1,10	1,05
20	1,02	0,97	0,92
25	0,89	0,84	0,79
30	0,79	0,74	0,70
35	0,70	0,66	0,62

În tabelul II-5 au fost scoase în evidență valorile acceptabile ale raportului L/d , adică situația când acesta este cel puțin supraunitar, iar probabilitatea de producere a aglomerărilor de particule ceramice este mai mică.

Tabelul II- 6. Valorile criteriului L/d în cazul armării cu particule ceramice F1200.

V [% vol.]	(L/d)max	(L/d)med	(L/d)min
5	1,53	1,49	1,36
10	1,05	0,99	0,93
15	0,83	0,78	0,74
20	0,70	0,66	0,62
25	0,61	0,57	0,54
30	0,53	0,50	0,48
35	0,48	0,45	0,42

În cazul în care se optează pentru folosirea unei pulberi ceramice mai fine, de exemplu carbură de siliciu de granulație F1200, cu un diametru nominal de 4,6 μm , caz în care D/d este maximum 20,65 și minimum 16,30, valorile criteriului L/d devin cele prezentate în tabelul II-6.

Așa cum rezultă din valorile calculate în cele de mai sus folosirea pulberii ceramice de granulație 1200 limitează practic procentul de armare al compozitului rezultat la proporții de aproximativ 5%, valori la care efectul de durificare prin particule este redus.

O proporție semnificativă a participării particulelor din SiC, paralel cu o bună distribuție a lor în masa metalică, se poate obține prin folosirea unei pulberi ceramice cu dimensiuni ceva mai mari. Astfel, pentru granulația de 800, criteriul L/d păstrează valori supraunitare pînă la participări volumice de 15%, situație în care se scotează un efect semnificativ de durificare prin particule.

Avînd în vedere că din considerente prezentate în capitolul I pentru realizarea unor proprietăți mecanice superioare particulele ceramice se dorește a fi cît mai mici, dar cu o distribuție cît mai uniformă, particulele ceramice corespunzătoare pulberii F800 apar a fi cele mai indicate utilizării ca elemente de armare.

II-3.4. Rezultate experimentale

Valorile calculate ale limitelor teoretice de armare își găsesc confirmarea prin rezultatele experimentale obținute. Astfel compararea structurilor realizate prin combinarea pulberii de aliaj Alumix123, cu particule din carbură de siliciu din calitatea F800, prezentate în capitolul IV, cu un compozit avînd 15% vol. pulbere din carbură de siliciu [132] echivalentă cu fracțiunea F1200, arătată în figura II-6, ilustrează valabilitatea considerațiilor de mai sus.

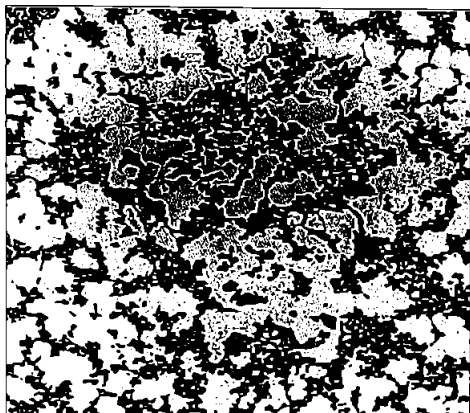


Figura II- 6. Compozit Al-Cu / 15%SiCp, diametrul particulelor ceramice~5 μm , diametrul particulelor metalice 85 μm .

Compozitul avînd 15% vol. particule la un diametru mediu al particulelor de 5 μm se încadrează conform tabelului II-6 în situațiile în care există, din punctul de vedere al raportului geometric între pulberi, un risc crescut de formare a aglomerărilor de particule ceramice. În capitolul IV se tratează pe larg aceste aspect alături de alte elemente structurale

II-3.5. Concluzii

Din punctul de vedere al rezultatelor amestecării mecanice, se consideră oportună cercetarea posibilităților de elaborare a unei tehnologii complete de producere a unei familii de compozite metalice armate cu particule, pornind de la folosirea ca materie primă a unor particule metalice cu diametre cuprinse între 75 și 95 μm , aflate în ofertă comercială.

În conformitate cu limitările geometrice introduse de modelul analitic expus în cele de mai sus, verificate pe cale experimentală, se consideră rațională folosirea de particule ceramice din carbură de siliciu, din fracțiunea dimensională F800.

Această granulație permite amestecarea mecanică, fără apariția frecventă a aglomerărilor de particule ceramice pînă la proporții de armare de 15% procente volumice, valori la care efectul de durificare este considerat semnificativ .

Folosirea unor particule din carbură de siliciu mai fine introduce pericolul apariției de aglomerări la participări volumice mai mari de 5%, proporție la care creșterea caracteristicilor mecanice este redusă, armarea nejustificîndu-se.

În privința parametrilor tehnologici, aceștia trebuie să asigure o energie de amestecare relativ redusă, care să evite formarea unor noi faze. De asemenea regimul de amestecare ales nu impune folosirea unor atmosfere protectoare

II-4. Formarea prin compactare a amestecului de pulberi

II-4.1. Considerații generale

Această operațiune își găsește locul în itinerariul tehnologic al producerii compozitului, între realizarea unui amestec omogen de pulberi și tratamentul termic de sinterizare, care realizează o legătură permanentă între particulele metalice.

Formarea prin compactare va avea în cazul compozitelor următoarele obiective:

- Realizarea unui agregat de pulberi apropiat ca formă și dimensiuni de piesa finală;
- Producerea prin deformare plastică a unei legături prin adeziune între pulberile în amestec, care să permită manevrarea interoperații a semifabricatelor compactate ("verzi");
- Asigurarea unui contact intim între particulele metalice, care să faciliteze difuzia termică și în același timp un grad ridicat de compactitate (porozitate redusă), care să nu antreneze modificări dimensionale mari cu ocazia transferului de substanță ce are loc la difuzie;

Legat de acest din urmă obiectiv, prezintă importanță și distribuția uniformă a sarcinilor și deformărilor în toată masa piesei, pentru realizarea unui grad de compactitate cât mai uniform, astfel ca modificările dimensionale să fie cât mai omogene și să nu antreneze și modificări de formă.

Obiectivele enunțate în cele de mai sus, pun probe tehnologice dificile, legate de realizarea sculelor și utilajelor necesare asigurării unor parametri corepunzători. În cazul producerii semifabricatelor pentru compozite cu matrice metalică, complexitatea proceselor este amplificată de natura neomogenă a pulberilor, dintre care cele ceramice cu plasticitate foarte redusă, de cerințele realizării unei anumite distribuții a elementelor de armare, precum și de evitarea fărâmitării lor.

Acest fapt a dus la dezvoltarea mai multor procedee de formare a semifabricatelor compactate pentru producerea compozitelor armate cu particule:

- Compactarea la rece, în matrițe, cu simplă și dublă acțiune;
- Presarea izostatică la rece;
- Extrudarea la rece a amestecurilor de pulberi;

Dacă formarea prin compactare este asociată consolidării prin difuzie se pot folosi și procedee, ca de exemplu:

- Presarea izostatică la cald;
- Extrudarea la cald;
- Deformarea prin explozie, etc.

În cazul alegerii metodei de formare pentru producerea probelor de compozit s-au avut în vedere următoarele aspecte:

- Necesitatea alegerii unei variante care să nu introducă utilaje sau tehnologii complicate, având în vedere obiectivul general de realizare a unei tehnologii cu un grad cât mai mare de accesibilitate;
- Încercările preliminare au arătat o calitate acceptabilă a gradului de compactitate;
- Faptul că finalmente compozitul trebuie să prezinte o distribuție cât mai uniformă a particulelor ceramice în masa metalică, deziderat care nu poate fi realizat direct prin formare și sinterizare, presupune și aplicarea în final a unei deformări plastice la cald, de valoare foarte mare. Această deformare va reduce porozitatea și se va uniformiza gradul de compactitate, până la procente apropiate de 100%, producând de asemenea modificări de formă și dimensiuni. Din acest motiv cerințele de realizare a unei compactități ridicate și uniforme nu sunt foarte ridicate.

engl. *green compact*.

Considerentele expuse în cele de mai sus au făcut ca pentru compactarea probelor de material compozit să se apeleze la presarea la rece în matrită, adoptându-se o variantă cu dublă acțiune. Această schemă de presare asigură o distribuție mai uniformă a tensiunilor, mai ales la piesele având un raport înălțime – lățime cât mai mic. Din acest motiv, în stabilirea raportului dimensional al semifabricatelor s-a urmărit de asemenea ca dimensiunile de pe direcția de presare să fie cât mai mici, iar cele transversale mai mari, astfel încât diferențele de tensiune realizate la compactare să fie cât mai mici.

II-4.2. Influența parametrilor tehnologici și a compoziției asupra compactității semifabricatului

Fenomenele legate de formarea prin compactare a pulberilor metalice sunt în general bine cunoscute. Cu toate acestea, experiența de presare a amestecurilor de pulbere de naturi și proprietăți diferite, cum este cazul sistemului metal – ceramic este mai redusă. Față de această situație s-a procedat la un număr important de experimente preliminare, în decursul cărora s-au conturat câteva probleme ce apar la producerea de semifabricate compactate pentru compozite:

- Introducerea unei fracțiuni din ce în ce mai mari de pulberi ceramice, având o plasticitate scăzută și o rigiditate mult mai mare, modifică distribuția de tensiuni produsă în timpul presării, influențând-o în mod imprevizibil în funcție de distribuția particulelor ceramice; eventualele aglomerări de particule ceramice vor produce zone cu plasticitate mai redusă, și implicit o aderență mai redusă între particule; din aceste motive crește și din acest punct de vedere importanța unei amestecări cât mai bune a pulberilor metalice și ceramice;
- Particulele ceramice vor crește simțitor coeficientul de frecare în interiorul agregatului de pulberi și față de scule, astfel încât este necesară aplicarea unor forțe de presare din ce în ce mai mari;
- În afară de creșterea forțelor aplicate, pentru compensarea frecărilor interne și exterioare, coeficienții de frecare mai mari au creat probleme legate de extragerea din scule a semifabricatelor, știut fiind că doar forțele de adeziune asigură integritatea acestor semifabricate, rezistența mecanică fiind scăzută, iar fragilitatea ridicată; aceasta a reprezentat cea de a doua categorie de motive pentru care s-au căutat găsirea unor soluții de lubrifiere, mai ales la contactul dintre semifabricatele compactate și sculă;
- Plasticitatea mai scăzută și rigiditatea crescută a amestecului, în raport cu cea a pulberii metalice, au impus adoptarea unor durate mai lungi de apăsare, mai ales a unui timp de menținere la presiunea maximă, aceasta ducând la o mai bună curgere a materialului și reducere a deformărilor elastice în favoarea celor plastice;

Cercetările preliminare legate de realizarea un grad de compactitate optim s-au făcut prin tatonare, pornind de la valorile recomandate de producător pentru formarea aliajului metalic nearmat.

Astfel s-a constatat că odată cu creșterea gradului de armare cu particule ceramice din carbură de siliciu la valori de peste 5% s-a redus mult gradul de compactitate, chiar la presiuni de apăsare ridicate. În paralele cu aceasta s-au înregistrat uzuri pronunțate ale părților active de la scule și alte deteriorări, precum și calitatea scăzută a semifabricatelor produse, mai ales suprafețe rugoase, fisuri și chiar ruperi.

Experimentele efectuate au condus la adoptarea următoarelor condiții tehnologice, pentru evitarea neajunsurilor constatate:

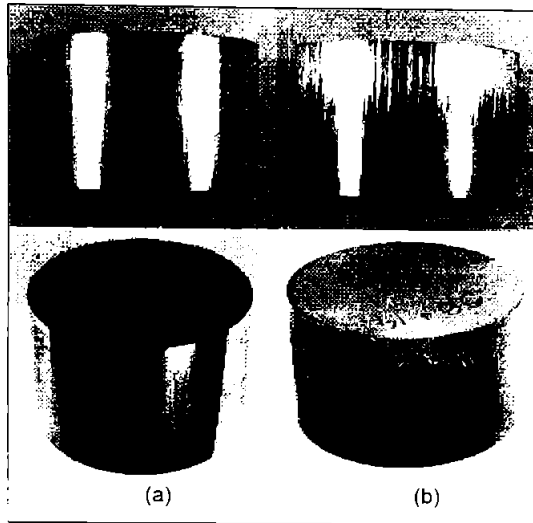


Figura II-7. Aspectul suprafețelor la compactarea (a) cu lubrifiere (b) fără lubrifiere.

Aplicarea unui material tampon între suprafețele de contact dintre sculă și amestecul de pulberi a fost adoptată pentru reducerea coeficienților de frecare; printre variantele încercate s-au numărat interpunerea unor folii subțiri de aluminiu ($g = 0.2 \text{ mm}$), a unor folii de polietilenă sau ungerea cu diverși lubrifianți. Aplicarea diverselor folii prezintă dezavantajul calității scăzute a suprafețelor rezultate, motiv pentru care s-a adoptat varianta folosirii unui lubrifiant. Cele mai bune rezultate s-au obținut folosind un amestec în părți volumice egale de vaselină și grafit. Efectul comparativ al compactării cu și fără lubrifiere, a unor amestecuri cu conținut ridicat în ceramică, poate fi urmărit în figura II-7;

Folosirea lubrifiantului s-a dovedit eficientă atât din punctul de vedere al gradului de compactitate rezultat, cât și în privința forțelor de extragere a semifabricatelor din matrită, dar numai până la procente de armare de 15% vol. SiC. Peste această proporție a particulelor ceramice a fost necesar creșterea conținutului de lubrifiant introdus de producător în amestecul de pulberi metalice. Astfel s-au obținut rezultate satisfăcătoare prin adăugarea a încă 1% greutate de stearină, la amestecarea mecanică în moara cu bile;

Presiunea de compactare s-a aplicat treptat, pe parcursul unei durate de aproximativ 5 minute, după care presiunea s-a menținut constantă timp de 10 minute, iar descărcarea s-a făcut treptat, de asemenea pe parcursul a aproximativ 5 minute;

În privința sculelor folosite la compactare, s-au folosit oțeluri de scule în stare tratată (mai ales 205Cr115), care să asigure o bună rezistență mecanică și o duritate superficială a părților active de valori mari; viteza de uzare constatată pe parcursul producerii semifabricatelor presupune că, pentru o producție de volum mai mare a compozitelor cu particule ceramice, suprafețele active trebuie să fie durificate suplimentar, prin tratamente superficiale, eventual chiar pelicule dure subțiri;

S-a constatat că prezintă o mare importanță monitorizarea uzurii produse la scule ieșirea din câmpul de toleranță a ajustajelor sau degradarea suprafețelor active, resimțindu-se imediat asupra desfășurării compactării și a densităților relative rezultate.

creșterea uzurii produce fenomenul de înțepenire-alunecare¹, avînd ca efect suprafețe degradate, fisuri și chiar ruperi de semifabricate, așa cum se poate vedea în figura II-8:



Figura II- 8. Fisurarea semifabricatelor ca urmare a uzurii ridicate a sculei.

În condițiile reducerii frecărilor exterioare, iar în cazul compozitelor cu grade mari de armare, și a celor interne, există condiții de realizare a unor densități relative ridicate mergînd pînă în jurul a 95% din valoare teoretică, asigurînd o calitate bună a materialului în urma tratamentului termic

II-4.3. Procedura experimentală

II-4.3.1. Determinarea gradului de compactare

Încercările experimentale pentru determinarea parametrilor compactării, în special presiunea de compactare folosesc ca și mărime de răpuns gradul de compactare realizat, sub forma unei densități relative, exprimă procentual față de densitatea teoretică a materialului compozit.

Dintre metodele existente pentru determinarea densității aparente, s-a folosit metoda cîntării prin balanța hidrostatică, descrisă și în STAS 9709/2-74. Metoda constă în cîntărirea semifabricatului mai întii în aer, apoi scufundat complet cu ajutorul unui coș de sîrmă într-un vas cu apă distilată.

Volumul probei cîntărite se determină prin:

$$V = (m_{aer} - m_{ap\grave{a}}) / \rho_{ap\grave{a}} \quad (10)$$

Unde m_{aer} și $m_{ap\grave{a}}$ reprezintă masa probei determinată prin cîntărire în aer, respectiv în apă, iar $\rho_{ap\grave{a}}$ este densitatea apei.

Densitatea aparentă se calculează prin:

$$\rho_{aparent} = m_{aer} \rho_{ap\grave{a}} / V = m_{aer} \rho_{ap\grave{a}} / (m_{aer} - m_{ap\grave{a}}) \quad (11)$$

Gradul de compactitate, reprezentînd o densitate relativă, se calculează prin raportare la densitatea teoretică:

$$G_C = (\rho_{aparent} / \rho_{teoretic}) \cdot 100 [\%] \quad (12)$$

Densitățile teoretice ale compozitelor în funcție de gradul de armare s-a calculat pe baza unei relații de tipul legii amestecului:

¹ engl. *stick-and-slip*.

$$\rho_c = \frac{\rho_p \cdot V_p + \rho_m(100 - V_p)}{100} \quad (13)$$

unde ρ_c , ρ_p și ρ_m reprezintă densitățile compozitului, particulelor ceramice, respectiv aliajului metalic, iar V_p proporția volumică procentuală a particulelor metalice în compozit. Cunoscîndu-se că densitatea aliajului Alumix123 este $\rho_m = 2,60 \text{ g/cm}^3$, iar cea a carburii de siliciu folosite pentru armare este $\rho_p = 3,22 \text{ g/cm}^3$, se pot calcula densitățile teoretice ρ_c ale compozitelor, valorile rezultate fiind prezentate în tabelul II-7.

Tabelul II- 7. Densitățile teoretice ale compozitelor în funcție de proporția de armare.

Grad de armare, %	0	5	10	15	20
Densitate teoretică ρ_c [g/cm ³]	2,600	2,631	2,662	2,693	2,724

II-4.3.2. Alegerea utilajului și construcția sculelor de formare

Utilajul și setul de scule necesar compactării s-a făcut pornind de la mărimea și forma probelor necesare experimentelor și avînd în vedere ordinul de mărime al presiunilor care intervin în procesul compactării.

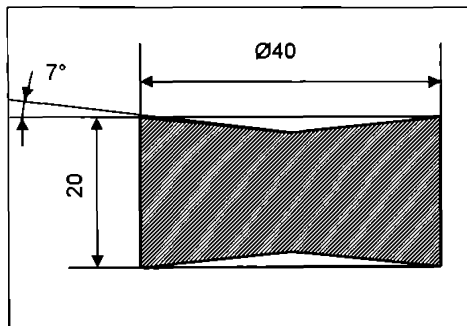


Figura II- 9. Forma și dimensiunile probelor de compozit.

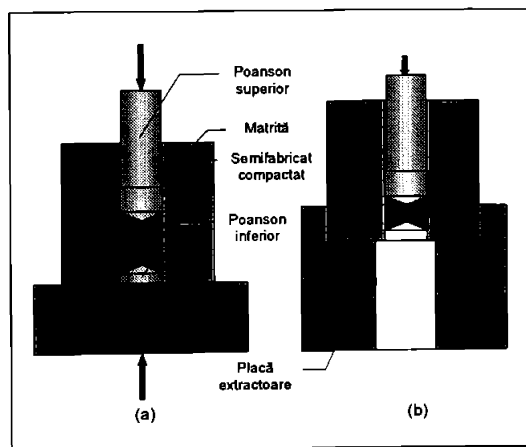


Figura II- 10. Matrită de formare prin compactare: (a) presare; (b) extragere.

Dimensiunile finale ale pieselor de formă cilindrică au fost stabilite la $\text{Ø}40 \times 20$ mm, astfel încât piesele să aibe o un raport diametru – înălțime redus, pentru uniformitatea cât mai bună a câmpului de tensiuni în material. Tot pentru egalizarea tensiunilor atât poansonul superior cât și cel inferior au fost prevăzute cu convexități de 7° , astfel încât piesele vor rezulta concave pe suprafețele frontale, așa cum se vede din figura II-9.

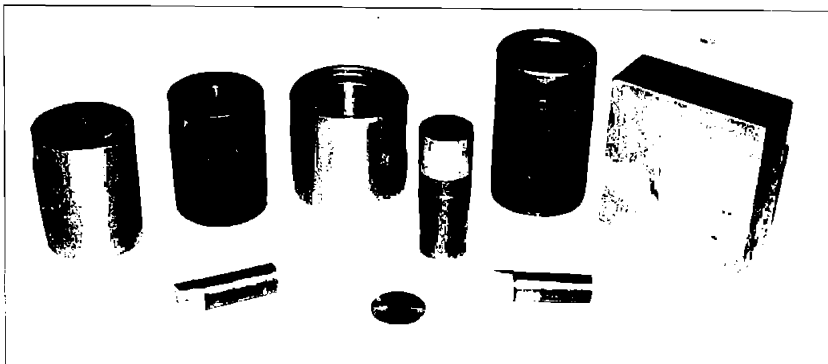


Figura II- 11. Aspectul general al sculelor de compactare.

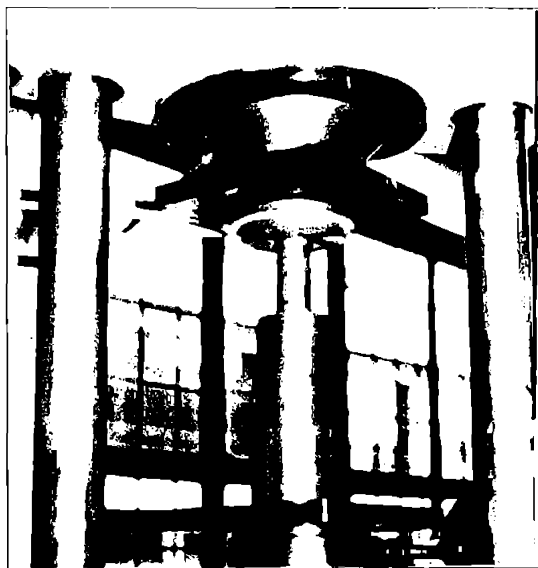


Figura II- 12. Montajul experimental a sculei de compactat pe masa mașinii.

Construcția sculelor, prezentată în figura II-10, asigură acțiunea bilaterală asupra amestecului de pulberi, prin cele două poansoane, unul inferior și altul superior. După încheierea ciclului de compactare probele sunt extrase din sculă cu ajutorul unei plăci extractoare, puțin să fie trecute direct la tratamentul termic. Aspectul general al setului de scule este prezentat în figura II-11.

Studiul parametrilor compactării presupune aplicarea a diverse presiuni. Având în vedere

dimensiunile piesei, care asigură o secțiune transversală de aplicare a forței de 12.6 cm^2 și ordinul de mărime al presiunilor ce trebuiesc asigurate, a fost ales pentru compactare o mașină de încercare la tracțiune – compresiune cu acționare hidraulică și o valoare maximă a forței de apăsare de 100 tf. Mașina permite de asemenea reglarea vitezei de apăsare precum și măsurarea cu precizie a forței aplicate. Montajul experimental compus din mașina de tracțiune și scula de compactat este prezentat în figura II-12.

II-4.4. Rezultate experimentale și concluzii

În scopul determinării forțelor necesare realizării unui grad de compactitate suficient de ridicat, situata conform experimentelor preliminare și datelor din bibliografie în jurul valorii de 95%, s-au aplicat probelor cu conținut în particule de SiC, diverse forțe de compactare. Gradele de compactitate realizate au fost calculate pe baza determinărilor de densitate aparentă, prin cântărire hidrostatică, după procedura prezentată anterior.

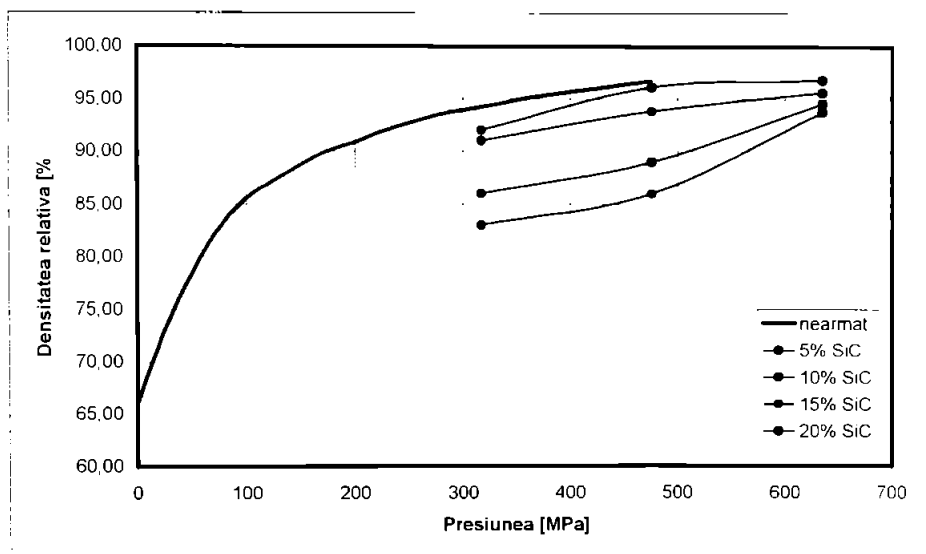


Figura II- 13. Variația gradului de compactitate a compozitului în funcție de presiunea aplicată și gradul de armare.

Valorile rezultate în urma aplicării a 3 trepte de încărcare, corespunzătoare unor forțe de 40, 60 și respectiv 80 tf, sunt reprezentate grafic în figura II-13, pe baza datelor cuprinse în tabelul II-8

După cum se poate observa, aplicarea unor forțe de 40 tf, corespunzătoare unei presiuni de aproximativ 317 MPa asigură o densitate suficientă doar pentru producerea aliajului metalic nearmat. Creșterea presiunii până în jurul a 476 MPa va asigura compactarea compozitelor cu conținut redus în elemente de armare, de 5 și 10 %, în timp ce la conținuturi ridicate de carbură, de 15 – 20% este necesară presarea cu până la 635 MPa.

Tabelul II- 8. Gradele de compactitate realizate la compozite prin aplicarea diverselor presiuni.

Grad de armare (%)	Treapta I F = 40 tf; p = 317 MPa	Treapta a III-a F = 60 tf; p = 476 MPa	Treapta a III-a F = 80 tf; p = 635 MPa
5	92	95	96,8
10	91	95,8	95,6
15	86	93	94,5
20	83	86	93,7

II-5. Tratamentul termic de sinterizare

II-5.1. Transformări structurale și fenomene fizico-chimice fundamentale

II-5.1.1. Generalități

Prin sinterizare se înțelege tratamentul termic prin care, în prezența sau absența unei presiuni aplicate, se realizează densificarea semnificativă a unui semifabricat format dintr-o agregare de pulberi, legate de forțe relativ scăzute. Acest tratament este însoțit de o serie de fenomene fizice, care au ca efect umplerea mai mult sau mai puțin completă cu material a volumului porilor.

În cazul amestecului de pulberi cu compoziții diferite, în timpul sinterizării apar noi faze, ca urmare a faptului că alături de transformările fizice apar și fenomene de natură structurală. Dacă la pulberile monofazice sinterizarea se face obișnuit la 2/3 până la 4/5 din temperatura de topire sau cea *solidus*, pulberile polifazice (amestecurile de pulberi) se încălzesc în apropierea sau deasupra temperaturii de topire sau *solidus* a fazei celei mai ușor fuzibile.

Dispariția porilor ca urmare a sinterizării are ca fenomen însoțitor creșterea grăunților, așa cum se întâmplă în timpul oricărui tratament efectuat la temperaturi ridicate asupra unui material policristalin.

În timpul tratamentului termic are loc și o modificare importantă a energiei libere, de la valori mari, corespunzătoare unui sistem dispers, constând dintr-un agregat de pulberi, la valorile mai scăzute ale unei stări stabile, cea a unui corp cu porozitate mult mai redusă. Diferența dintre nivelele energiei libere ale stării de intrare și a celei de ieșire constituie forța motoare a procesului, care evoluează fără acțiunea unei forțe exterioare.

Modul concret de reducere a energiei libere poate fi explicat în linii mari prin următoarele mecanisme:

- la sistemele monofazice (pulbere omogenă) prin reducerea suprafețelor exterioare și interioare. În prima categorie intră limitele exterioare ale piesei compactate, pereții porilor superficiali, iar în cea de a doua pereții porilor interiori, care au în general o formă neregulată, suprafețele de contact ale particulelor presate, limitele de grăunți. Contribuie de asemenea la scăderea energiei libere și eliminarea unor defecte de structură, ca de exemplu dizlocațiile. Realizarea acestor mecanisme ale sinterizării presupune deplasarea unei proporții importante din volumul materialului, transportul făcându-se în diverse moduri, funcție de tipul și starea sistemului supus tratamentului.
- În sistemele polifazice (pulberi eterogene) cu solubilitatea componentelor peste fenomenele caracteristice pulberilor omogene se suprapune reducerea gradientilor de concentrație existente, prin difuzie eterogenă, aceasta având ca rezultat scăderea potențialului chimic. Dacă se ia în discuție densificarea corpurilor poroase la temperaturi superioare limitei de curgere la cald a materialului cu aplicarea simultană a

unei forțe exterioare de valori mari, aceasta se face preponderent prin deformare plastică și de fluaj.

II-5.1.2. Sinterizarea în fază lichidă

Acest procedeu de sinterizare se aplică în special sistemelor cu mai multe componente, la compoziții care asigură pe intervalul de temperatură situat între liniile *solidus* și *liquidus* prezența a două sau mai multe faze, dintre care cel puțin una este în stare lichidă.

O condiție de cea mai mare importanță a realizării acestui procedeu este stabilirea cu cât mai mare precizie a temperaturii de încălzire, pentru obținerea unei proporții corecte a topiturii, astfel încât ea să se afle în cantități suficiente pentru a înveli complet particulele solide, dar să nu modifice esențial forma și dimensiunile piesei.

Obținerea cantității de fază lichidă necesară este cu atât mai rapidă, iar creșterea de densitate realizabilă este cu atât mai mare, cu cât faza solidă este mai fină și mai dispersă, mai ales ca urmare a folosirii unei pulberi de granulație mai redusă.

Desfășurarea tratamentului de sinterizare în prezența fazei lichide este împărțit, funcție de fenomenele predominante care au loc, în trei faze temporale distincte:

1. Creșterea rapidă a densității ca urmare a unei alunecări relative a particulelor solide din material, pe baza fazei lichide care le înconjoară. Această fază mai poartă numele de fază de ordonare;
2. Continuarea densificării, cu viteze mai mici, ca urmare a unui transport direcționat de fază solidă în topitură, precum și o creștere a granulației. Fenomenele care guvernează această fază sunt pe de o parte dizolvarea și precipitarea, iar pe de altă parte coalescența;
3. O densificare finală, mai lentă, avînd loc în interiorul fazei solide, fără participarea topiturii.

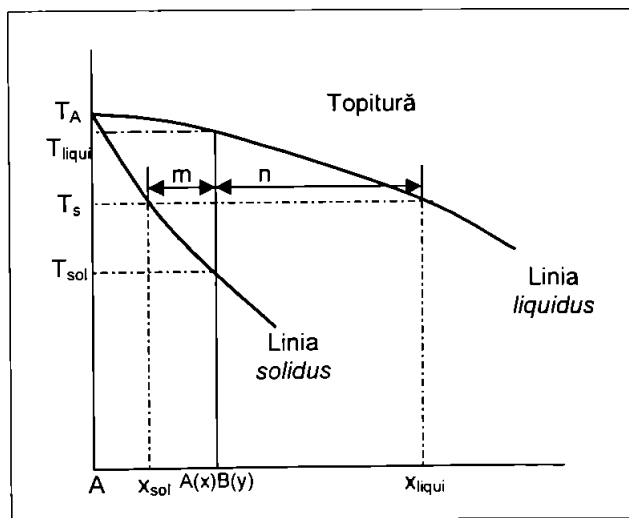


Figura II- 14. Parametri caracteristici ai sinterizării supersolidus.

În cazul sistemului de aliaje considerat, care poate fi redus din motive de simplitate la sistemul Al-Cu, pe tot parcursul tratamentului termic de sinterizare fazele solide și cele lichide se află în echilibru cantitativ, faza lichidă fiind existentă pînă la întreruperea

menținerii izoterme. Din acest motiv varianta de tratament se mai numește "cu prezența permanentă a topiturii".

Pe parcursul sinterizării în prezența fazei lichide există, ca și la alte procedee de sinterizare, tendința de minimizare a energiei superficiale, iar dacă există solubilitate a componentelor, așa cum este cazul aliajului Al – Cu – Si – Mg considerat, va exista și o tendință de reducere a gradientilor de concentrație, pentru atingerea unei stări de energie mai redusă. Forța motrice a transformării, reprezentată de reducerea energiei, este foarte puternică. De exemplu trecerea de la contactul punctiform la materialul monobloc, ca urmare a infiltrării topiturii, produce o scădere de pînă la 4 – 6 ori a energiei, ce ar echivala cu acțiunea mecanică exterioară a unei presiuni hidrostatice de pînă la zeci de MPa.

II-5.1.3. Sinterizarea supersolidus în fază lichidă

Unul dintre cazurile practice ale aplicării sinterizării în prezența topiturii este cel în care este vorba de un sistem eutectic, de forma celui reprezentat de sistemul Al – Cu, concentrațiile elementelor de aliere fiind reduse, fie situația asemănătoare în care componentele sunt solubile în orice proporție. Acest procedeu poartă numele de sinterizare în fază lichidă de tip *supersolidus*, iar raportul între fazele în echilibru este prezentat în figura II-14.

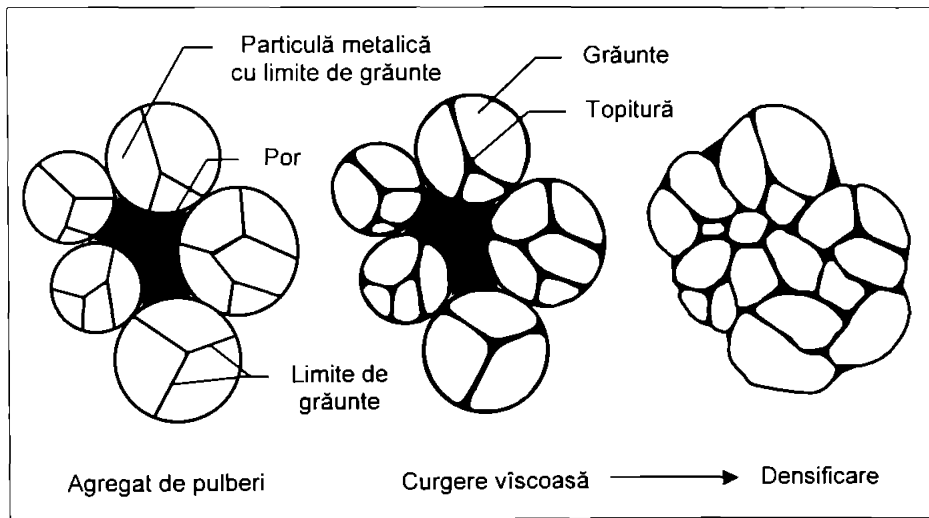


Figura II- 15. Reprezentarea schematică a desfășurării sinterizării supersolidus

După cum se poate observa creșterea temperaturii în intervalul *solidus – lichidus* are ca efect o proporție mai mare de fază lichidă. Realizarea corespunzătoare a procedurii presupune menținerea nivelului de temperatură în limite suficiente de înguste pentru ca raportul dintre faza solidă și cea lichidă să rămână în limite corecte. În general ridicarea temperaturii și sporirea cantității de topitură are ca efect o densitate finală mai mare și o

^{*} engl. *Supersolidus Liquid Phase Sintering – SLPS.*

duritate de asemenea sporită, limitarea încălzirii făcându-se din considerente de stabilitate dimensională.

Fazele sinterizării solidus coincid în cea mai mare parte cu cele enunțate pentru sinterizarea cu fază lichidă în general, această variantă prezentând totuși unele particularități, legate mai ales de raportul care există între solubilitățile principalelor elemente de aliere în metalul de bază. Aceste faze sunt prezentate în figura II-15.

Astfel topirile locale care apar în particula metalică vor fi amorțate de către mici neomogenități de compoziție, mai frecvente la limitele de grăunte cristalin. Pulberea metalică folosită pentru formarea matricei metalice a fost produsă prin pulverizare cu gaz inert a aliajului topit, fapt care are ca efect răcirea rapidă a particulelor. Cu cât viteza de răcire este mai mare, cu atât mai ridicată va fi densitatea neomogenităților și deplasarea valorilor punctelor critice de transformare, motiv pentru care primii germeni de topitură vor apărea imediat după încălzirea peste linia *solidus*. Va depinde de viteza de încălzire până la temperatura de sinterizare izotermă, dacă o parte mai mică sau mai mare dintre neomogenități va fi sau nu eliminată prin difuzie. O viteză mai mare de încălzire limitează omogenizarea prin difuzie și duce la o densificare mai bună. Adăugarea în cantități mici a unor elemente de aliere mai ușor fuzibile, în cazul de față Mg și Si, care produc segregări la limitele de grăunte sau reduc local nivelul temperaturii *solidus*, favorizează topirile locale și îmbunătățesc rezultatul sinterizării cu fază lichidă. Tot în acest scop este de dorit ca granulația cristalină inițială (nu neaparat cea a particulei metalice) să fie cât mai fină.

II-5.1.4. Influența particulelor ceramice

Particulele ceramice folosite pentru armarea compozitelor metalice și caracterizează printr-o temperatură de topire extrem de ridicată, iar în privința carburii de siliciu folosită în cazul de față, se poate afirma că nu prezintă transformări structurale pe întregul interval de topire a aliajului metalic, fiind practic inertă din punct de vedere chimic față de topitura metalică. Din aceste motive nu este de așteptat un efect direct al armării cu particule ceramice asupra tratamentului de sinterizare, prin modificarea energiei libere, ca urmare a unei reacții chimice sau structurale la care să participe granulele de SiC.

Efectele elementelor de aliere se rezumă la influențarea desfășurării fenomenelor ce au loc la sinterizarea *supersolidus*. În urma amestecării mecanice particulele ceramice, de dimensiuni mai mici se poziționează, pe circumferința particulelor metalice, care au dimensiuni mai mari. Ca urmare a apariției fazei metalice lichide, energia liberă produsă la contactul acestora cu faza ceramică, aflată în fază solidă este descrisă de ecuația:

$$A_v = \gamma_S + \gamma_L - \gamma_{SL} \quad (14)$$

în care γ_S , γ_L și γ_{SL} reprezintă respectiv tensiunile superficiale ale fazei solide, lichide și cea de la interfața solid - lichid. Realizarea contactului între cele două faze, se face la îndeplinirea condiției:

$$\gamma_S + \gamma_L > \gamma_{SL} \quad (15)$$

În cazul considerat îndeplinirea condiției (15) echivalează cu umectarea particulelor ceramice de către topitura metalică, favorizând circulația acestei topituri și în globarea în topitura metalică formată a particulelor, atât cele ceramice cât și a celor metalice. În fapt îndeplinirea condiției (15) este legată de unghiul la interfața solid - lichid ω , care trebuie să fie cât mai mic, cunoscându-se că:

$$\cos \omega = (\gamma_S - \gamma_{SL}) / \gamma_L \quad (16)$$

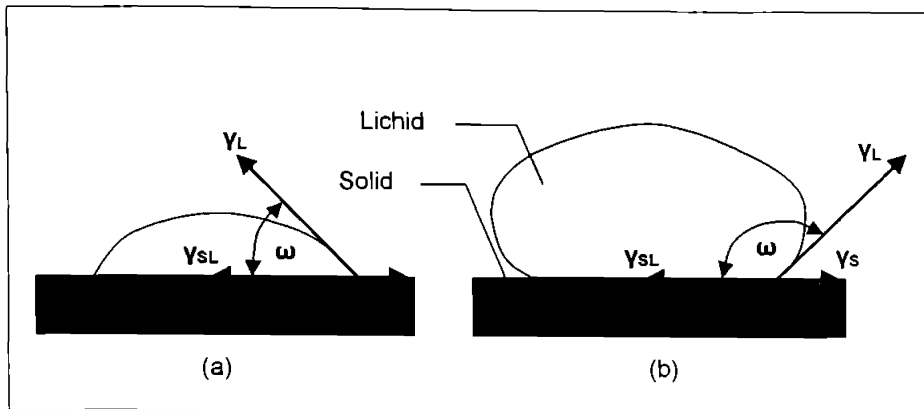


Figura II- 16. Reprezentarea a tensiunilor superficiale la interfața solid – lichid.

Practică, situațiile care se pot întâlni sunt reprezentate schematic în figura II-16: În cazul (a) lichidul *umectează* faza solidă existând condițiile înglobării fazei solide în cea lichidă și a unor eventuale schimburi de substanță. Această situație corespunde contactului între pulberea metalică și topitura de aliaj rezultată ca urmare a încălzirii în zona *supersolidus*.

În cea de a doua situație, reprezentată prin (b), lichidul *nu umectează* solidul și, așa cum se întâmplă la contactul topirii cu particula ceramică, înglobarea solidului în lichid este foarte dificilă. Practic lichidul nu poate pătrunde prin eventualele aglomerări de particule ceramice, producându-se pori. Particulele ceramice situate pe circumferința unei particule metalice va îngreuna accesul topirii metalice la solidul metalic, reducând mărimea interfețelor pe care se realizează contactul, fiind de așteptat o sinterizare mai anevoioasă pe măsura creșterii proporției de armare. Elucidarea acestui aspect constituie unul dintre obiectivele cele mai importante ale acestui studiu

În baza considerațiilor făcute la subcapitolul 3, privitoare la relațiile geometrice între particulele ceramice și cele metalice, diferențele dimensionale mai reduse între cele două categorii de pulberi va produce un efect favorabil prin reducerea riscului unor aglomerări de particule ceramice și implicit a zonelor unde topitura metalică pătrunde mai greu. Acest considerent stă la baza cerințelor de distribuire cât mai uniformă a elementelor de armare în masa metalică a compozitului.

II-5.2. Fazele tehnologice ale sinterizării

Fazele tehnologice ale tratamentului termic de sinterizare vor coincide cu cele adoptate pentru tratamentul aliajului nearmat, acesta constând într-o fază de ardere a lubrifiantului folosit pentru îmbunătățirea compactării, urmat de sinterizarea propriu-zisă, care poate fi aplicată în continuarea arderii sau după ce piesele au fost în prealabil răcite la temperatura ambiantă.

Această din urmă variantă are avantajul arderii complete a urmelor de lubrifiant în timpul celei de a doua încălziri, motiv pentru care a fost adoptată pe parcursul experimentărilor.

II-5.3. Arderea lubrifiantului

Natura organică a lubrifiantului folosit, aflat în proporție volumică de aproximativ 1%, face ca acesta să se descompună la încălzire, produșii de reacție fiind eliminați în atmosfera înconjurătoare. Condiția ca arderea să se facă în măsură cât mai mare, iar resturile de

lubrifiant să fie cât mai puține este ca produșii de ardere rezultați să fie îndepărtați din spațiul de lucru. Experimentele preliminare au arătat că o "spălare" insuficientă cu gaz favorizează depunerile pe suprafața pieselor înrăutățind eliminarea produșilor de ardere. În condițiile experimentului, pentru o cantitate de aproximativ 500 g de material compozit, parametri tratametului de ardere a lubrifiantului, respectiv, temperatura incintei, presiunea și debitul gazului de protecție, sunt prezentați în figura II-17.

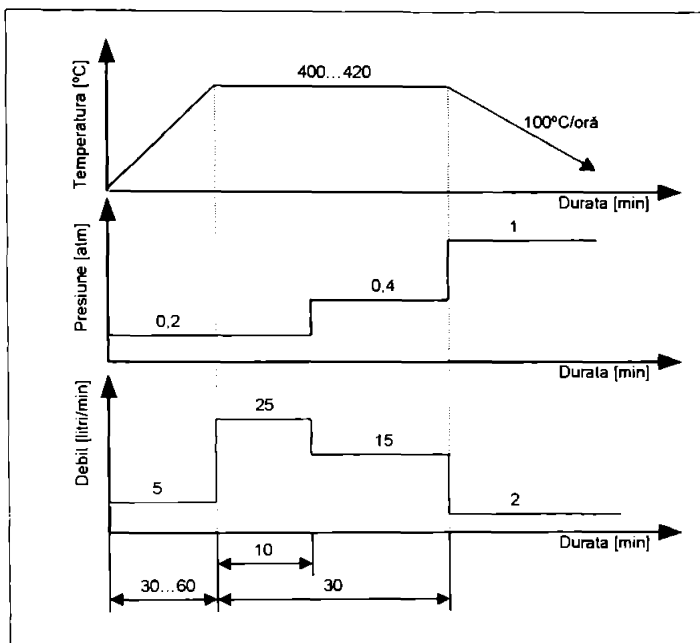


Figura II- 17. Parametri fazei de ardere a lubrifiantului.

II-5.4. Sinterizarea

Faza de tratament termic destinată consolidării materialului, avînd ca scop realizarea de legături între particule și umplerea golurilor existente în semifabricatul compactat, reprezintă elementul hotărîtor care va decide asupra calității. Sinterizarea este pasul cel mai important și critic al producerii materialelor.

Fenomenele fizico-chimice și structurale care au loc în cadrul acestui tratament și au fost descrise anterior impun menținerea la o temperatură corespunzătoare, în cazul aliajului considerat, la un nivel intermediar între punctele *solidus* și *liquidus*. Faptul că procedeul de sinterizare aplicat este cel în fază mixtă, solidă și lichidă, se impune reglarea obligatorie a nivelului de încălzire între punctele critice, a căror valoare este cunoscută doar pentru aliajul nearmat. Din acest motiv pentru stabilirea acestui parametru este necesară elucidarea eventualelor influențe pe care elementele ceramice de armare le-ar putea avea asupra nivelului punctelor critice de transformare.

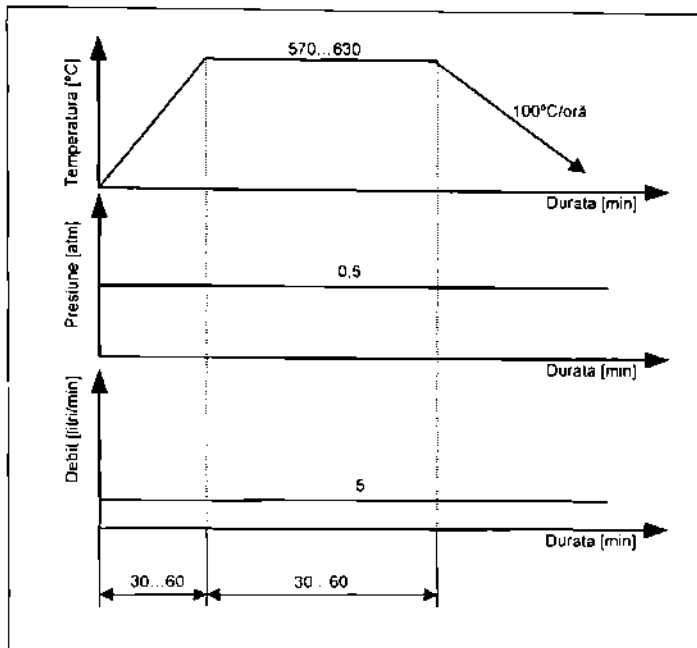


Figura 11- 18. Parametri tehnologici ai fazei de sinterizare propriu-zise.

Avînd în vedere că elementul conducător pentru realizarea consolidării materialului este difuzia, fenomen cu caracter aditiv, un parametru de mare importanță este durata de menținere la temperatura de sinterizare ($T_{sinterizare}$). Cercetările preliminare și studiul bibliografic au indicat că duratele de sinterizare recomandate pentru realizarea pieselor din material compozit, la care difuzia pare a fi parțial îngreunată, trebuie să fie mai lungi cu 20 – 50% decît valorile de 20-40 de minute recomandate pentru aliajul nearmat. În scopul determinării mai precise a duratei necesare, se va aplica ulterior o procedură de optimizare a acestor valori în funcție de o mărime de răspuns, respectiv o proprietate mecanică importantă.

Ciclograma tipică a fazei de sinterizare propriu-zisă, ce urmează arderii lubrifianului are alura prezentată în figura 11-18.

11-5.4.1. Alegerea temperaturii de sinterizare

Valoarea temperaturii de tratament este legată de în mod direct de raportul volumic dintre faza solidă și cea lichidă, cu influențe directe asupra mecanismului de consolidare a materialului. Realizarea unui asemenea raport corect presupune cunoașterea cu precizie a poziției punctelor critice de transformare din fază solidă în fază mixtă și din fază mixtă în fază lichidă. Valorile corespunzătoare aliajului metalic nearmat sunt cunoscute din diagrama de echilibru a sistemului respectiv, se pune însă problema modificărilor pe care le introduce armarea cu particule ceramice, în diverse proporții volumice de la 5 la 20%.

Poziția punctelor critice de transformare ale aliajului considerat pentru matrice poate fi analizată cu aproximație pe diagrama de echilibru Al – Cu, cuprul fiind principalul element de aliere. Deplasările punctelor critice de transformare ca urmare a prezenței adaosurilor de Si și Mg sunt destul de reduse, motiv pentru care diagrama binară Al – Cu poate fi folosită ca bază de calcul în determinarea temperaturilor de încălzire pentru realizarea

tratamentului termic de sinterizare. În figura II-19, este prezentată zona bogată în aluminiu a diagramei de echilibru, aliajul matricei fiind reprezentat de verticala corespunzătoare concentrației în cupru de 4,5 %. Așa cum se poate observa, pe parcursul încălzirii sau a răcirii, intervin 3 puncte critice de tranformare:

- un prim punct critic corespunde dizolvării complete a fazei intermetalice $\theta = Al_2Cu$ și intrării în domeniul monofazic al soluției solide Al(Cu), el fiind notat prin T_{solvus} . Studiul posibilităților deplasări a acestui punct urmează a fi prezentat în capitolul III.
- limita inferioară a intervalului de temperatură corespunzător prezenței a două faze, soluția solidă și topitura, a fost notat prin $T_{solidus}$.
- limita dintre zona mixtă solid – lichid și cea în care materialul este complet topit s-a notat cu $T_{lichidus}$.

Punctele $T_{solidus}$ și $T_{lichidus}$ limitează intervalul de temperatură necesar realizării stării mixte solid – lichid pentru tratamentul de sinterizare.

Considerațiile teoretice rezultate din studiul diagramelor de echilibru au fost completate prin analiză termică diferențială (DTA).

Un prim studiu s-a făcut asupra pulberii metalice folosite ca materie primă pentru sinterizare, cercetările fiind apoi extinse pentru întreaga gamă de materiale produse.

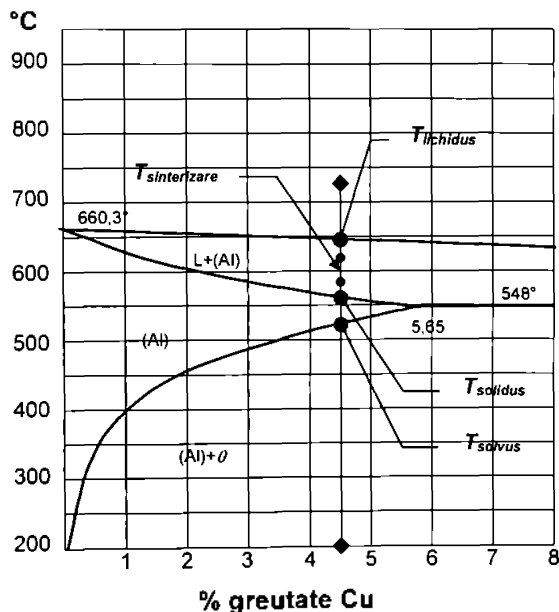


Figura II- 19. Diagrama de echilibru Al – Cu , zona bogată în aluminiu.

*Analizele termice diferențiale au fost executate pe o instalație tip Derivatograph C, după Paulik&Erdey.

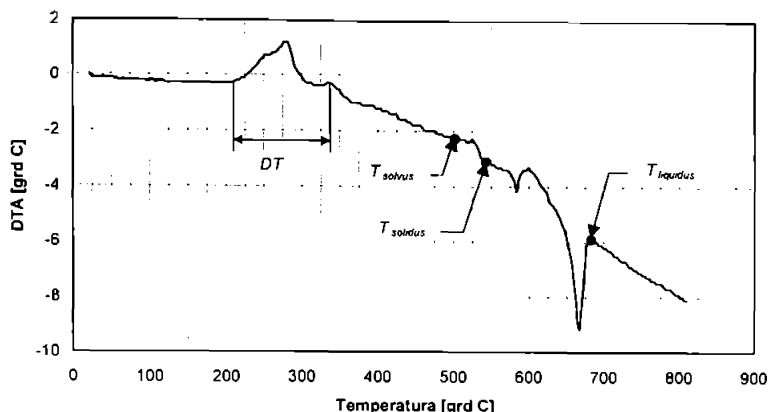


Figura II- 20. Analiza termică diferențială a aliajului metalic sub formă de pulbere

II-5.4.1.1. Condiții experimentale

Investigațiile legate de posibilele influențe produse asupra poziției punctelor critice au fost efectuate în aceleași condiții experimentale:

- instalația computerizată pentru analiză termică măsoară cu precizie de $0,1^{\circ}\text{C}$ temperaturile în trei puncte: creuzetul cu proba de analizat, cel cu etalonul și incinta cuptorului, fiind luată în analiză diferența de temperatură dintre probă și creuzet, produsă ca urmare a unei încălziri sau răcirii cu viteză riguros constantă și determinată;
- viteza de încălzire sau răcire, care a rezultat a fi optimă din punctul de vedere a histeresisului de transformare și a duratei experimentului a fost de $5^{\circ}\text{C}/\text{minut}$, în afara de cazurile când este specificată în mod expres altă valoare;
- s-au folosit ca etaloane diverse cantități de alumină de înaltă puritate, sub formă de pulbere fină, masa etalonului fiind riguros egală cu cea a probei de material investigat;
- creuzetele pentru probe și etaloane au fost de asemenea din alumină pură, această substanță fiind foarte stabilă și neavând tranformări chimice sau structurale în intervalele de temperatură pe care s-au făcut investigațiile.

II-5.4.1.2. Deplasarea punctelor critice de transformare

După cum rezultă din analiza rezultatelor experimentale, valorile punctelor critice, obținute pentru o viteză de încălzire de $5^{\circ}\text{C}/\text{minut}$, sunt apropiate de valorile teoretice, constatate din studiul diagramei binare de echilibru Al-Cu, confirmând presupunerile legate de transformările care se produc în aliajul metalic.

În cazul probei metalice, a cărei buletin de analiză termică diferențială este prezentat în figura II-20, nivelul temperaturilor critice au fost determinate după cum urmează:

- punctul *solvus* se situează la aproximativ 502°C , avînd o coincidență remarcabilă față de o valoarea teoretică de precizie de diagrama binară Al-Cu;
- nivelul de temperatură corespunzător începutului de reacție endotermă de topire, notat T_{solidus} , este pus în evidență de inflexiunea depistată la aproximativ 543°C , valoarea găsită fiind de asemenea apropiată de cea teoretică prezisă de diagrama de echilibru Al – Cu;
- punctul *lichidus* de încheiere a topirii a fost apreciat la aproximativ 682°C față de valoarea teoretică aflată în jurul temperaturii de 660°C . După cum se poate observa

din mărimea *peak*-ului de topire rezultat, reacția endotermă de transformare este foarte energetică, fapt care explică histerezisul de transformare constat, producând o abatere semnificativă a temperaturii sfârșitului de transformare față de valoarea teoretică.

De remarcat existența unei reacții structurale exoterme, pe intervalul de temperatură notat în figură prin *DT*, reprezentând separările de faze intermetalice, în special θ din soluția solidă suprasaturată. Această stare afară de echilibru se datorează metodei de obținere a pulberii, care se bazează prin răcirea rapidă la pulverizare a topiturii metalice, vitezele ridicate de răcire împiedicând separarea de faze secundare și creînd starea de suprasaturare a soluției solide.

Pentru determinarea influenței pe care o exercită introducerea elementelor ceramice de armare asupra punctelor critice de transformare, au fost supuse investigației probe din material compozit în stare sinterizată sau sinterizată și deformată plastic la cald prin extrudare, cu un conținut în elemente de armare de 0, 5, 10, 15 și 20 % vol.

Investigațiile s-au făcut atât pentru încălzire cât și pentru răcire, între cele două faze aplicându-se o menținere izotermă de 30 de minute pentru stabilizarea fenomenelor termice din spațiul de lucru. Atît încălzirile cât și răcirile s-au făcut în atmosfera ambientă.

Alura curbelor de analiză termică diferențială suferă ușoare modificări în cazul materialelor sinterizate față de cel al amestecului de pulberi metalice. Acest fapt poate fi pus pe seama dizolvării complete și omogenizării concentrației unor elemente de aliere, mai ales a magneziul, cu efect de coborîre a poziției punctelor critice de transformare. După consolidarea materialului difuzia este mult ușurată, mai ales prin îndepărtarea barierei pe care o reprezintă pelicula de oxizi de la suprafața particulelor metalice.

Așa cum rezultă din anexa II.2a și II.3a, care prezintă curbele de analiză termică diferențială la încălzirea și răcirea matricei metalice nearmate, aflate în starea structurală T1, imediat după răcirea care urmează tratamentului termic de sinterizare, pot fi evidențiate următoarele puncte critice de transformare, în ordinea crescătoare a temperaturii:

- un prim punct critic de transformare care delimitează la încălzire începutul unei reacții endoterme, iar la răcire sfârșitul uneia endoterme, notate $T_{sv,i}$ (*solvus-încălzire*), respectiv $T_{r,sv}$ (*solvus - răcire*); valorile puse în evidență corespunzînd unei dizolvări complete, la încălzire, respectiv germinării, la răcire, a precipitațiilor de fază secundară, reprezentate de diverși compuși intermetalici, în special faza θ . Față de cazul amestecului de pulberi metalice, fenomenul este foarte bine evidențiat prin *peak* – uri destul de pronunțate, corepunzător încălzirii în zona monofazică, reprezentată exclusiv de soluția solidă Al(Cu);

în cazul încălzirii, la ieșirea din zona *peak* – ului de reacție endotermă, alura curbei se modifică, prin inițierea unei reacții foarte energice, de asemenea endotermă, cea de topire progresivă a materialului; rezultă un *peak* de dimensiuni mari, ca urmare a faptului că proba de material se încălzește mult mai lent decît etalonul, prin absorbția de energie ce însoțește topirea. Punctul critic pus în evidență va fi numit *solidus - încălzire*, fiind notat $T_{st,i}$. Similar la răcire punctul critic corespunzător solidificării complete va fi numit *solidus - răcire*, notat $T_{st,r}$;

- sfârșitul topirii, respectiv începutul solidificării, avînd ca și corespondent grafic limita mai abruptă a *peak* – ului, de reacție endotermă la încălzire și exotermă la răcire, vor fi numite *lichidus-încălzire*, ($T_{li,i}$) respectiv *lichidus-răcire* ($T_{li,r}$);

Pe baza curbelor de analiză termică diferențială, prezentate în anexa II.2, atît pentru încălzire cât și pentru răcire, au fost determinate valorile experimentale ale punctelor critice de transformare ale compozitului, cu diverse grade de armare cuprinse între 5 și 20% SiC. Temperaturile critice rezultate, în funcție de gradul armării, sunt cele din tabelul II-9.

Tabelul II- 9. Valorile punctelor critice de transformare ale compozitelor sinterizate.

Grad de armare [%SiC]	T _{solvus} [°C]			T _{solidus} [°C]			T _{lichidus} [°C]		
	încălzire	răcire	ΔT	încălzire	răcire	ΔT	încălzire	răcire	ΔT
0	507	495	9	519	521	13	677	653	24
5	511	505	5	536	524	12	676	652	24
10	513	502	11	537	523	14	677	651	26
15	517	506	11	542	523	19	678	655	23
20	510	501	9	540	526	14	675	651	24
σ	3,7	3,4	2,4	2,5	1,8	2,6	1,1	1,7	1,1
Media	511,6	502,6	9	538,4	523,4	15	676,6	652,4	24,2

De asemenea au fost investigate pozițiile punctelor critice de transformare ale materialului compozit, supus deformării prin extrudare la 500°C și un grad de deformare de 1:11, după tratamentul termic de sinterizare. Alura curbele de analiză termică sunt evidențiate în anexa II.3, iar valorile punctelor critice sunt prezentate în tabelul II-10.

Tabelul II- 10. Valorile punctelor critice la compozitelor sinterizate și extrudate.

Grad de armare [%SiC]	T _{solvus} [°C]			T _{solidus} [°C]			T _{lichidus} [°C]		
	încălzire	răcire	ΔT	încălzire	răcire	ΔT	încălzire	răcire	ΔT
0	507	495	12	507	521	13	674	649	25
5	511	502	9	535	524	11	677	655	22
10	506	503	3	540	523	17	672	654	18
15	509	504	5	536	521	15	671	653	18
20	507	498	9	535	519	14	672	653	19
σ	2,0	3,8	3,6	2,7	1,9	2,2	2,4	2,3	3,0
Media	508	500,4	7,6	535,6	521,6	14	673,2	652,8	20,4

Pentru studiul eventualelor influențe ale armării s-au trasat dependențele temperaturilor critice în funcție de proporția armării, atât pentru încălzire cât și pentru răcire (Anexa II.4). Din studiul acestor reprezentări se pot face următoarele considerații referitor la armarea cu particule ceramice din carbură de siliciu:

- armarea nu pare să influențeze fundamental temperaturile de transformare din compozite, indiferent de proporția armării. Valorile găsite pentru diferitele proporții de particule sunt apropiate; eventualele creșteri ale temperaturilor pe măsura armării cu proporții mai mari de particule, sunt mici și ele se manifestă mai ales la temperaturile solvus; acolo unde gradul de încredere al determinărilor este mai redus, datorită cantităților mai mici de energie schimbate cu mediul;
- histerезisul de transformare constatat între încălzire și răcire, nu suferă modificări în funcție de procentul particulelor ceramice, ci doar între diferitele puncte de transformare; diferențele sunt mai mari în zonele unde reacțiile sunt mai puternice, de exemplu pe latura mai abruptă a *peak*-ului de topire, în apropierea liniei *lichidus*;
- starea structurală a materialului, sinterizată sau extrudată după sinterizare, nu influențează semnificativ poziția punctelor critice de transformare, valorile medii rezultate fiind practic aceleași; de asemenea principalele constatări rezultate din examinarea poziției punctelor critice se verifică în ambele situații, fapt care semnifică influența redusă a stării structurale asupra transformărilor care au loc în aliajul

matricei;

- Aria suprafeței *peak*-urilor are tendință de scădere pe măsura creșterii procentului de armare, fapt care se poate pune pe seama unor modificări *cantitative*. Având în vedere că pentru toate determinările s-au folosit probe de mase riguros constante, scăderea ariei semnifică o modificare a cantității de energie schimbate cu mediu. Aceasta poate fi pusă pe seama faptului că masa efectivă care participă la transformare, cea a aliajului, scade pe seama masei particulelor ceramice care sunt inerte din acest punct de vedere;
- sunt de remarcat valorile scăzute ale abaterii standard, semnificând consistența metodei experimentale, mai ales în zonele în care reacțiile sunt mai energice, de exemplu în zonele apropiate de *lichidus*.

Ca o consecință directă a celor de mai sus temperatura de sinterizare se va alege într-o primă instanță conform prescripțiilor valabile pentru aliajul metalic nearmat, în intervalul 570 - 630°C, corespunzător unei încălziri în zona bifazică solid - lichid.

Așa cum s-a arătat însă în subcapitolul II-5.1 temperatura de sinterizare se alege și din considerente de stabilitate a formei și dimensiunilor piesei, motiv pentru care și acest aspect va fi studiat înaintea formulării unei concluzii finale.

De asemenea având în vedere influența temperaturii asupra difuziei, fenomenul conducător al tratamentului, determinarea unor valori optime ale temperaturii se va face printr-un studiu statistic care să includă atât durata, cât și o caracteristică mecanică importantă rezultată din sinterizare.

II-5.4.2. Alegerea vitezei de încălzire

Viteza de încălzire nu prezintă limitări din punctul de vedere al tensiunilor interne, conductivitatea termică a compozitului, deși în scădere pe măsura armării cu particule ceramice, se păstrează la valori ridicate, motiv pentru care încălzirea poate fi rapidă, chiar la dimensiuni mari și forme complicate ale pieselor, fără pericolul apariției unor deformații prea mari sau a unor fisuri.

Având în vedere particularitățile tratamentului de sinterizare *supersolidus*, evidențiate în subcapitolul II-5.1, care se bazează pe germinarea heterogenă a fazei lichide, vitezele de încălzire mari au efect favorabil, prin realizarea topirilor locale la temperaturi ceva mai scăzute și a unei densificări mai bune.

Din acest motiv se poate afirma că vitezele de încălzire se aleg cât mai mari posibil.

II-5.4.3. Alegerea duratei de sinterizare

În ceea ce privește durata propriu-zisă a sinterizării, fază în care se urmărește activarea fenomenului de difuzie în prezența fazei lichide, sursele bibliografice indică în mod generic, durate de tratament necesare mai ridicate, având în vedere că prezența particulelor ceramice reduce mărimilor interfețelor pe care are loc schimbul de substanță. Așa cum s-a arătat, prezența particulelor ceramice, care **nu** sunt umețate de către topitură, constituie o barieră la înglobarea fazelor metalice solide de către topitura metalică, fiind de presupus că va fi de asemenea mult mai dificilă umplerea porilor cu aglomerări de particule ceramice.

Complexitatea deosebită a fenomenelor implicate au împiedicat realizarea până în prezent a unor modele de calcul a caracteristicilor fizico-chimice rezultate, în funcție de proporția armării și parametri de tratament, inclusiv durata, care să se bazeze pe fenomenele termodinamice ce au loc. De aceea, în cele ce urmează, se va încerca elaborarea unui model de calcul bazat pe proceduri statistice, care să cuantifice importanța acestui parametru, atât în desfășurarea difuziei, pentru consolidarea materialului, cât și din punct de vedere economic. De asemenea luând în considerare caracteristicile transformărilor

bazate pe difuzie, durata de sinterizare va fi supusă optimizării prin modelare experimentală, în corelație cu temperatura.

II-5.5. Concepția utilajului pentru tratamentul de sinterizare

Pentru experimentele legate producerea și tratamentul termic de sinterizare a fost folosită o instalație de construcție proprie, pentru a cărei proiectare și construcție sau avut în vedere următoarele date inițiale:

- cantitatea de material tratabilă într-o sarjă: max. 1 kg;
- temperatura maximă de funcționare: 800°C;
- precizia de reglare a temperaturii: $\pm 5^\circ\text{C}$;
- atmosfera de protecție: argon;
- presiunea maximă a gazului de protecție: 2,5 atm;
- debitul maxim de gaz protector: 20 litri/minut;
- puterea instalată: 8 kW

La proiectarea utilajului s-au avut în vedere următoarele aspecte:

- instalația să poată încălzi rapid și în condiții de maximă securitate șarje de dimensiuni mici, destinate încercărilor experimentale; din acest motiv s-a adoptat o putere relativ ridicată a elementelor de încălzire;
- inerție termică mică, pentru a asigura flexibilitatea ciclogramelor de tratament termic, motiv pentru care s-au folosit grosimi moderate ale izolatoarelor termici; o problemă importantă este cea a gradientului de temperatură cât mai redus, în zona utilă a cuptorului; această problemă s-a rezolvat printr-o proiectare adecvată a capacului de închidere, acesta fiind prevăzut de asemenea cu izolație termică, într-o zonă inferioară celei de etanșare; care este abundent răcită;
- controlul precis al temperaturii, cu posibilități adecvate de supraveghere a procesului s-a asigurat prin sistemul electronic de control și reglare a temperaturii;
- materialele folosite să prezinte stabilitate și să nu reacționeze cu compozitul sau componente ale acestuia; din acest motiv s-a adoptat și soluția încălzirii indirecte, piesele de tratat introducându-se într-un creuzet din oțel refractar austenitic; de asemenea majoritatea componentelor metalice supuse temperaturii ridicate și/sau contactului cu temperatura ridicată sau gazele de evacuare au fost executate din oțeluri inoxidabile sau refractare;
- posibilitatea unei încărcări sau descărcări rapide și implicit durate mici de presurizare – depresurizare;
- asigurarea controlului presiunii și debitului de gaz în incintă s-a realizat prin echipare corespunzătoare (reductor de presiune, debitmetru, robinete de închidere și trecere pentru gaze, manometre etc.), precum și printr-o bună etanșare cu elemente răcite; elementele de conducere și evacuare a gazului inert s-au poziționat pentru crearea unui curent de gaz inert de jos în sus, în scopul unei "spălări" adecvate a pieselor, mai ales în fazele inițiale ale tratamentului.

Schema constructivă a cuptorului de tratament termic, precum și aspectul general al utilajului sunt prezentate în anexa II.5.

II-5.6. Optimizarea parametrilor de tratament termic

II-5.6.1. Considerații generale

Modelele analitice bazate pe dizlocații sunt cele utilizate în determinarea rezistenței mecanice a unui compozit armat cu particule. Aceste modele au fost inițial dezvoltate pentru analiza mecanismului de durificare prin dispersie la aliajele bifazice. Aplicarea

acestor modele în cazul compozitelor metalice este anevoioasă pentru utilizare în scopuri practice și de regulă nu permit calcularea valorilor de duritate rezultate în urma unei anumite tehnici de producere.

Duritatea unui compozit metalic este importantă din punctul de vedere a utilizării acestor materiale, ea fiind în directă legătură cu rezistența mecanică, rigiditatea sau rezistența la uzare abrazivă, reprezentând unul dintre criteriile de selecție a materialului în numeroase aplicații ingineresti. Din acest motiv elaborarea unui model practic care să descrie dependența ei de diverși factori structurali și tehnologici, este de mare importanță practică. Măsurarea rapidă și precisă a face de asemenea atractivă din punctul de vedere a evaluării răspunsului dat de material, în funcție de diferitele valori ale variabilelor independente.

Aceste considerente practice stau la baza alegerii durității după sinterizare, ca mărime de răspuns (variabilă dependentă) pentru un studiu experimental de optimizare, care își propune să evalueze influența diverșilor parametri tehnologici.

Valorile de duritate ale unui compozit cu matrice metalică sunt dependente de mai mulți parametri dintre care se pot aminti:

- densitatea semifabricatului compactat ("verde"),
- proporția volumică a elementelor de armare,
- dimensiunea particulelor,
- temperatura și durata sinterizării etc.

În ciuda numărului mare a factorilor de influență, un experiment bine proiectat, poate reduce în mod substanțial numărul încercărilor cerute, prin utilizarea metodei suprafeței de răspuns (RSM – *response surface methodology*).

Metoda suprafeței de răspuns este o combinație de tehnici matematice și statistice, folosită pentru studiul empiric al dependențelor și pentru optimizare, acolo unde mai multe variabile independente influențează o variabilă dependentă sau un anumit rezultat. Se presupune în aceste cazuri că variabilele independente sunt continue și controlabile, cu o eroare neglijabilă. Răspunsul se presupune că este o variabilă întâmplătoare.

Reprezentarea grafică a dependenței dintre variabila independentă și doi dintre factorii care îi influențează variația se poate face în mod sugestiv sub forma unei suprafețe tridimensionale, care este foarte sugestivă pentru analiza de optimizare a mărimii de răspuns.

Proiectarea experimentului prin metoda suprafeței de răspuns a fost folosită cu succes la optimizarea proceselor din chimia industrială, la testarea duratelor de utilizare ale sculelor, la analiza rugozității suprafețelor, precum și în caracterizarea unor proprietăți ale materialelor avansate.

În prezenta lucrare s-a dezvoltat un model matematic utilizând metoda suprafeței de răspuns, pentru a prevedea duritatea compozitelor produse prin sinterizare, folosind un experiment factorial.

Analiza fenomenelor care au loc în timpul tratamentului termic, bazate în special pe difuzie, au dus la formularea următoarelor concluzii legate de alegerea factorilor de influență ce sunt supuși studiului de optimizare:

- transformările structurale conduse de difuzie indică introducerea în model ca variabile dependente temperatura și durata de sinterizare;
se cunoaște că proporția de armare are un efect important asupra creșterii durității, fiind de asemenea necesar a se cunoaște ce pondere are armarea la creșterea proprietăților mecanice, față de efectul de consolidare pe care îl are difuzia, acest fapt impunând introducerea ca variabilă independentă a procentului volumic de pulbere ceramică;
- este de așteptat ca prezența particulelor ceramice, în principiu inerte chimic față de

matricea metalică, să influențeze desfășurarea difuziei, motiv pentru care este necesară studierea simultană a parametrilor de tratament termic și a proporției de armare și adoptarea unui model statistic de ordinul doi care să ia în calcul influențele reciproce ale factorilor;

II-5.6.2. Modelul statistico-matematic

Problema este descrisă de o dependență de forma:

$$H = \beta_0 + \beta_1 \cdot T + \beta_2 \cdot t + \beta_3 \cdot \%SiC + \varepsilon \quad (17)$$

În care s-a notat prin H duritatea rezultată, prin T și t temperatura și durata tratamentului termic de sinterizare, iar prin $\%SiC$ gradul de armare cu particule ceramice din carbură de siliciu, iar ε este eroarea observată în răspunsul mărimii H . Dacă se alege un model de ordinul doi, care să ia în calcul nu numai efectul factorilor independenți asupra durității finale, ci și efectul armării asupra desfășurării difuziei, precum și alte eventuale dependențe reciproce, atunci modelul se va baza pe următoarea relație:

$$H = \beta_0 + \beta_1 \cdot T + \beta_2 \cdot t + \beta_3 \cdot \%SiC + \beta_{11} \cdot T^2 + \beta_{22} \cdot t^2 + \beta_{33} \cdot \%SiC^2 + \beta_{12} \cdot T \cdot t + \beta_{13} \cdot T \cdot \%SiC + \beta_{23} \cdot t \cdot \%SiC + \varepsilon \quad (18)$$

Estimarea parametrilor din expresiile de tip polinomial se face prin metoda celor mai mici pătrate, curba de răspuns rezultată fiind una ajustată, având forma:

$$\hat{H} = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 \cdot T + \hat{\beta}_2 \cdot t + \hat{\beta}_3 \cdot \%SiC + \hat{\beta}_{11} \cdot T^2 + \hat{\beta}_{22} \cdot t^2 + \hat{\beta}_{33} \cdot \%SiC^2 + \hat{\beta}_{12} \cdot T \cdot t + \hat{\beta}_{13} \cdot T \cdot \%SiC + \hat{\beta}_{23} \cdot t \cdot \%SiC \quad (19)$$

Determinarea modelului de variație a durității se rezumă în principal la calcularea coeficienților de tip $\hat{\beta}_i$ și $\hat{\beta}_{ij}$ din ecuația (3) și construirea reprezentărilor corespunzătoare pentru ecuația rezultată.

II-5.6.3. Proiectarea experimentului și condițiile experimentale

Având în vedere că analiza prin suprafața de răspuns este una ajustată care trebuie să aproximeze cât mai bine răspunsul "adevărat", pornind de la câteva măsurători, prezintă o mare importanță elaborarea unei scheme experimentale de citire a datelor, cât mai eficientă.

Așa cum s-a arătat anterior o asemenea schemă va conține 3 factori, temperatura și durata sinterizării, precum și gradul de armare. Pentru fiecare dintre acești factori s-au considerat trei nivele, unul minim, unul mediu, și o valoare maximă, notate cu -1, 0 și respectiv 1, după cum urmează:

- în cazul temperaturii valorile de 570, 600 și 630°C, situate în zona mixtă solid-lichid, unde sinterizarea în fază lichidă este posibilă;
- duratele de tratament de 30, 60 și 90 de minute, rezultate din extrapolarea, conform datelor din bibliografie, a duratelor de 20...40 de minute recomandate în specificațiile producătorului aliajului din care s-a realizat matricea;
- proporțiile de armare ale probelor de compozit s-au stabilit la 5, 10 și 15 % vol. de carbură de siliciu, situate în limitele cele mai frecvente de armare ale compozitelor metalice cu particule;

* calculele referitoare la proiectarea experimentului au fost efectuate pe un program **STATGRAPHICS** pus la dispoziția Universității "Politehnica" din Timișoara de către *United States Information Agency* în sprijinul colaborărilor din cadrul *Fulbright Scholar Program*.
engl. *experiment design*

Realizarea unei scheme complete de experiment cu 3 factori presupune executarea unui număr de 27 de determinări, corespunzătoare celor 3 factori, fiecare cu câte 3 nivele. În afara creșterii considerabile a volumului de experimente, o asemenea schemă, va fi în unele zone redundantă, existînd de asemenea riscul ca zone de interes mai mare să rămînă neacoperite, mai ales în cazul existenței unor curburi sau puncte staționare, sub formă de minime sau maxime.

Din aceste motive s-a adoptat o schemă de experiment fracționar, alegîndu-se din procedurile mai uzuale un experiment compus și centrat*, cu o porțiune "cubică" conținînd 8 valori și una "stea" cu 6 valori. Fiecare dintre aceste porțiuni mai conține cite un punct central, rezultînd un număr total de 16 valori experimentale.

Pentru fiecare dintre cele 16 valori de duritate folosite la determinarea modelului s-au produs cîte 5 replici, iar cele 16 probe dintr-un set complet au fost produse simultan, într-un singur bloc, pentru a asigura omogenitatea celorlalți parametri.

Valorile caracteristice și cele determinate ale schemei experimentale folosite sunt prezentate în mod sintetic în tabelul II-11.

Așa cum se observă în urma aplicării schemei experimentale au rezultat din calcul, pentru factorii independenți, valori dinafara intervalelor definite, în scopul determinării eventualelor curburi. Astfel au rezultat temperaturi de tratament suplimentare de 650 și 550°C, durate de 10 și 110 minute, precum și proporții de armare de 1,6 and 18,4 % SiC. Aceste valori suplimentare au fost codificate prin -1,68 și 1,68. Valorile de duritate pentru tratamentul la 550°C s-au obținut prin transformarea unor măsurați făcute după metoda Vickers, cu o sarcină de 200 de grame, datorită faptului că probele nu rezistă încercării Brinell, fisurîndu-se.

Tabelul II- 11. Caracteristicile experimentului fracționar cu 3 factori și valorile experimentale rezultate.

Nr. crt.	Temperatura [°C]	Timp [min]	Proporție armare [% vol.]	Codificare			Duritate HB
				X ₁	X ₂	X ₃	
1	570	30	15	0	0	0	78,8
2	570	30	5	0	0	-1,68	61,2
3	600	9,55	10	-1,68	0	0	67,7
4	570	90	5	-1	1	-1	62,3
5	600	60	18,409	1	-1	-1	85,4
6	630	30	5	-1	-1	-1	65,2
7	600	60	1,59104	-1	-1	0	59,3
8	600	110,45	10	0	-1,68	0	73,2
9	650,45	60	10	-1,68	0	0	74,6
10	630	30	15	0	0	-1,68	84,1
11	630	90	5	0	1,68	0	65,3
12	600	60	10	1	1	0	72,8
13	630	90	15	1	1	-1	82,4
14	600	60	10	1	1	-1	73,9
15	570	90	15	1	-1	1	83,1
16	549,55	60	10	0	0	0	30,1

* engl. central composite design.

Tabelul II- 12. Coeficienții de regresie ai durității –experimentul cu 3 factori independenți.

	Văloare
Constantă	-2339,91
A: Temperatura	7,71492
B: Durata	0,497298
C: Armare	2,10471
AA	-0,00618153
AB	-0,001
AC	-0,00266667
BB	0,00100734
BC	0,001
CC	0,0581839

II-5.6.4. Analiza prin regresie multiplă a rezultatelor

Coeficienții de regresie multiplă notați în ecuația (3) prin $\hat{\beta}_j$ și $\hat{\beta}_{j_1}$, au rezultat în urma aplicării algoritmului de calcul la valorile prezentate în tabelul II-12.

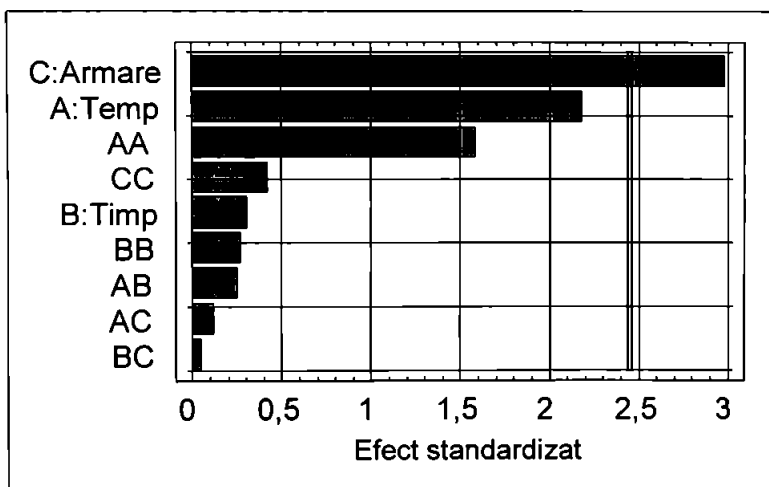


Figura II- 21. Diagrama Pareto pentru efectele standardizate ale factorilor de influență a durității.

Avind în vedere valorile calculate ale coeficienților, ecuația rezultată prin regresie multiplă devine:

$$H = -2339,91 + 7,71492 \cdot T + 0,497298 \cdot t + 2,10471 \cdot \%SiC - 0,00618153 \cdot T^2 + 0,00100734 \cdot t^2 + 0,0581839 \cdot \%SiC^2 - 0,001 \cdot T \cdot t - 0,00266667 \cdot T \cdot \%SiC + 0,001 \cdot t \cdot \%SiC \quad (4)$$

În această ecuație s-au notat prin H duritatea, iar prin T , t respectiv $\%SiC$ cei 3 factori independenți: temperatura și durata tratamentului, respectiv proporția de armare cu particule din carbură de siliciu.

De mare importanță în studiul modelului de variație a durtității este evaluarea ponderii efectelor pe care la introduc cele 3 variabile independente, fie că este vorba de efecte de gradul întâi, gradul al doilea sau efecte încrucișate a câte 2 factori.

Această evaluare s-a făcut prin trasarea diagramei de tip Pareto, un instrument de analiză puternic pentru sistemele care au, ca și în cazul de față mai multe grade de libertate. Efectele factorilor de influență se prezintă în ordinea descrescătoare a ponderii. Ele fiind de asemenea normalizate prin raportare la eroarea standard. Pe diagramă mai este reprezentat prin linie dublă, pragul de încredere de 95%. Analiza acestei reprezentări duce la următoarele concluzii:

- Efectul cel mai important asupra durtității măsurate este exercitat de procentul armării cu particule. Efectul standardizat al acestui factor se situează de asemenea deasupra limitei de încredere de 95%, fapt care semnifică faptul că efectul acestui factor acționează practic cu certitudine. Acest rezultat este previzibil, armarea cu particule ceramice având ca principal mobil creșterea proprietăților mecanice și în special a durtității. Faptul că modelul determinat confirmă această previziune vine ca o confirmare a corectitudinii algoritmului de calcul folosit;
- Cel de al doilea factor ca importanță a efectului este temperatura de aplicare a tratamentului de sinterizare, o concluzie de asemenea normală, atâta timp cât aplicarea sinterizării se face pentru consolidarea materialului prin umplerea difuzivă a porilor, iar temperatura este principalul factor de activare a acestei difuzii. Este de așteptat ca o difuzie mai intensă să producă o mai mare compactitate a materialului;
- Faptul că cel de al treilea factor ca importanță în ierarhia efectelor standardizate este termenul de ordinul al doilea al temperaturii, sugerează caracterul mai complex al influenței acestui factor, eventual prezența unor inflexiuni, curburi, puncte de minim sau maxim etc., fapt care va fi analizat pe baza trasării suprafeței de răspuns a durtității;
- Efectul produs de factorul durată de sinterizare asupra durtității obținute este redus, aceasta sugerând că difuzia în prezența fazei lichide este mult mai rapidă, fapt în general adevărat, elementul cel mai important al acestui procedeu fiind o încălzire suficientă pentru o topire parțială; Această din urmă constatare este întărită de valoarea neglijabilă a efectului încrucișat dintre factorii temperatură și timp (BC), semnificând lipsa influenței reciproce dintre cei 2 factori, spre deosebire de sinterizarea în fază solidă, unde ei sunt complementari;
- Celelalte efectele încrucișate ale factorilor sunt de asemenea neglijabile, interacțiunile fiind practic inexistente, inclusiv efectul armării asupra temperaturii. Aceasta vine în corelație cu efectul nul al armării față de poziția punctelor critice de transformare, corespunzătoare liniilor *solidus* și *liquidus*.

II-5.6.5. Analiza varianței

Informații privind efectul asupra durtității exercitat de către factorii independenți considerați se pot obține și prin analiză de varianță¹, făcută prin tabele de tip ANOVA, care realizează partiția varianței totale a durtității între factori. Valorile rezultate în urma acestei proceduri de calcul sunt prezentate în tabelul II-13.

Semnificația statistică a fiecărui factor este testată prin compararea cu mediei pătratelor cu o valoare estimată a erorii experimentale, rezultatul fiind reprezentat de valoarea *p*. Pentru valori ale lui *p* mai mici de 0,05 mărimea efectului exercitat de către factorul respectiv este semnificativ, relativ la un nivel de încredere de 95%.

În cazul durtității, acesta este cazul proporției de armare cu particule ceramice, care are așadar efectul cel mai ridicat și mai sigur asupra creșterii de durtitate.

¹ engl. AN(alysis) O(f) VA(riance).

Pe baza aceluiași date⁷⁷ se pot calcula:

- coeficientul statistic R-pătrat (R_p) exprimînd procentual ce proporție din variația de duritate este explicată de către model. În cazul considerat $R_p = 75,0145\%$, procent care reprezintă o bună adecvare a modelului la fenomenul cercetat;
- eroarea standard a estimării reprezintă de fapt abaterea standard a reziduurilor $MSD = 10,7625$;
- eroarea medie absolută $MAE = 5,17565$, reprezintă valoarea medie a reziduurilor;
- testul statistic Durbin-Watson (DW), este cel care arată dacă între valorile reziduale există o autocorelație legată de ordinea în care ele apar, cum valoarea $DW = 2,02324$, sensibil mai mare decît valoarea critică de 1,4, rezultă că o asemenea autocorelație nu există, existînd probabilitatea ca între factori să nu existe alte relații înafara celor exprimate de modelul determinat.

Tabelul II- 13. Analiza varianței de duritate relativ la factorii de influență.

Sursa	Suma pătratelor	Gr. (Gr. de libertate)	Media pătratelor	Raportul F	Valoarea p
A/ Temperatura	544,184	1	544,184	2,70	0,0733
B/ Timp	9,76016	1	9,76016	0,05	0,7814
C/ Anințare	1019,94	1	1019,94	5,34	0,0250
AA	286,739	1	286,739	2,48	0,1667
AB	6,48	1	6,48	0,03	0,8209
AC	1,28	1	1,28	0,01	0,9197
BB	7,61456	1	7,61456	0,04	0,8062
BC	0,18	1	0,18	0,00	0,9698
CC	19,6016	1	19,6016	0,17	0,6951
Eroare totală	694,983	5	115,831		
Total (corectat)	2781,54	6			

Tabelul II- 14. Matricea de corelație între factorii independenți.

	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)
(1) Media	1	0	0	0	-0,73	0	0	-0,73	0	-0,73
(2) A/ Temperatura	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0
(3) B/ Timp	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0
(4) C/ Anințare	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0
(5) AA	-0,73	0	0	0	1	0	0	0,42	0	0,42
(6) AB	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0
(7) AC	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
(8) BB	-0,73	0	0	0	0,42	0	0	1	0	0,42
(9) BC	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0
(10) CC	-0,73	0	0	0	0,42	0	0	0,42	0	1

Un alt aspect important în ceea ce privește studiul varianței îl constituie eventuala posibilitate ca efectele produse de diferiții factorii să se suprapună într-o măsură mai mică sau mai mare. Aceasta se testează folosindu-se matricea de corelație a efectelor. O matrice perfect ortogonală, fără suprapuneri de efecte va avea valori egale cu unitatea pe

⁷⁷ v. și Capitolul III.

diagonala matricei și valori nule înafara diagonalei. Valori nenule înafară de diagonală vor avea semnificația unor eventuale suprapuneri între efectele corespunzătoare liniei și coloanei respective. O asemenea matrice este calculată în tabelul II-14.

După cum se observă, există 6 perechi de valori nenule înafara diagonalei, însă acestea fiind mai mari sau în preajma valorii de 0,5, suprapunerile sunt ne semnificative.

Măsura în care modelul descrie sau nu în mod adecvat datele experimentale poate fi investigat prin reprezentarea valorilor prevăzute de model în funcție de reziduuri, așa cum este ea trasată în figura II-22. O reprezentare care nu este întâmplătoare poate da indicii că modelul determinat nu este potrivit fenomenului descris. Faptul că nu se poate observa nici un fel de regulă de aranjare a punctelor, este o confirmare în plus că modelul ales este corespunzător studiului. Adecvarea modelului este întărită și de faptul că majoritatea punctelor se înscriu în intervalul de încredere de 95%, așezarea lor fiind de asemenea simetrică, iar valorile reziduale nu depind ca mărime de nivelele de duritate.

Ca o consecință a aplicării criteriilor de verificare se poate concluziona că modelul de regresie polinomial de gradul doi este valabil din punct de vedere statistico-matematic, existind premisele elucidării cauzalităților fizico-structurale specifice, care apar la tratamentul termic de sinterizare a compozitelor pe bază de aliaj AlCuSiMg, armate cu particule ceramice.

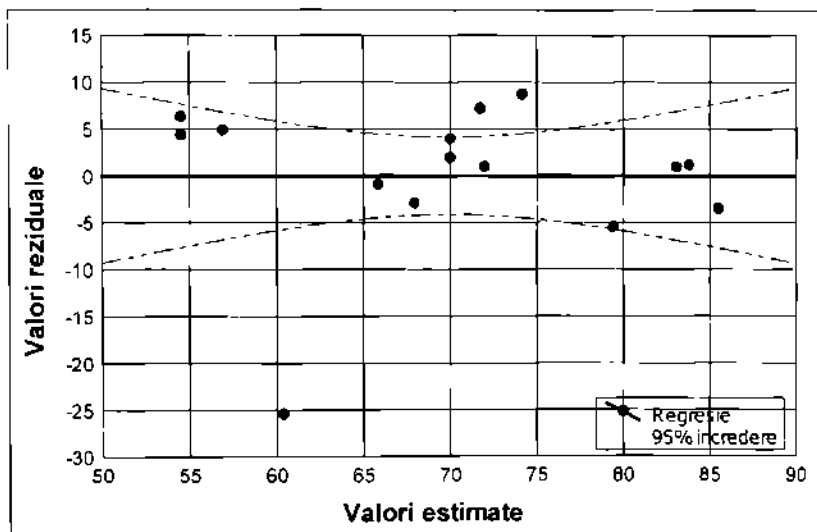


Figura II- 22. Valorile reziduale în funcție de valorile estimate de către model.

II-5.6.6. Analiza suprafețelor de răspuns a durității

Suprafața de răspuns a variabilei dependente, în cazul de față a durității, reprezintă în principiu expresia grafică a ecuației modelului de regresie. Având în vedere că s-a ales un model cu 3 factori independenți, iar în spațiul tridimensional se pot reprezenta, alături de variabila de răspuns, doar 2, interpretarea rezultatelor se va face pe un grup de 3 reprezentări spațiale grupând câte 2 factori.

În acest scop s-au trasat graficele de răspuns ale durității în funcție de gradul de armare și

¹engl. *heteroscedasticity*.

temperatură (Anexa II.6 a), grad de armare și timp (Anexa II.6 b), respectiv temperatură și timp (Anexa II.6 c).

Analiza suprafeței de răspuns în funcție de procentul volumic al carburii de siliciu și temperatura tratamentului termic permite formularea următoarelor concluzii:

- Duritatea materialului compozit rezultă crește vertiginos pe măsură ce în matricea metalică se înglobează din ce în ce mai multe particule ceramice, creșterea fiind mai accentuată la peste 5 % vol. SiC;
- Creșterea durității datorată armării se produce indiferent de temperatura tratamentului termic, în limita intervalului inițial considerat pentru studiu, situat între 570 și 630°C ;
- În limita acestui interval considerat, temperatura de tratament are o influență foarte redusă în privința durității rezultate;
- Dacă temperatura de tratament scade sub limita inferioară de 570°C, urmează o scădere foarte pronunțată a durității; această scădere coincide cu ieșirea din zona în care faza lichidă coexistă cu cea solidă și sinterizarea în prezența fazei lichide se transformă într-una în fază solidă;

Dacă se ia în considerare suprafața de răspuns a durității în funcție de gradul armării și durata tratamentului termic, vor rezulta următoarele dependențe:

- Se pune cu pregnanță în evidență creșterea importantă a durității ca urmare a creșterii conținutului de particule ceramice; această dependență are o alură asemănătoare ca și în cazul precedent, creșterile fiind mai importante la peste 5 % vol. SiC;
- Durata tratamentului termic de peste 20 de minute, recomandată pentru cazul aliajului de sinterizare nearmat, asigură valori ridicate de duritate și pentru compozite, indiferent de procentul armării;
- Creșterea duratelor de armare peste 20 – 30 de minute nu se justifică, neexistând, în general, câștiguri importante de duritate;
- Pentru proporții de armare situate la limita maximă a intervalului considerat (18-20% SiC) apare o oarecare stabilizare a durității la valori mai mari, în cazul duratelor de tratament de peste 40 de minute, fapt care poate sugera că atunci când sinterizarea se face în prezența fazei ceramice, care reduce interfețele de reacție, durate mai lungi de tratament vor produce consolidarea mai temeinică a materialului;

Suprafața de răspuns a durității în funcție de temperatură și durată a tratamentului este importantă din punctul de vedere a posibilei influențe reciproce a celor 2 factori, amândoi fiind parametri de bază ai tratamentului termic. În cazul de față această reprezentare confirmă observațiile cele mai importante făcute pe celelalte două grafice tridimensionale:

- În interiorul domeniului inițial al investigației experimentale atât temperatura cit și durata de tratament termic au o influență redusă, astfel încât durate mai mari de tratament sau temperaturi mai ridicate de încălzire se justifică doar la proporții mari ale particulelor ceramice, de peste 15% SiC;
- Dacă la alte modificări structurale dominate de către difuzie, există un oarecare efect complementar al temperaturii și timpului, durate mai lungi de menținere compensând temperaturi mai scăzute și reciproc, în cazul de față acest lucru nu se produce, esențială pentru realizarea consolidării fiind apariția fazei lichide, prezența topiturii metalice realizând consolidarea materialului în timp relativ scurt;
- Durate mai mici de tratament duc la scăderi pronunțate ale durității doar în asocierie cu temperaturi mai scăzute, situate în afara intervalului inițial de temperatură luat în studiu.

II-5.7. Interpretarea rezultatelor experimentale și concluzii

Cercetările întreprinse asupra parametrilor, condițiilor și rezultatelor tratamentului de sinterizare confirmă în mare parte premisele fundamentale legate de fenomenele produse

în cadrul transformărilor, mai ales cele legate de difuzie.

Astfel, faptul că în agregatele de pulberi supuse sinterizării se află inserate particule ceramice, în general inerte față de acțiunea topitului metalic, reduce interfața disponibilă difuziei și presupune durate de tratament mai lungi și proporții mai mari de topitură, realizabile prin creșterea temperaturii.

Această presupunere inițială, rezultată din studiul bibliografic, este susținută de evoluția durtății după sinterizare, mărime care exprimă în mod direct gradul în care materialul a fost consolidat și compactat. Cu toate acestea creșterea temperaturii și duratei de tratament se justifică doar la proporții ridicate în elemente de armare, de peste 15%. Până la aceste valori creșterea temperaturii sau a duratelor de sinterizare au un efect redus și nu se justifică.

Scăderea temperaturii de tratament are un efect dramatic de reducere a durtății, ca urmare a proporției reduse de fază lichidă. Scăderea temperaturii sub valoarea *solidus* duce chiar la dispariția completă a topitului cu efecte negative asupra consolidării materialului, care cedează chiar în timpul încercării de duritate Brinell. Topitura metalică este cea care poate penetra peliculele de oxid care acoperă în mod compact particulele metalice, în lipsa acesteia difuzia fiind redusă foarte mult, împiedicând schimbul de substanță.

Faptul că punctele critice de transformare legate de tratamentul de sinterizare, respectiv valorile *solidus* și *liquidus* ale aliajului metalic, nu își modifică poziția ca urmare a introducerii particulelor metalice prezintă o importanță deosebită, deoarece permite raportarea temperaturilor de tratament termic la cele prescrise pentru aliajul nearmat, cu eventuale particularități.

Concretizarea cercetărilor făcute asupra compozitelor pe bază de aliaj AlCuSiMg, armate în diverse procente cu carbură de siliciu, se poate face prin prescrierea parametrilor de tratament termic prezentați în tabelul II-15.

Tabelul II- 15. Parametri tratamentului termic de sinterizare a compozitelor.

Procentaj de armare (% vol. SiC)	Temperatura sinterizării [°C]		Durata sinterizării [min]	
	Recomandat	Obținută	Piese mici	Piese mari
Nearmat	570-630	600	20-30	30-40
5 - 10	570-630	600	20-30	30-40
15 - 20	590-640	620	30-40	40-50

În afară de aspectele legate de proprietățile mecanice realizate, în special de duritate, calitatea produselor realizate prin sinterizare este legată de modificările dimensionale produse (deformații). Așa cum s-a subliniat anterior creșterea temperaturii de sinterizare, produsă în intervalul de coexistență a fazelor solidă și lichidă, duce la creșterea proporției celei din urmă, fapt care poate afecta integritatea pieselor tratate.

Din acest motiv s-a considerat necesară cercetarea comportării compozitelor la creșteri mai mari de temperatură, în intervalul cuprins de valorile *solidus* și *liquidus*.

Încălzirile la temperaturi înalte a materialelor cu diverse conținuturi în carbură de siliciu a fost urmată de examinarea vizuală a probelor și măsurări ale dimensiunilor principale.

Ca o concluzie generală se poate afirma că încălzirile ceva mai înalte, recomandate în tratamentul termic al compozitelor cu un conținut ridicat în elemente de armare nu afectează aspectul și stabilitatea dimensională a pieselor. Acest fapt este ilustrat în figura II-23, prin de aspectul unor probe cu procente de armare diferite, situate între 0 - 20 % SiC, încălzite la 660°C, așadar cu 20°C peste valoarea maximă recomandată compozitelor

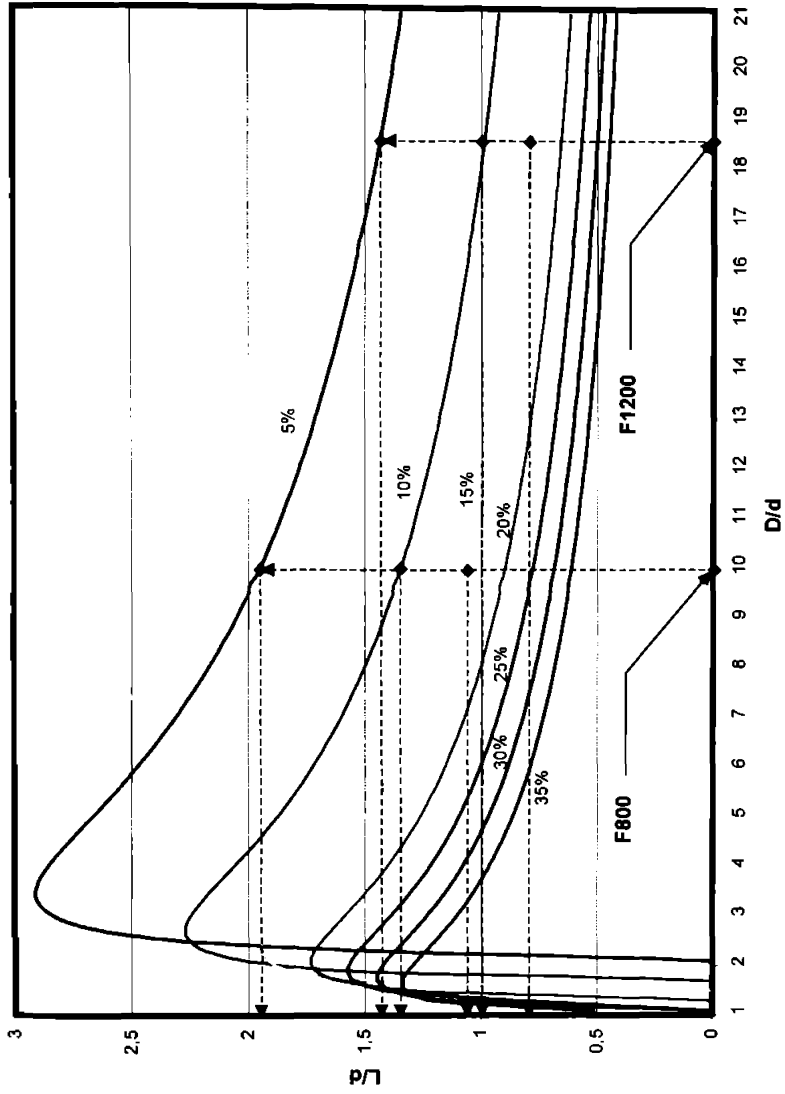
cu peste 15% vol. SiC. Se observă că odată cu creșterea armării piesele au tendință de fi mult mai stabile dimensional, fapt explicat prin faptul că particulele ceramice au temperaturi de topire mult mai ridicate, ele asigurând prin proporția lor crescândă integritatea materialului atunci când proporția dintre fazele metalice solidă și lichidă este net în favoarea celei din urmă.



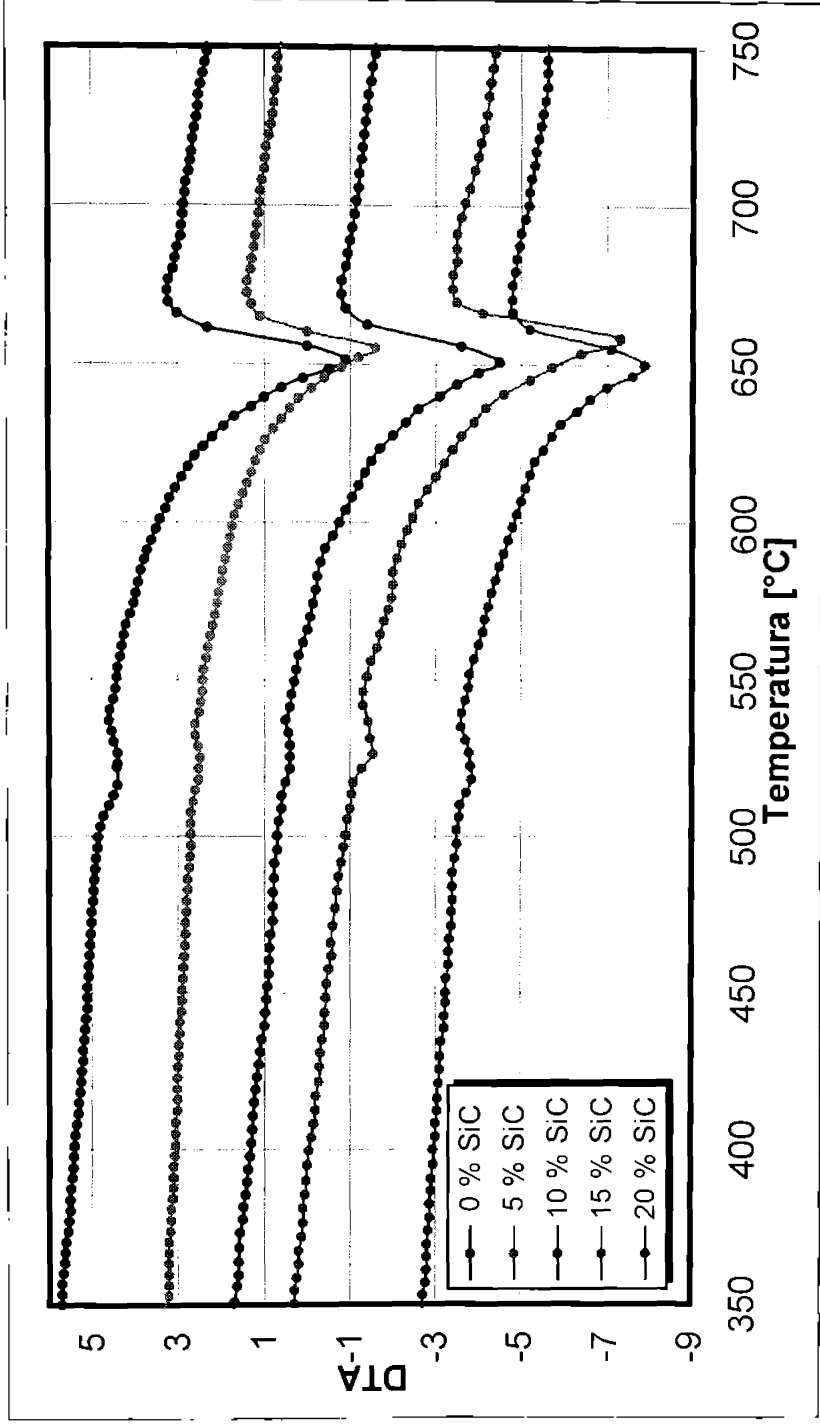
Figura II- 23. Aspectul probelor de compozit cu procent de armare între 0 (dreapta) și 20 % SiC (stinga), după încălzire la 660°C.

Aceste informații generale se impun a fi aprofundate în viitor, printr-o analiză cantitativă completă a modificărilor dimensionale pe care compozitele produse le suportă în timpul sinterizării, în funcție de gradul de armare și temperatura de tratament aplicată.

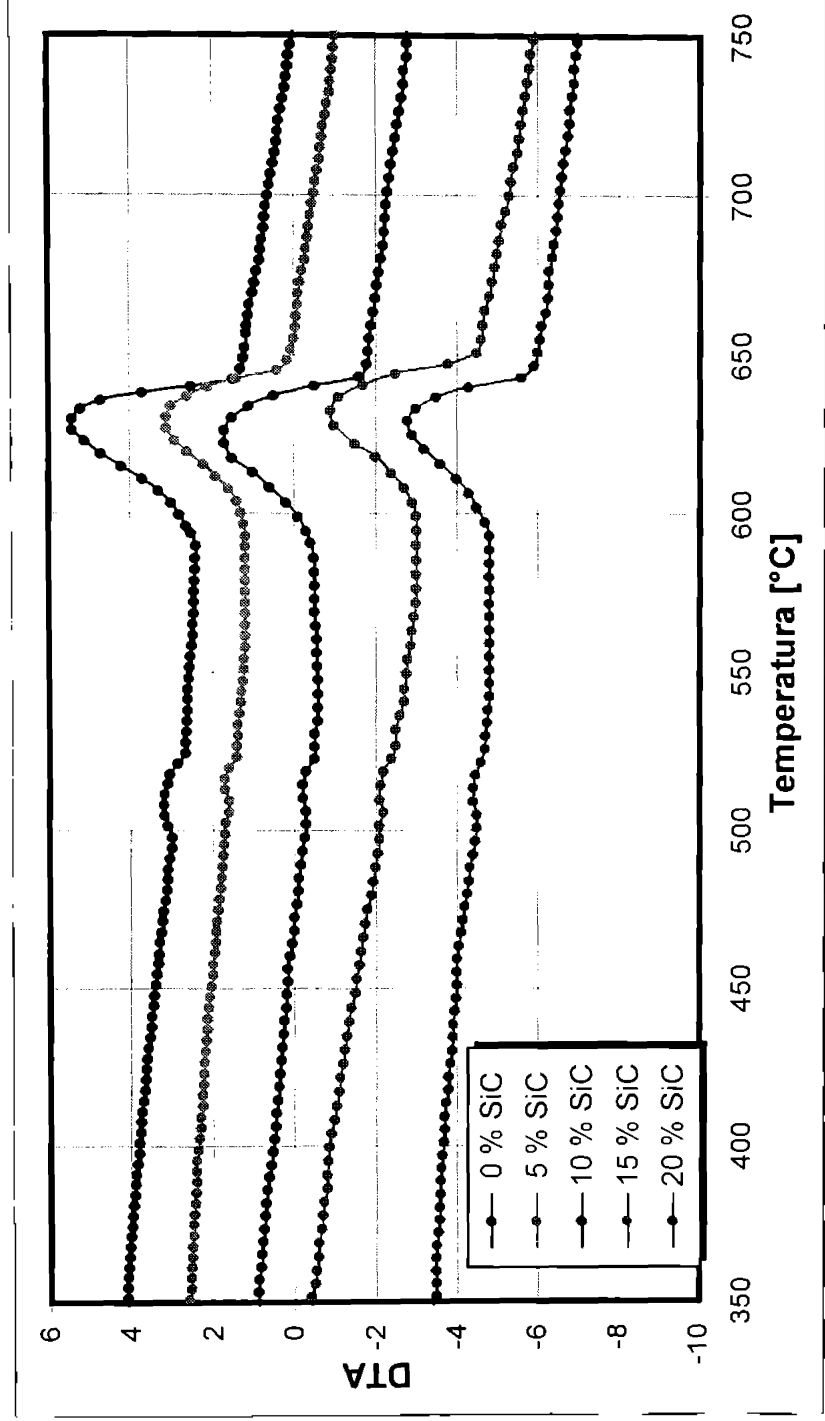
ANEXA II



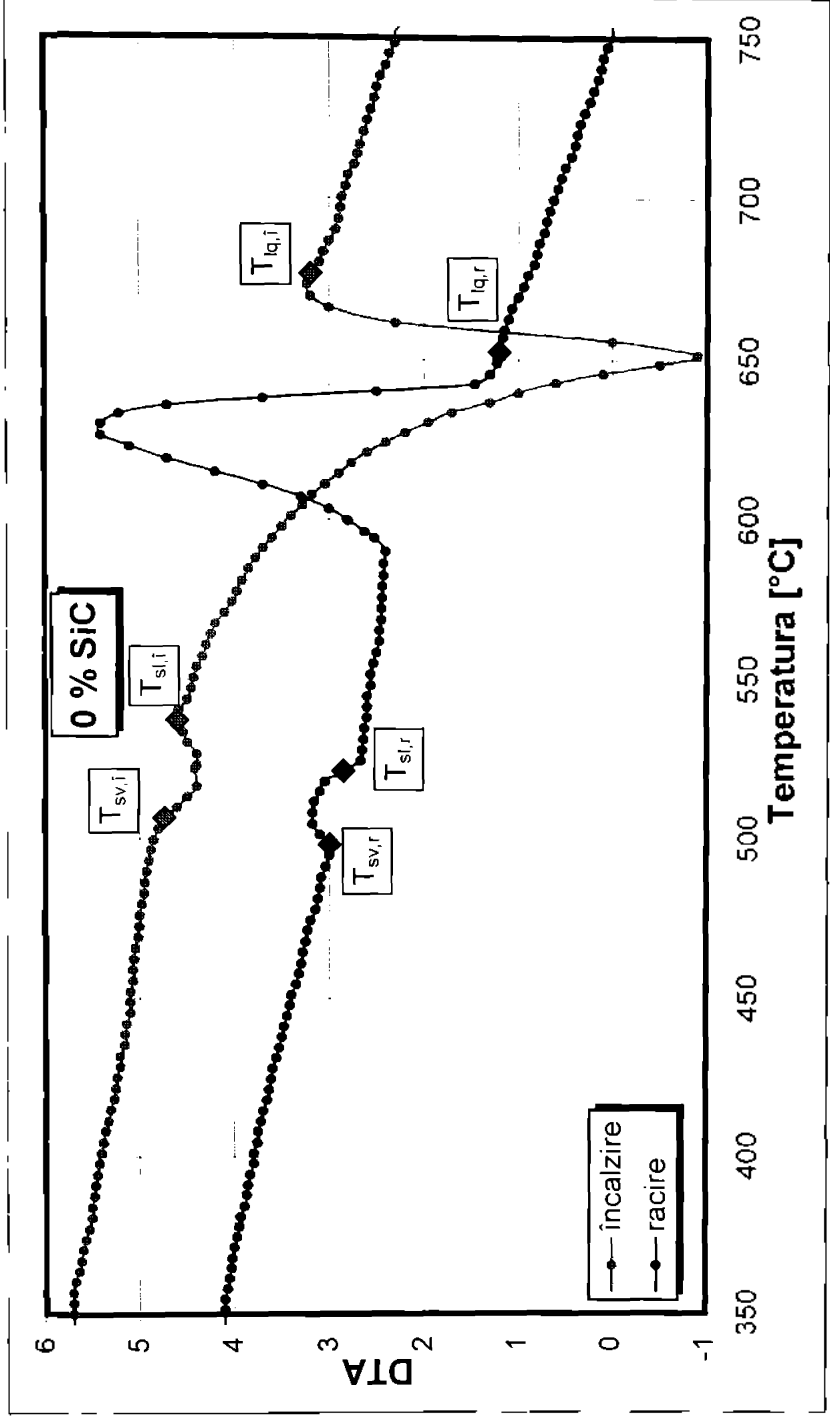
Anexa II.1. Dependența între rapoartele L/d și D/d în funcție de gradul de armare.



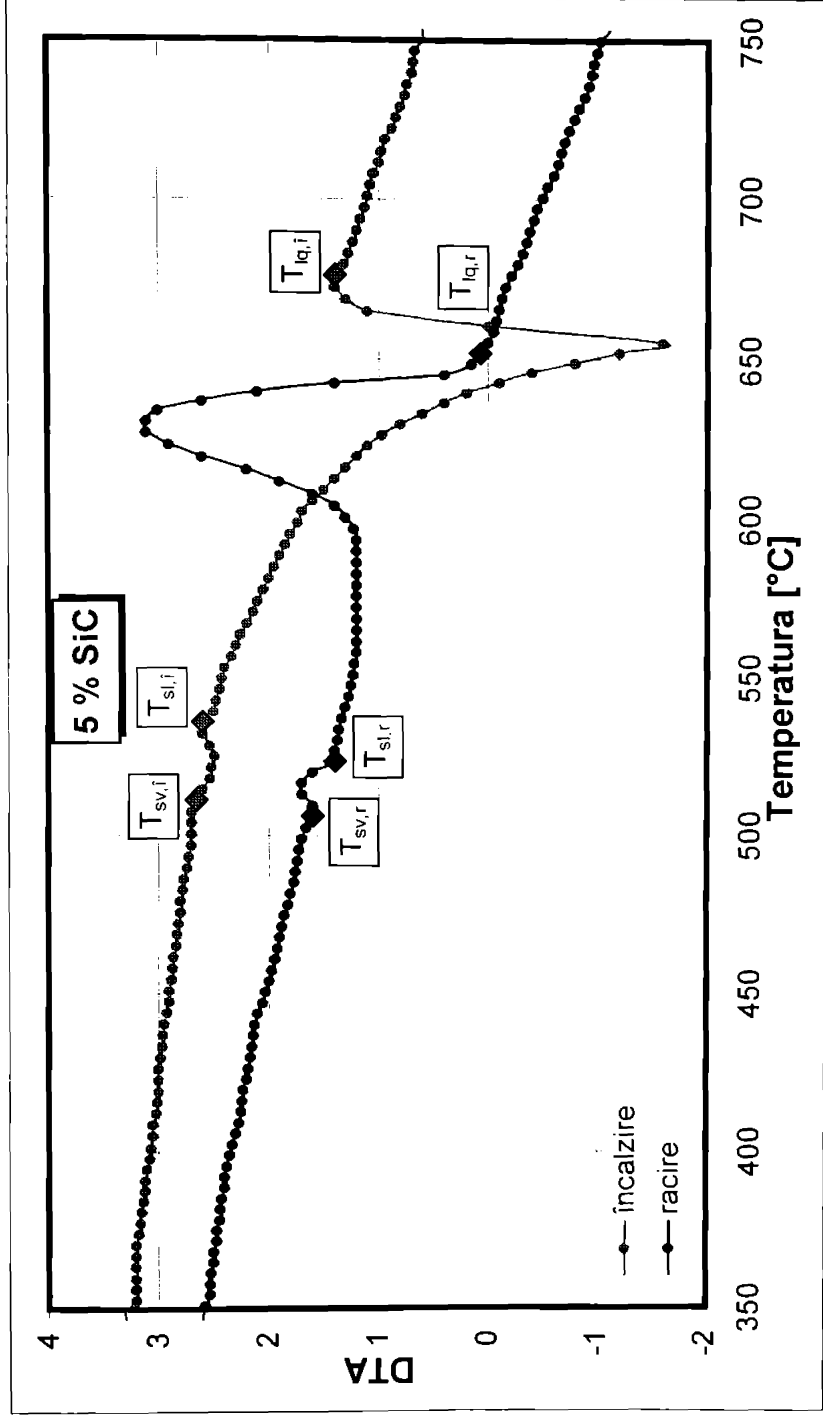
Anexa II.2 a. Analiza termică diferențială (DTA) la încălzire a materialului compozit după sinterizare.



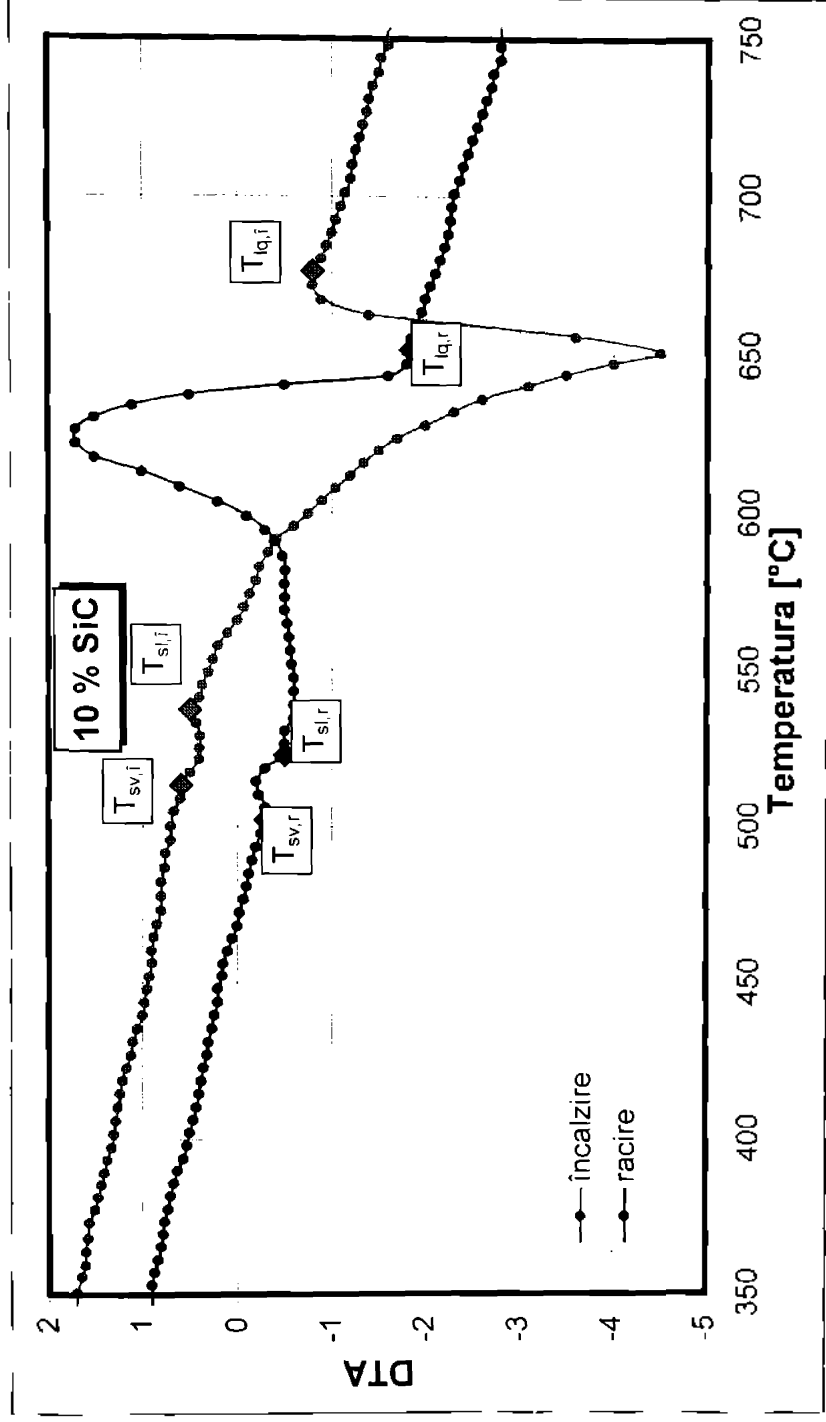
Anexa II.2 b. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire a materialului compozit după sinterizare.



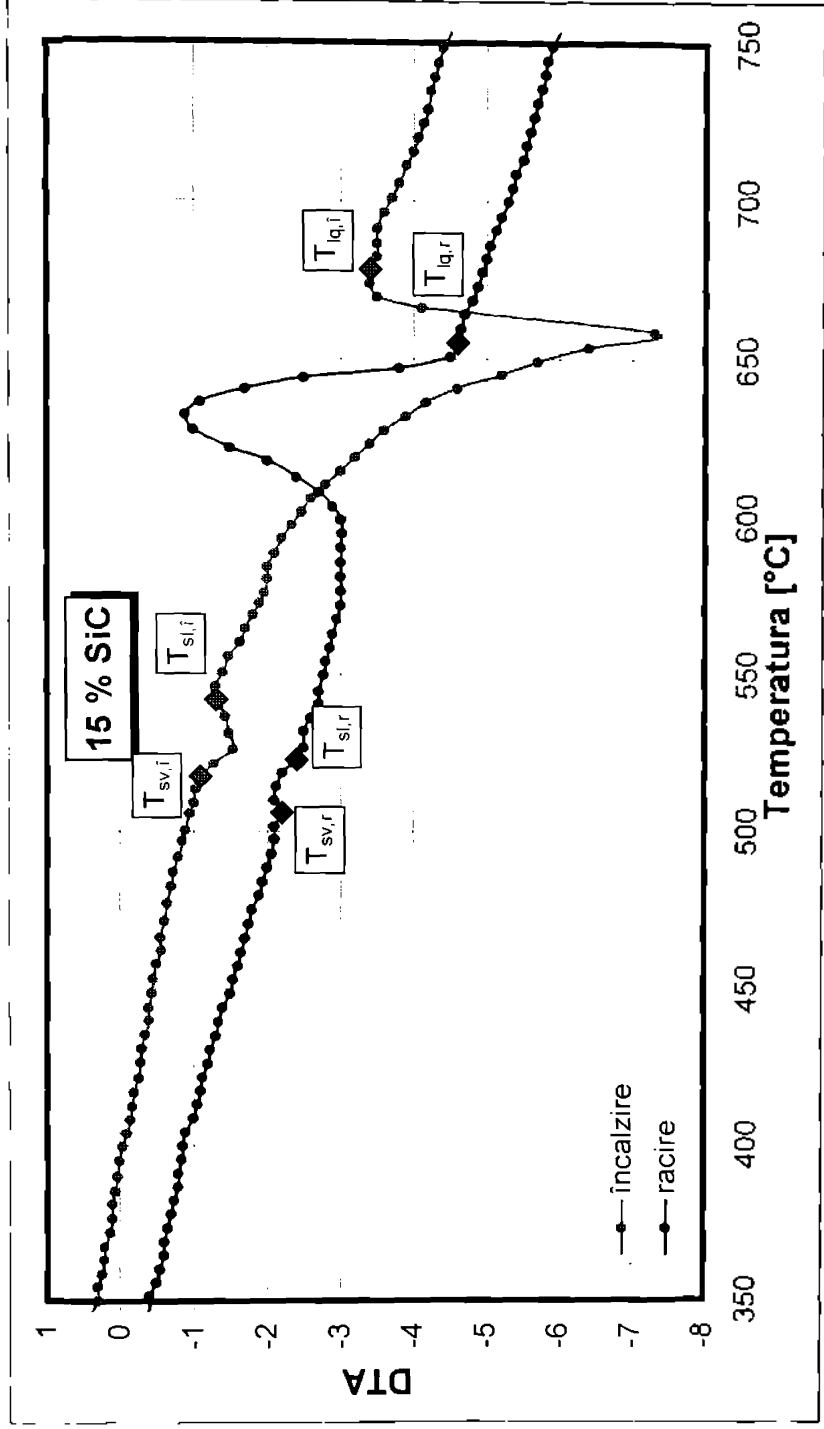
Anexa II.2 c. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a materialului compozit nearmat, după sintezare.



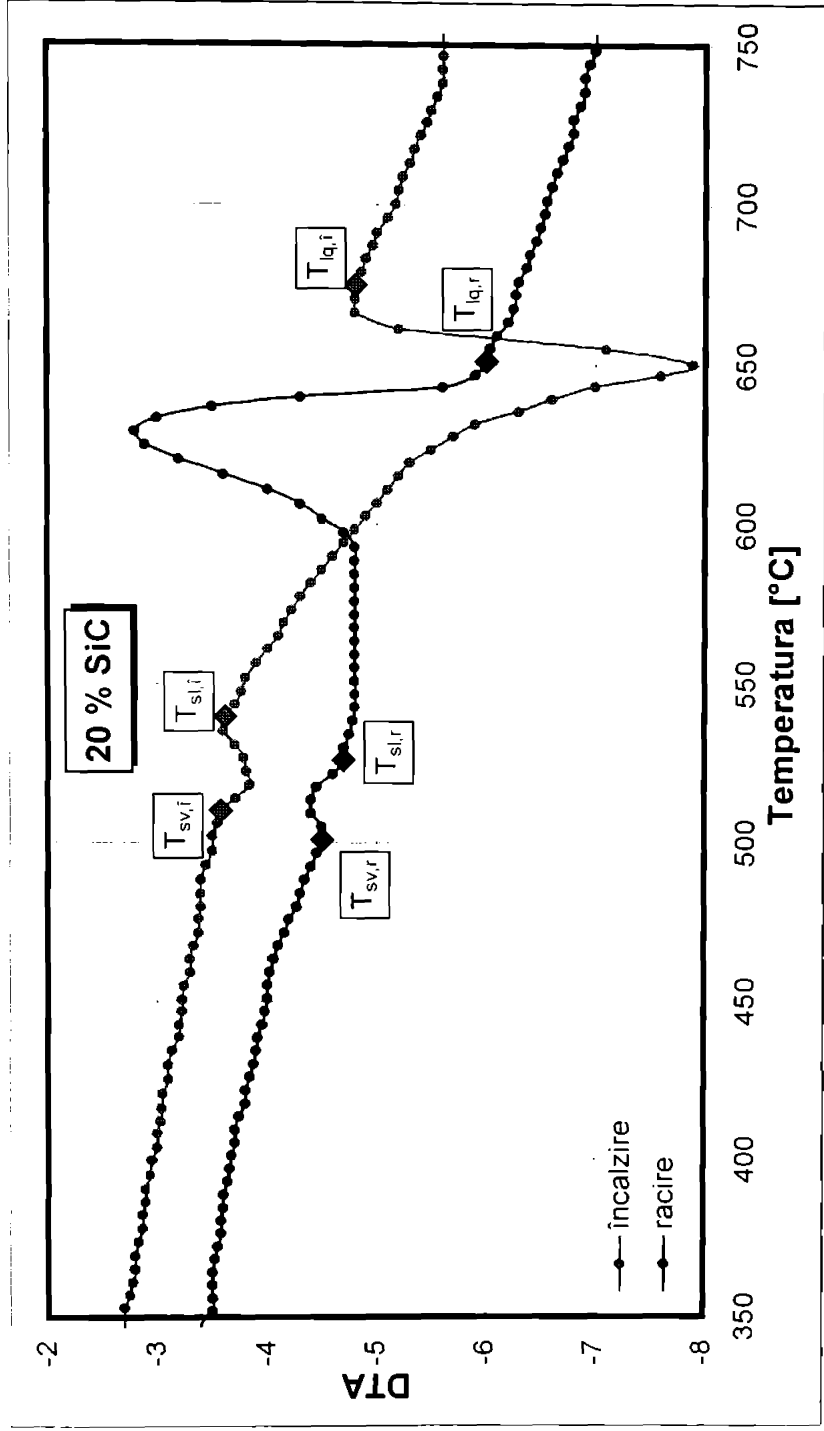
Anexa II.2 d. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a materialului compozit armat cu 5% SiC, după sintezare.



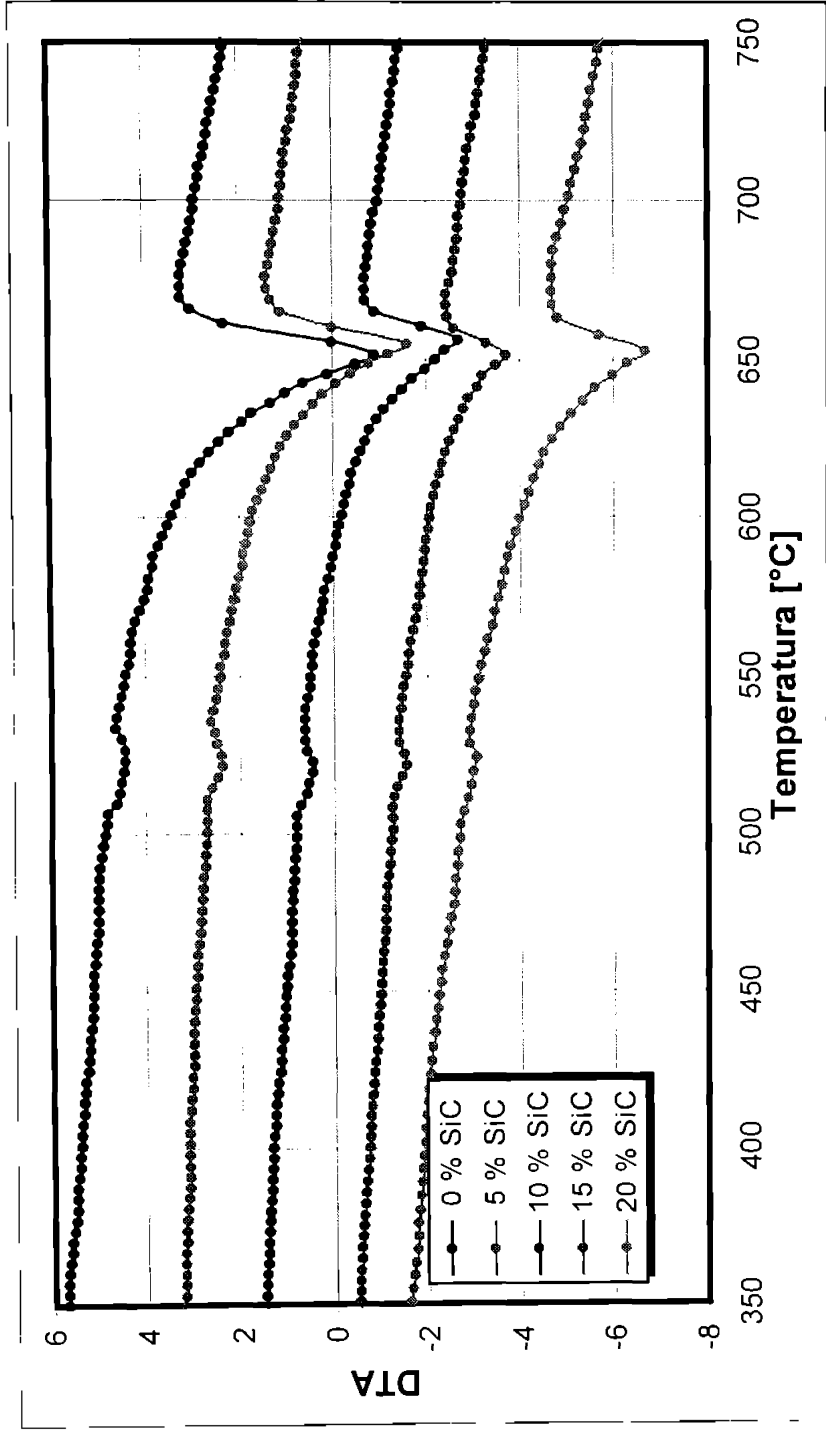
Anexa 11.2 e. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a materialului compozit armat cu 10% SiC, după sintezare.



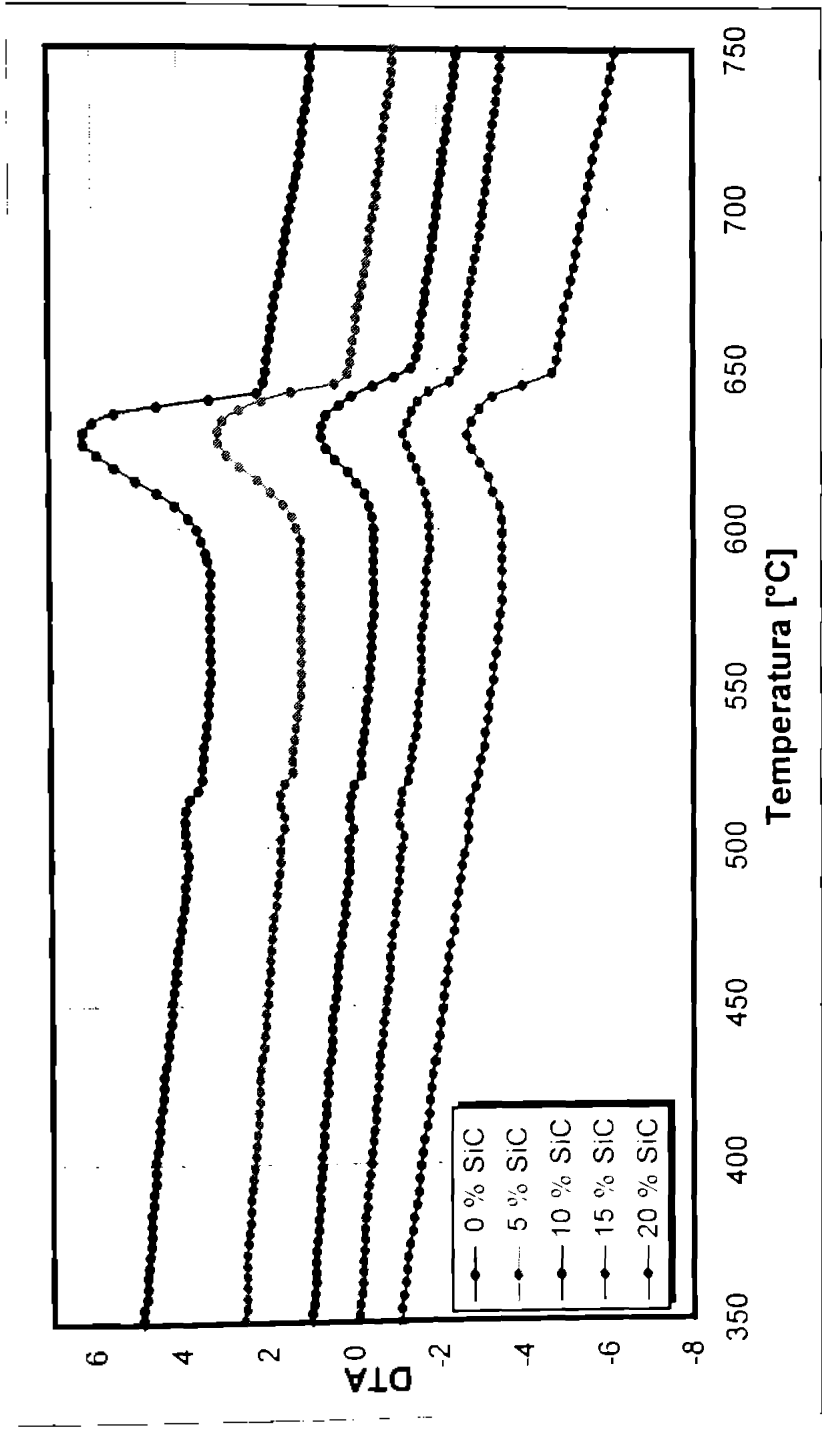
Anexa II.2 f. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a materialului compozit armat cu 15% SiC, după sintezare.



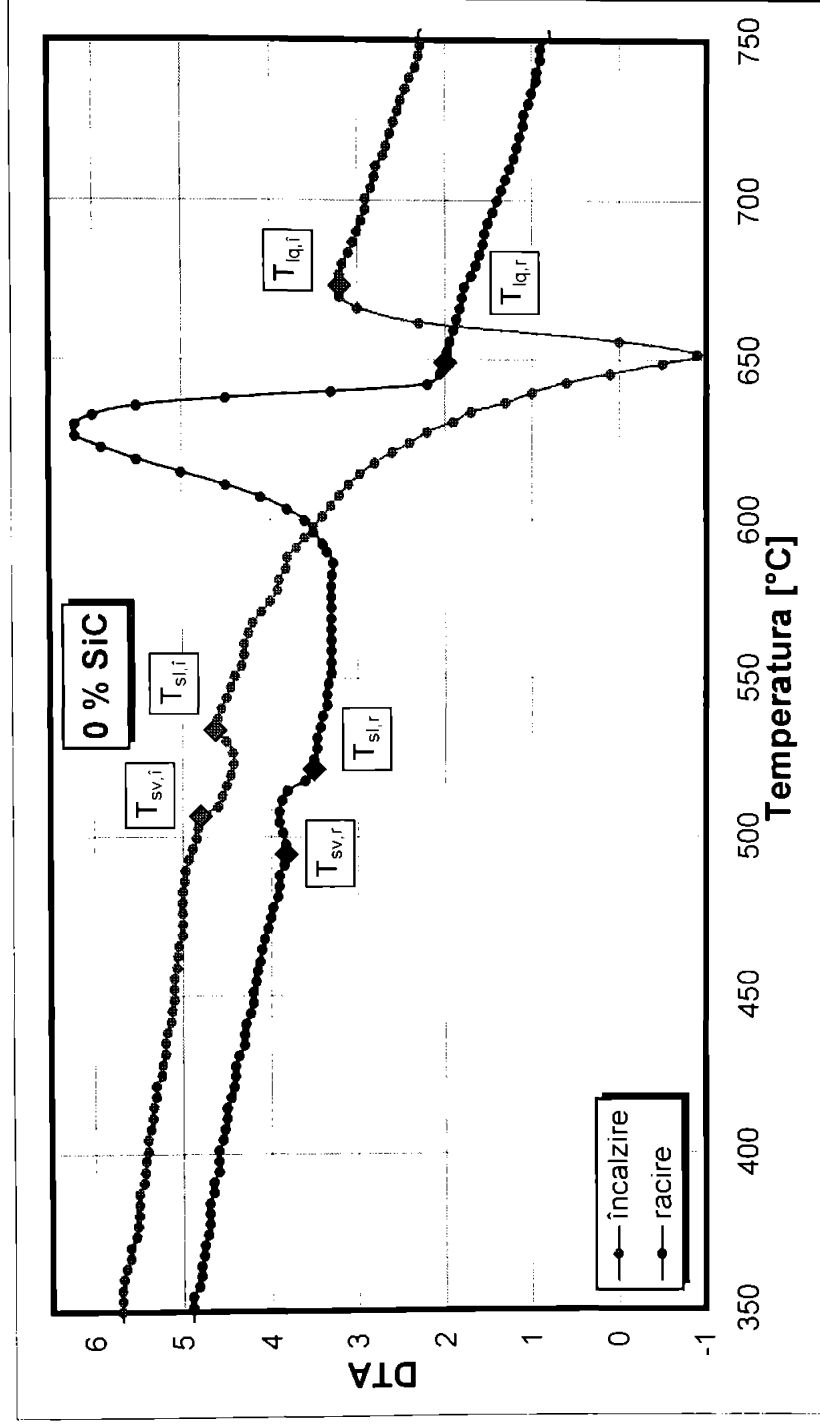
Anexa II.2 g. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a materialului compozit armat cu 20% SiC, după sinterizare.



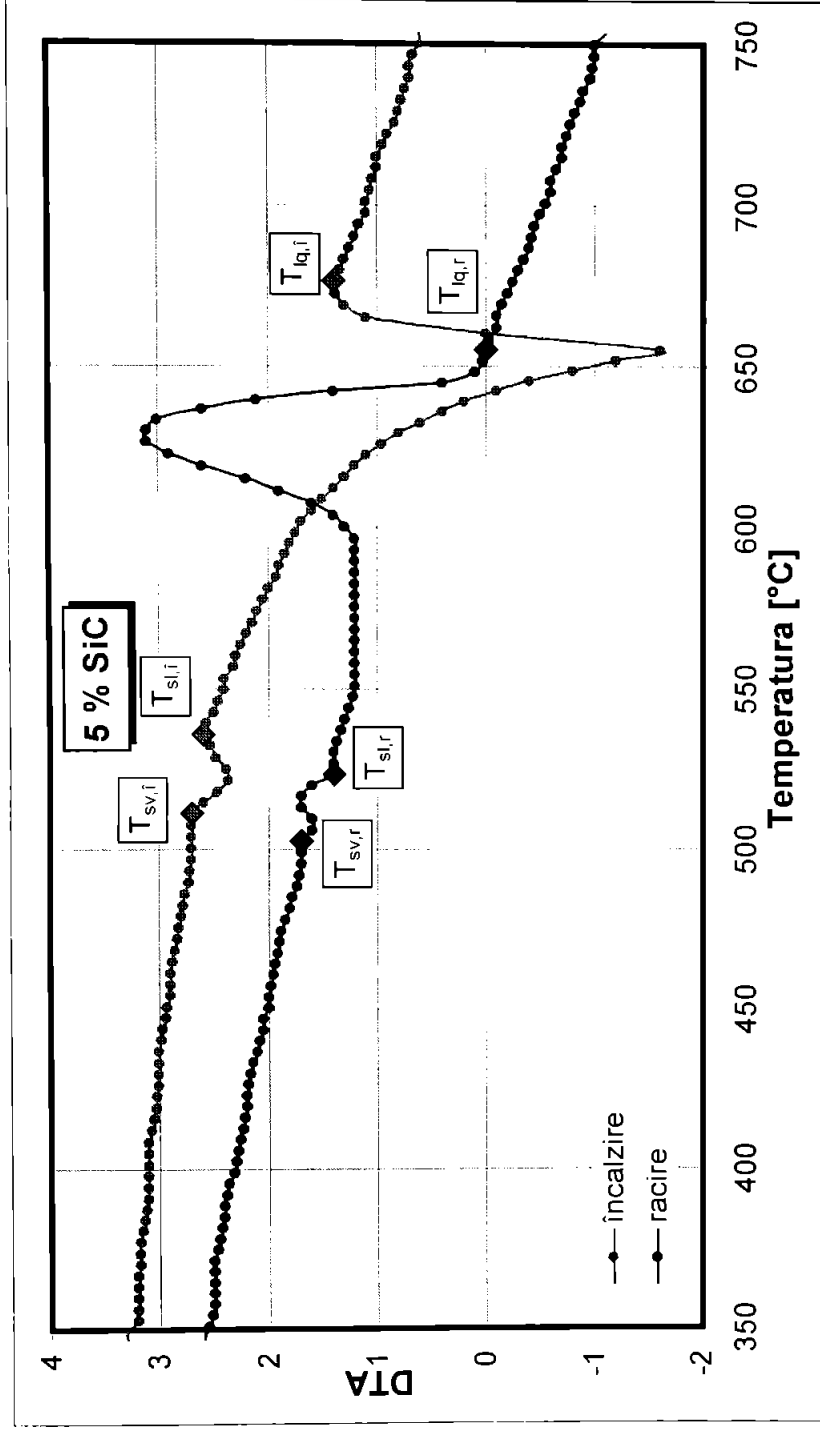
Anexa II.3 a. Analiza termică diferențială (DTA) la încălzire a materialului compozit după sinterizare și extrudare.



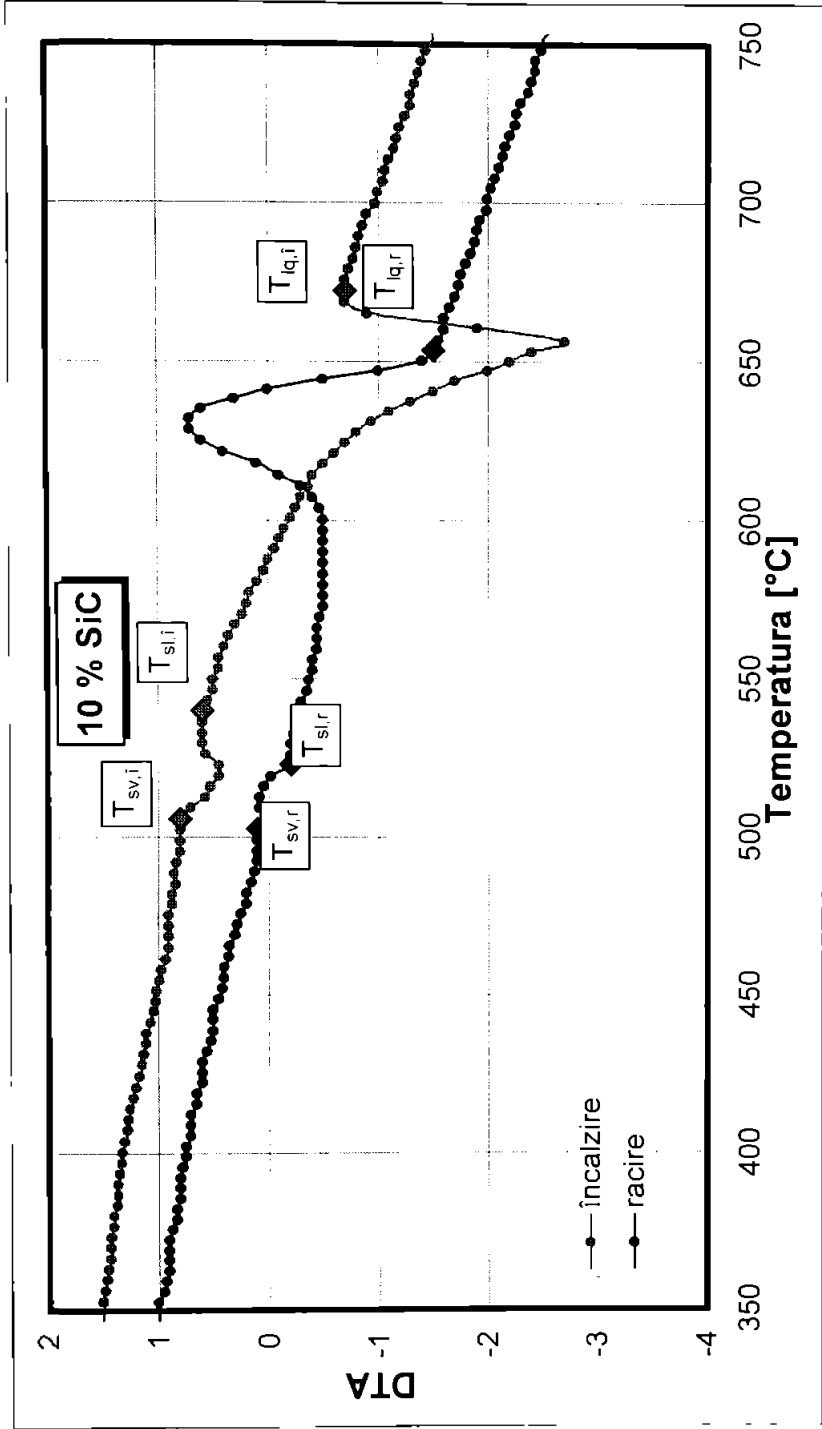
Anexa II.3 b. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire a materialului compozit după sinterizare și extrudare.



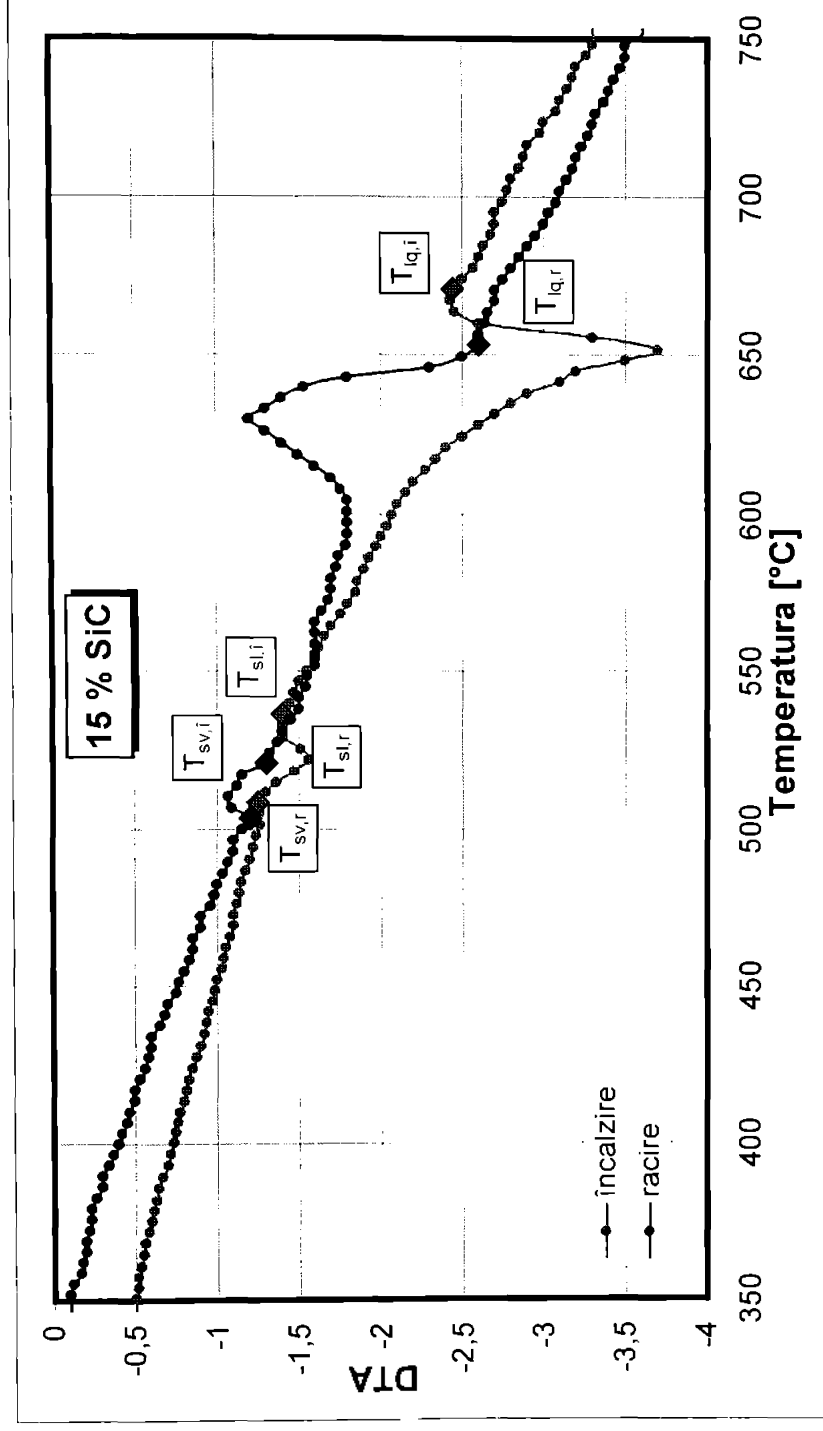
Anexa II.3 c. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a materialului compozit nearmat, după sintezare și extrudare.



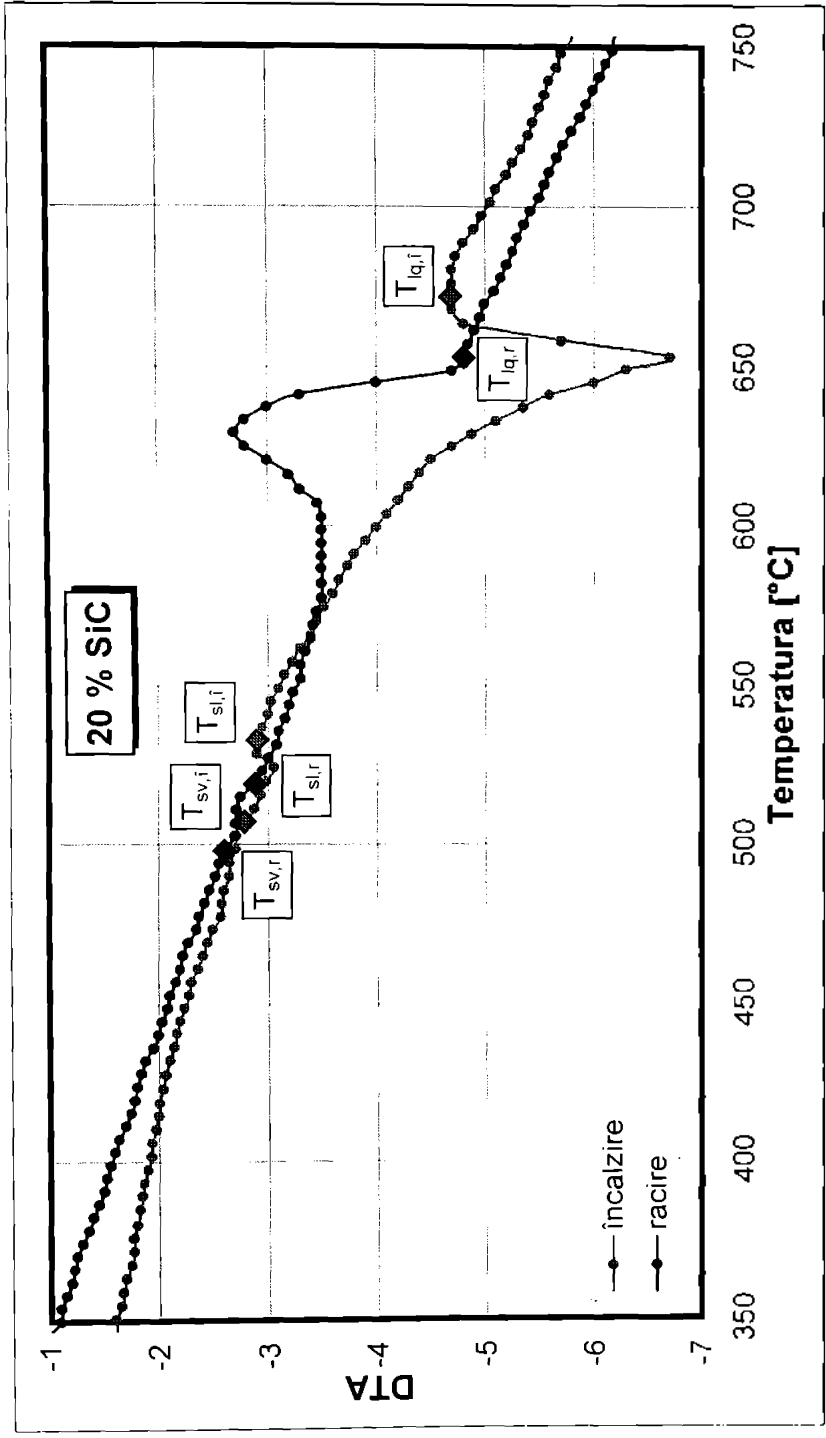
Anexa II.3 d. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a compozitului armat cu 5% SiC, după sinterizare și extrudare.



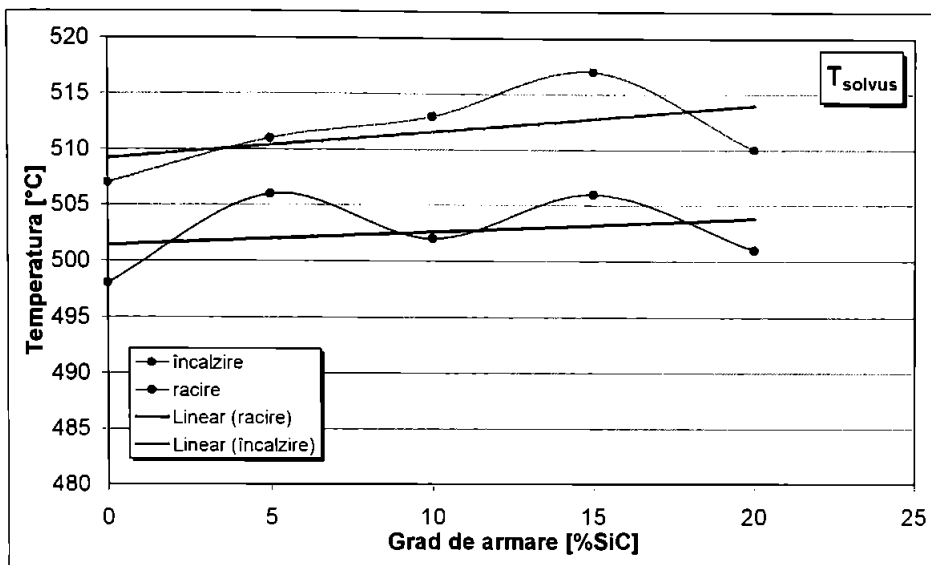
Anexa II.3 e. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a compozitului armat cu 10% SiC, după sinterizare și extrudare.



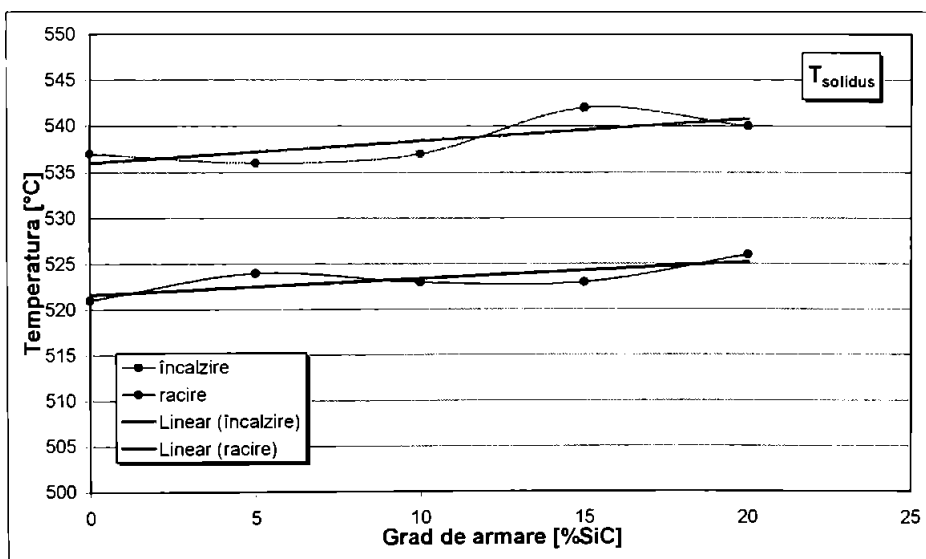
Anexa II.3 f. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a compozitului armat cu 15% SiC, după sintezare și extrudare.



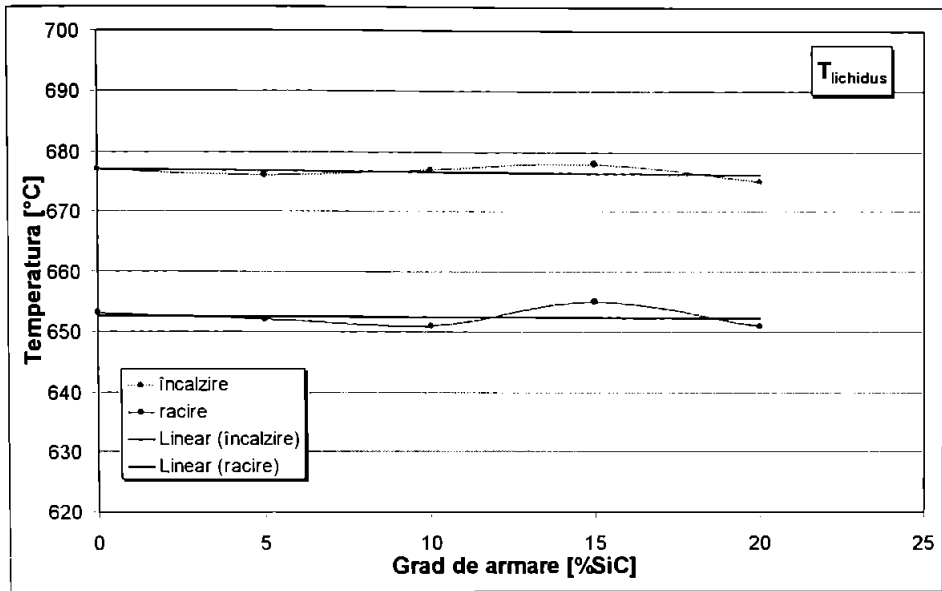
Anexa II.3 g. Analiza termică diferențială (DTA) la răcire și încălzire a compozitului armat cu 20% SiC, sintetizat și extrudat.



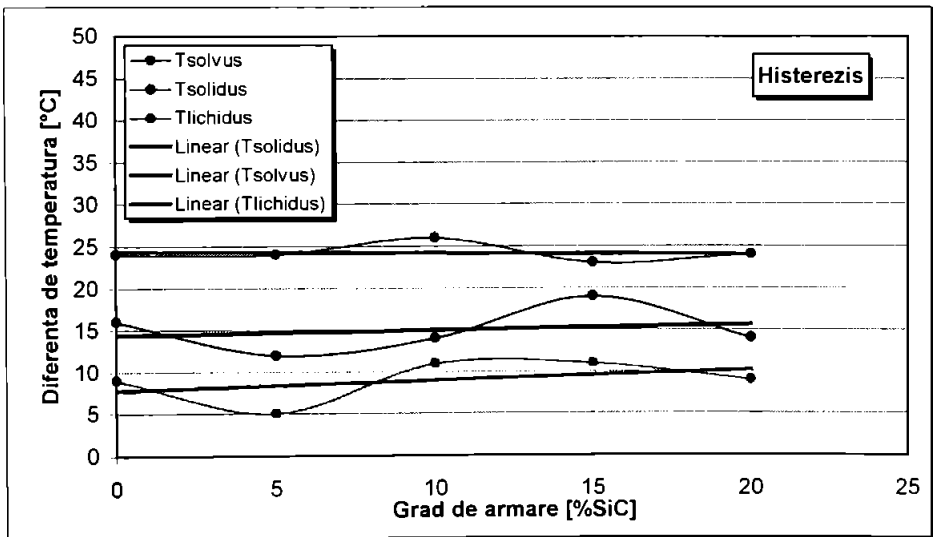
Anexa II.4 a. Poziția punctului critic T_{solvus} a compozitului, după sinterizare.



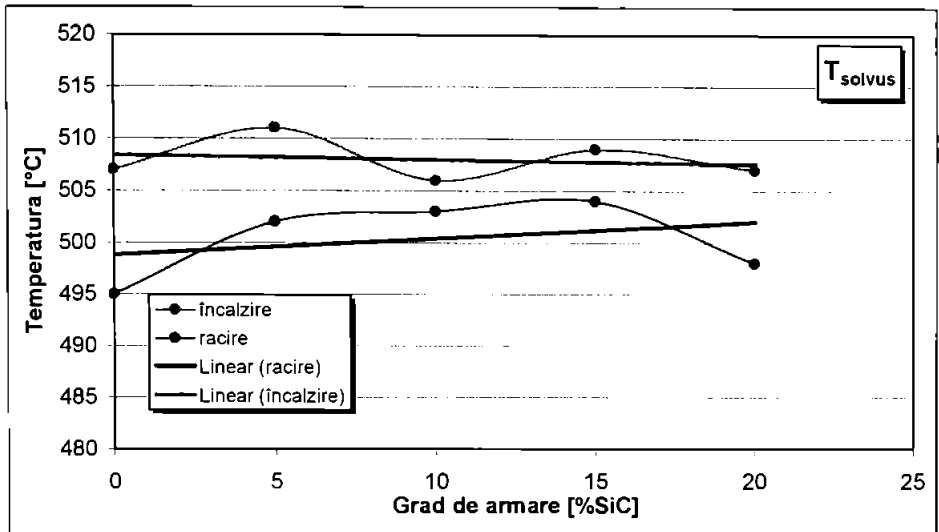
Anexa II.4 b. Poziția punctului critic $T_{solidus}$ a compozitului, după sinterizare.



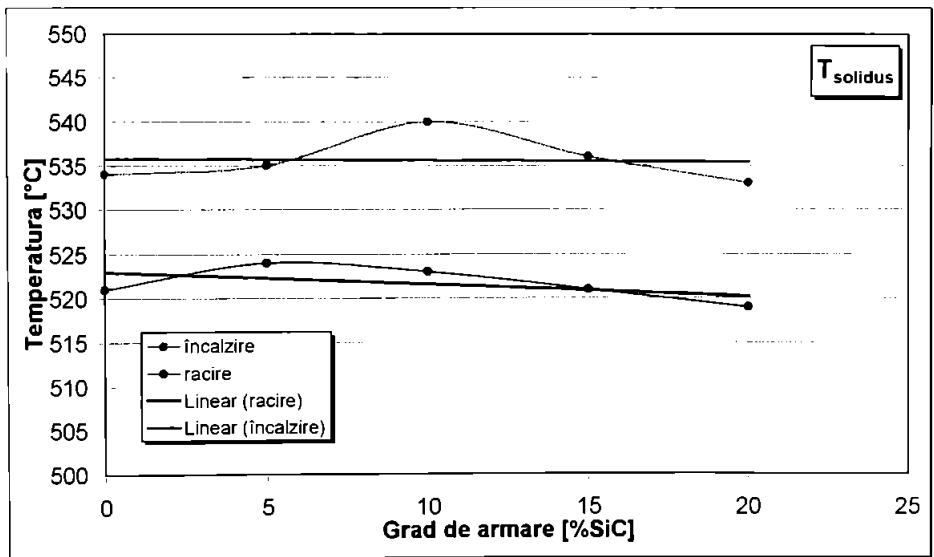
Anexa II.4 c. Poziția punctului critic $T_{lichidus}$ a compozitului, după sinterizare.



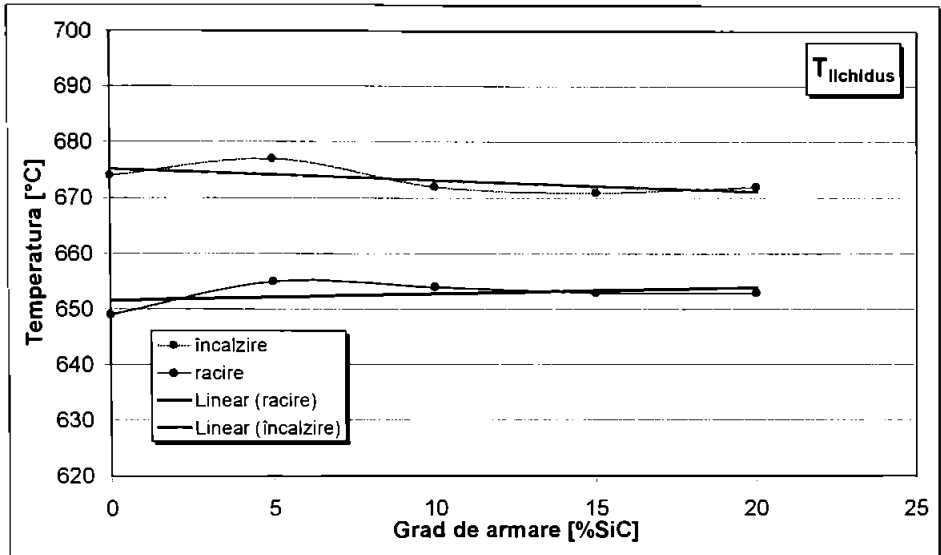
Anexa II.4 d. Histerezisul de transformare a materialului compozit, după sinterizare.



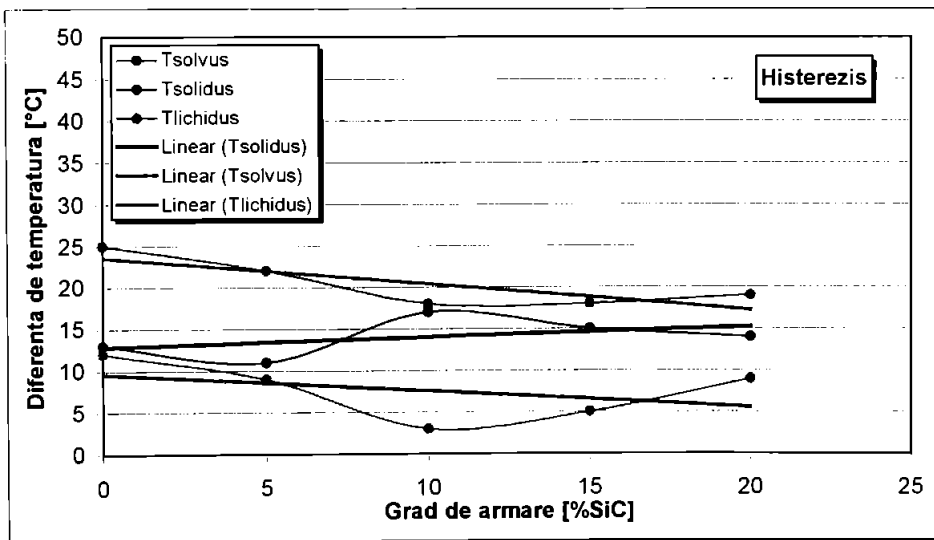
Anexa II.4 e. Poziția punctului critic T_{solvus} a compozitului, după extrudare.



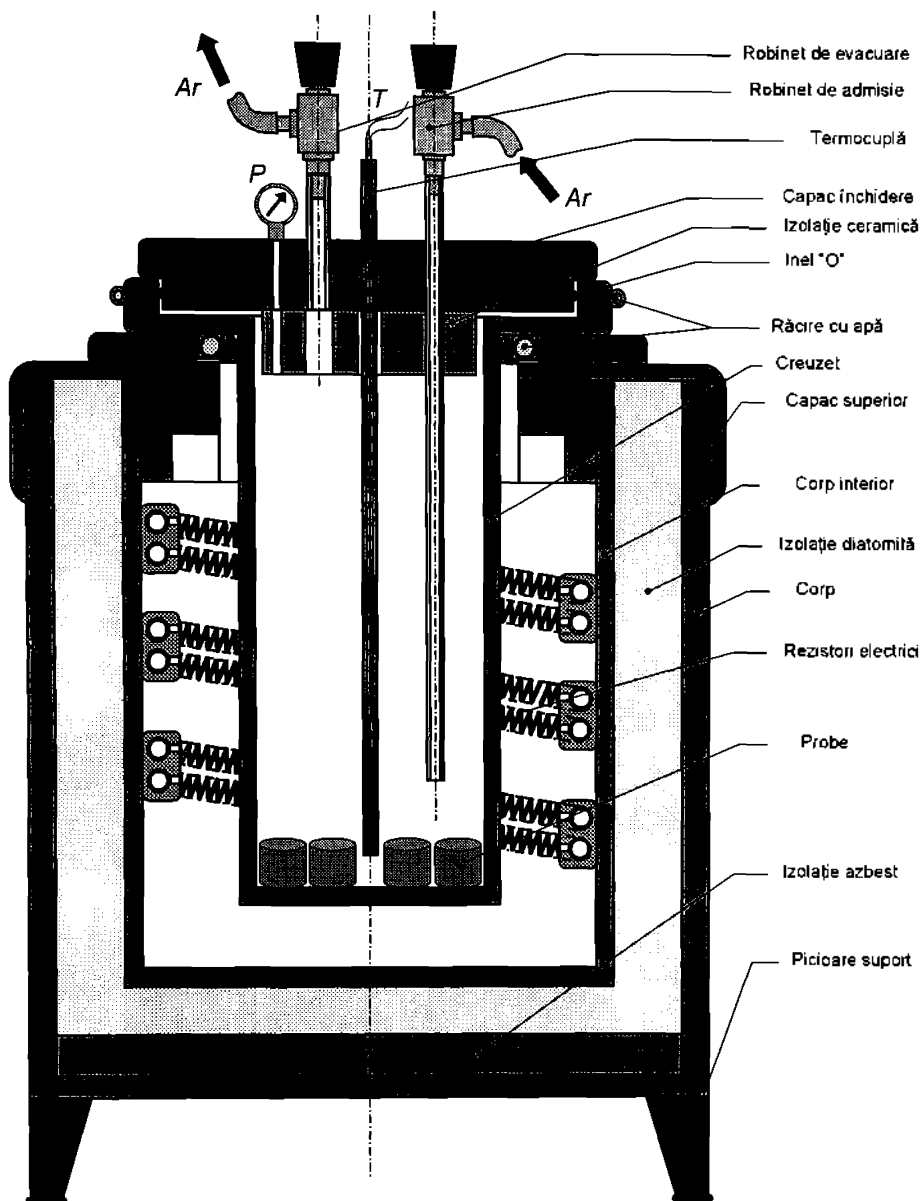
Anexa II.4 f. Poziția punctului critic $T_{solidus}$ a compozitului, după extrudare.



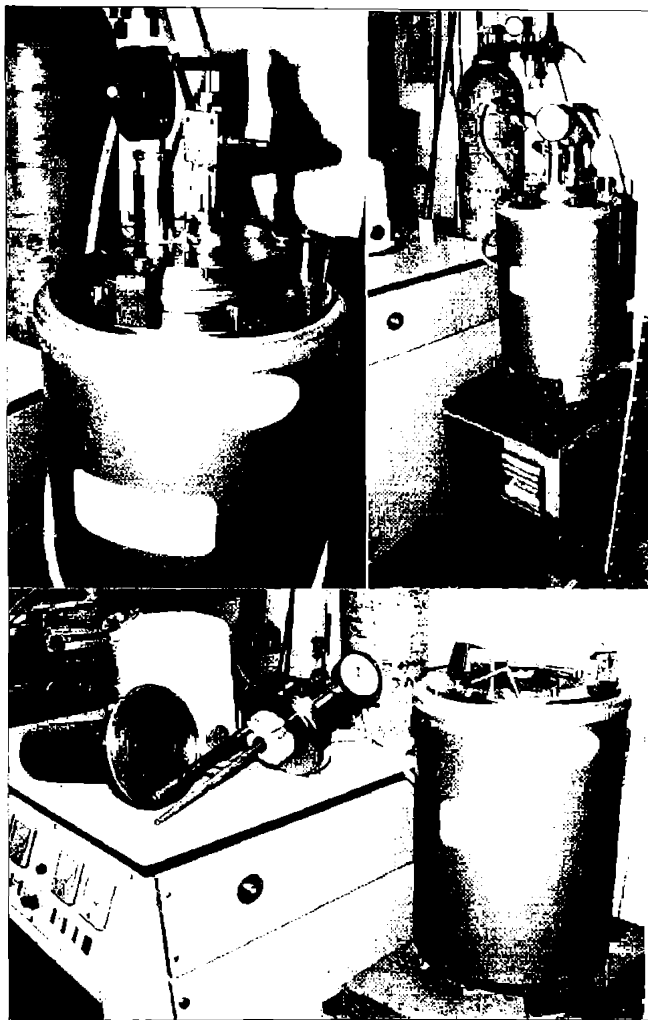
Anexa II. 4 g. Pozitia punctului critic $T_{llichidus}$ a compozitului, după extrudare.



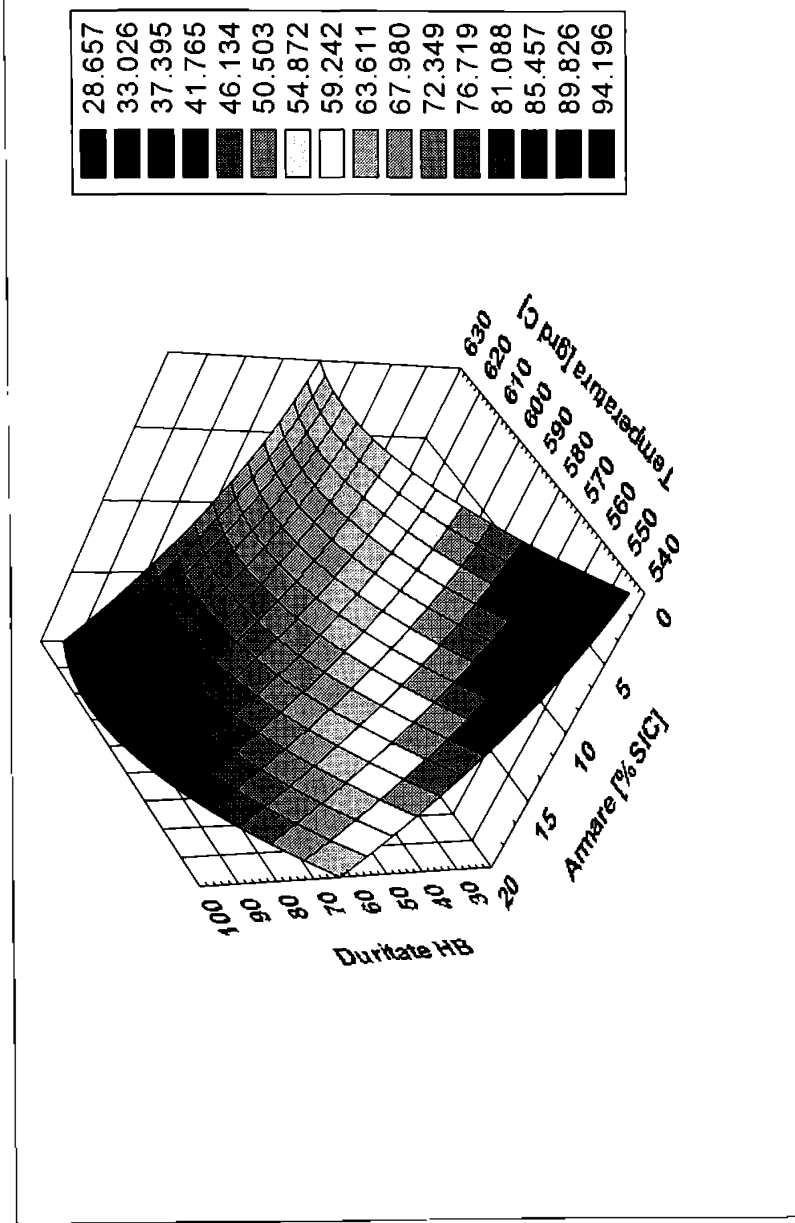
Anexa II.4 h. Histerezisul de transformare a materialului compozit, după extrudare.



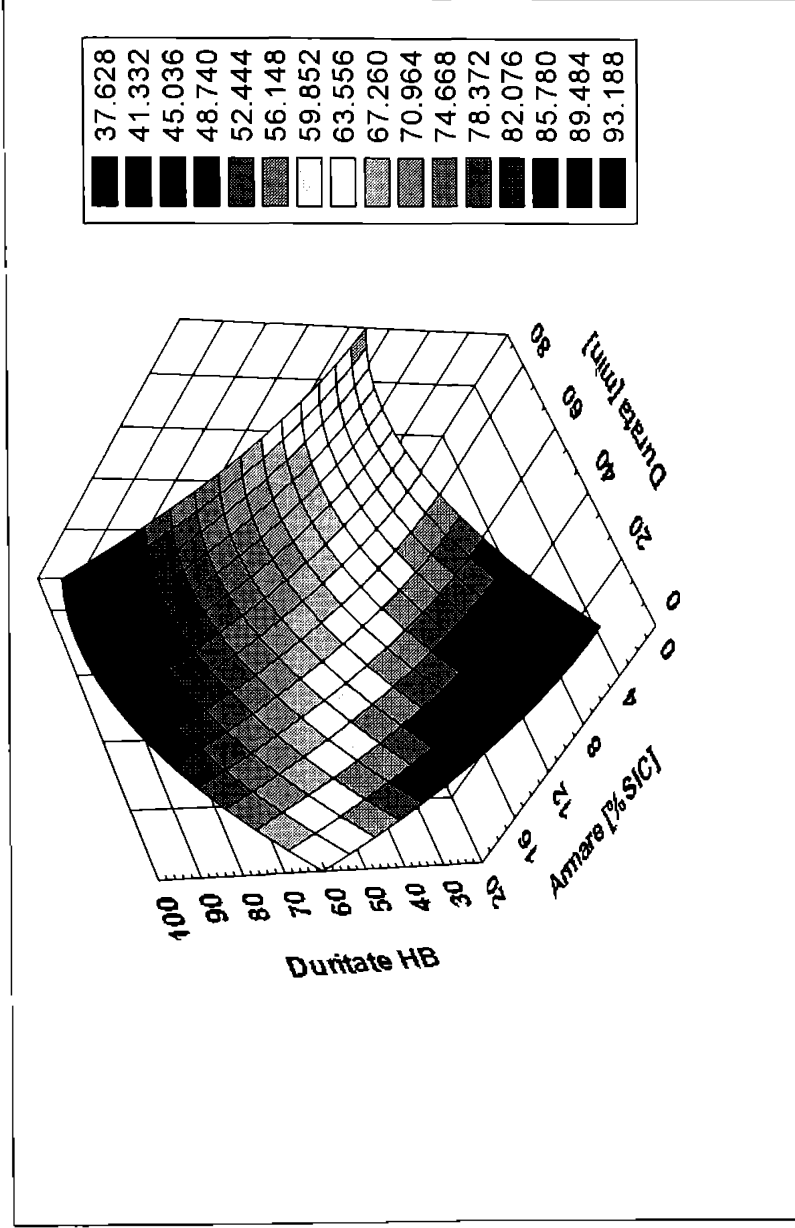
Anexa II.5. Schema constructivă a instalației de sinterizare în atmosferă protectoare.



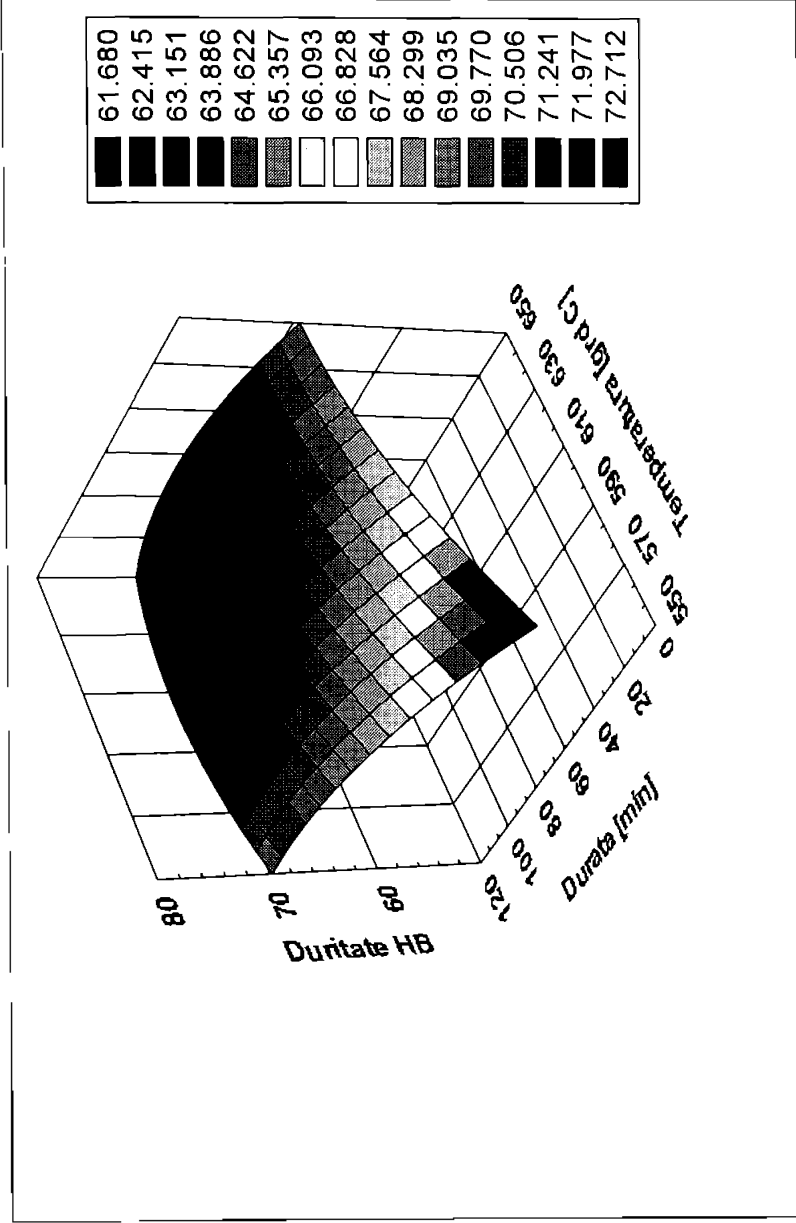
Anexa II.5. Schema constructivă a instalației de sinterizare în atmosferă protectoare



Anexa II.6 a. Curba de răspuns a durtății în funcție de procentul de armare cu SiC și temperatura.



Anexa II.6 b. Curba de răspuns a durității în funcție de procentul de armare cu SiC și durata tratamentului.



Anexa II.6 c. Curba de răspuns a durității în funcție de temperatura și durata tratamentului.

Capitolul III.

**Contribuții privind tehnologia de tratament termic
a compozitelor pe bază de aluminiu armate cu
particule ceramice**

III-1. Influența parametrilor tehnologici ai îmbătrînirii și a elementelor structurale asupra proprietăților mecanice

III-1.1. Transformări structurale în matricea metalică a materialelor compozite

III-1.1.1. Principii generale

În urma călirii de punere în soluție, aliajul metalic din care este formată matricea compozitului devine practic o soluție solidă suprasaturată, aflîndu-se în stare metastabilă, cu o energie liberă ridicată. Aliajul are o tendință accentuată de a-și scădea energia liberă, prin separarea unor precipități de fază secundară. Unele dintre aceste precipități pot apărea chiar și la temperatură ambiantă, așa cum este cazul aliajului considerat, dar tipică este separarea în urma încălzirii pe o durată acceptabilă, la o temperatură mai ridicată. Prin precipitarea dintr-o soluție solidă metastabilă, matricea trece într-o stare stabilă, însă destul de îndepărtată de echilibrul real, caracterizat de un minimum al energiei libere. Procesul de precipitare din soluție suprasaturată, realizată prin călire, se produce în mod spontan și, la fel ca în cazul relaxării sau recristalizării, se face prin eliberare de căldură. Deși pentru realizarea îmbătrînirii este de obicei necesară încălzirea, aceasta nu contrazice conceptul de natură spontană a acestor procese, deoarece încălzirea este cea care favorizează atât accelerarea difuziei cît și producerea ei într-un grad mai înalt.

III-1.1.2. Transformări structurale la îmbătrînire

Transformările structurale produse la îmbătrînire se pot rezuma la diversele stadii ale precipitării din soluția solidă, formată la călire, precipitarea fiind un fenomen difuziv, extinderea precipitării, tipul, gradul de dispersie și forma precipitatelor, precum și alte caracteristici structurale depinzînd de temperatura și durata de îmbătrînire, natura aliajului și compoziția în principalele elemente componente.

În afară de aceasta, se cunoaște că structura aliajului durificat depinde și de temperatura de încălzire, viteza de răcire la călire, deformațiile plastice înainte sau după călire, durata de depozitării înainte de îmbătrînirea termică și mulți alți factori. De asemenea se cunoaște existența unei influențe notabile datorate eventualelor impurități, fapt care se dorește a fi pus în legătură cu posibilele influențe ale particulelor ceramice de armare.

III-1.1.2.1. Tipuri de precipitate

În funcție de structura interfețelor dintre precipitate și matricea aliajului se pot distinge precipitate complet coerente, parțial coerente și incoerente (figura III-1):

- În cazul unui precipitat complet coerent (fig. III-1a), întreaga interfață cu matricea este coerentă, iar rețeaua cristalină a matricei este deformată elastic în jurul precipitatelor;
- La precipitatele parțial coerente unele dintre limitele sale sunt coerente cu matricea, în timp ce altele pot fi semicoerente (fig. III-1 b) sau chiar incoerente;
- Spre deosebire de situațiile anterioare, un precipitat incoerent nu are deloc limite coerente cu matricea.

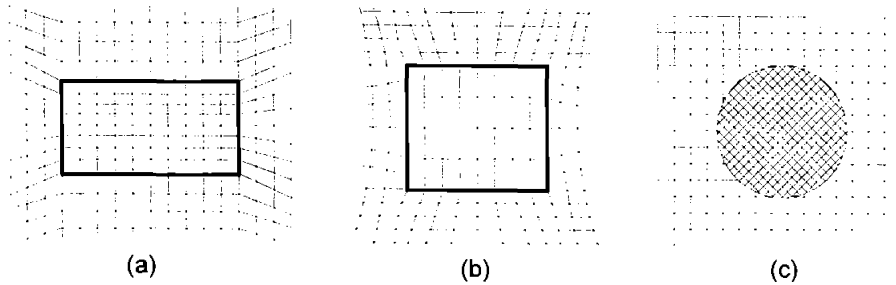


Figura III- 1. Structura schematică a matricei cu precipitate (a) coerente, (b) parțial coerente (c) incoerente.

În cazul aliajelor Al-Cu, din a cărei categorie face parte matricea compozitelor studiate, un exemplu de precipitate complet coerente îl constituie zonele Guinier – Preston (G.P.) și faza θ'' , în timp ce faza θ' este parțial coerentă, iar precipitatele CuAl_2 sunt incoerente.

Principalele forme ale precipitatelor separate din soluții solide sunt fin-lamelare (de obicei de forma unor discuri), echiaxiale (de regulă sferice sau cubice) și aciculare.

Forma precipitatelor sunt determinate de doi factori concurențiali, energia liberă și energia de deformare elastică, amândouă având tendința spre valori minime.

Minimizarea energiei libere conferă o tendință spre formare de precipități echiaxiale și cu forme limitate de fațete, cu tensiuni superficiale minime pe toate fațetele.

Energia de deformare elastică este cea mai redusă la precipitatele fine, lamelare. Astfel precipitatele vor avea finalmente o formă sau alta în funcție de factorul predominant.

În interiorul precipitatelor complet sau parțial coerente, deformările elastice, care asigură compatibilitatea pe interfețele coerente dintre rețele cristaline, se propagă de la margine spre interior, atât în matricea cât și în precipitate. Energia de deformare elastică a rețelei cristaline și a precipitatelor este cu atât mai mare cu cât diferențele structurale sunt și ele mai mari.

Când diferențele dintre diametrele atomice nu depășesc 3%, forma precipitatelor coerente este determinată de valoarea minimă a energiei libere, fiind apropiată de sferă, iar la diferențe peste 5% factorul decisiv este energia mărită a deformațiilor elastice, astfel încât se formează preponderent precipitate lamelare fine (mai des sub formă de disc).

Precipitatele coerente pot fi uneori de formă aciculară, ceea ce corespunde unei energii a deformării elastice mai mare decât cea pentru forma de disc, dar mai mică decât cea a precipitatelor echiaxiale.

Tabelul III- 1. Forma zonelor Guinier – Preston în diferite sisteme de aliaje.

Sistem	Forma zonelor Guinier – Preston	Diferența distanței atomice (%)
Al – Cu	Lamelară	3,5
Al – Mg – Si	Aciculară	5,5
Al – Cu – Mg	Aciculară	5,5

În tabelul III-1 se prezintă formele zonelor Guinier – Preston pentru sistemele apropiate de aliajul matricei metalice a compozitelor produse:

În soluțiile solide CFC, precipitatele lamelare coerente sunt localizate de obicei de-a lungul planurilor $\{100\}$ ale matricei, fapt ce poate fi explicat prin forma anizotropică a modulului de elasticitate. Astfel modulul de elasticitate normal se află la minimum de-a lungul direcției $\langle 100 \rangle$, ceea ce înseamnă că deformația este la valoarea maximă, ceea ce asigură energia de deformare cea mai scăzută.

Atunci cînd se formează un precipitat incoerent, tensiunile tangențiale lipsesc, dar cele normale apar întotdeauna, deoarece volumele specifice diferite ale matricei și ale precipitatului produc inevitabil presiuni hidrostactice. În jurul unei incluziuni rigide de dimensiuni mari apare astfel o compresiune spațială. Dacă se calculează energia produsă de o incluziune incoerentă de formă sferoidală, avînd semiaxe a , a și c , făcînd presupunerea că deformația elastică s-a produs doar în matrice, se obține dependența reprezentată în figura 2. Energia de deformare elastică are valori maxime pentru un precipitat sferic ($c/a=1$), o valoare minimă pentru unul de forma unui disc subțire ($c/a \ll 1$) și o valoare intermediară pentru o particulă aciculară ($c/a \gg 1$).

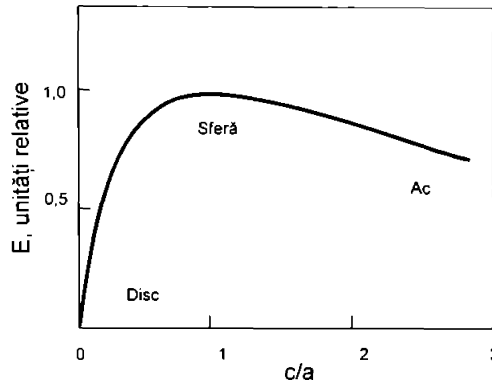


Figura III- 2. Dependența energiei de deformare elastică de raportul axelor c/a la precipitatele incoerente de formă sferoidală.

III-1.1.2.2. Precipitarea continuă și discontinuă

În cazul *precipitării continue*, în interiorul soluției suprasaturate se formează și apoi cresc precipitate individuale, formate de elementul de aliere care a suprasaturat soluția. Ca o consecință, soluția solidă este local sărăcită în elementul de aliere și apare un gradient de concentrație, în sensul indicat de săgețile din figura III-3. Coeficientul de difuzie apărut este sens negativ și se datorează, așa cum s-a dovedit unei scăderi de energie liberă. Scăderea conținutului în elementul de aliere a soluției solide suprasaturate se face pînă la o valoare a cărei limită poate fi cea de echilibru C_s și ea se produce continuu în întregul volum de material al grăuntelui inițial. Precipitarea continuă poate fi generală sau localizată:

- La precipitarea continuă generalizată, precipitățile sunt distribuite uniform în întregul volum de material, germinarea lor făcîndu-se omogen sau eterogen, în cel de al doilea caz un rol important revenind elementelor care favorizează în general aceste fenomene: vacanțe, dizlocații, noduli etc. Din această perspectivă, apare posibilitatea influențării acestui fenomen de către particulele ceramice de armare, înglobate în matricea metalică. Așa cum s-a arătat în capitolul I, coeficienții de dilatație termică diferiți ai matricii metalice și ai particulelor ceramice sunt sursa unor importante tensiuni interne, generatoare a unei densități mari de dizlocații, ce apare ca și cauză principală a durificării materialului compozit. În acest context la aliajele care prezintă un asemenea tip de precipitare este de așteptat ca separările să se facă mai rapid și într-un număr sporit de zone;
- Dacă precipitarea continuă se face localizat, atunci distribuția precipitatelor în masa metalică este neuniformă. Produsele precipitării pot să apară la limitele de grăunte sau

subgrăunte, pe benzile de alunecare a materialului, germinarea fiind întotdeauna eterogenă, făcând de asemenea foarte probabilă, în cazul compozitelor, o puternică influență a elementelor de armare ceramice, prin numărul mare al defectelor de rețea pe care le produc prin înglobare.

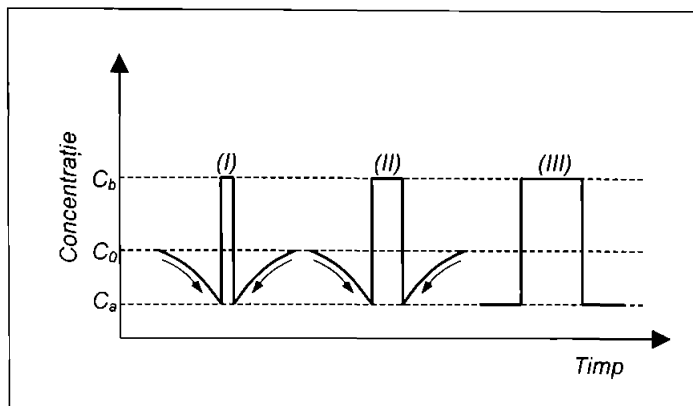
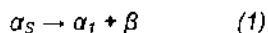


Figura III- 3. Evoluția distribuției elementului de aliere la precipitarea continuă.

La precipitarea discontinuă sau celulară în interiorul soluției suprasaturate germinează și crește un amestec de noi faze, celulele astfel formate având adesea aspect de perlită. Reacția structurală este de forma:



Faza nou formată α_1 are aceeași rețea ca și α_s , dar are o compoziție de echilibru sau intermediară între cea inițială și cea de echilibru, iar compoziția medie a amestecului $\alpha_1 + \beta$ este aceeași cu a fazei inițiale α_s .

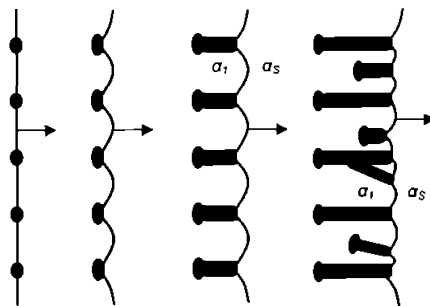


Figura III- 4. Schema formării celulelor prin precipitare discontinuă.

Procesul are loc prin deplasarea unui front de formare a celulei în interiorul soluției suprasaturate, iar compoziția inițială a acestei soluții solide rămâne neschimbată, pînă la dispariția ei completă. Frontul de înaintare a reacției corespunde unui salt brusc de concentrație de la valoarea corespunzătoare lui α_s la cea a lui α_1 din interiorul celulei.

motiv pentru care acest tip de precipitare se numește discontinuu în contrast cu cea continuă la care gradientul de concentrație este mult mai lin, concentrația inițială a elementului de aliere scade treptat ca urmare a acumulării lui în anumite zone. De asemenea constanta reticulară scade brusc de o parte și de alta a frontului de formare a celulelor, corespunzător celor două forme ale soluției solide α_S și α_1 .

Precipitarea discontinuă este inițial de cele mai multe ori localizată într-un grăunte și începe la limitele sale. Orientarea fazei α_1 diferă de cea a fazei α_S din care provine, din interiorul aceluiași grăunte în care crește, dar are aceeași orientare cu cea a grăuntelui învecinat, de cealaltă parte a limitei de la care a germinat. Din acest motiv ea poate privită ca o mișcare a unei limite intergranulare, către grăuntele care este consumat. În timp ce o limită de grăunte migrează, un precipitat al elementului dizolvat apare în apropierea lui sub forma unei particule, care fixează local limita. Atunci cînd migrează mai departe, limita se încovoiește între precipitate, acestea din urmă fiind alungite în timpul creșterii, urmînd mișcarea limitei de grăunte. Aceste evoluții sunt prezentate schematic în figura III-4.

Acest tip de precipitare a fost explicat și sub forma unui alt mecanism de formare: concentrația elementului de aliere B la capătul unor formațiuni de α_1 și β , scade, respectiv crește (deoarece este β îmbogățită iar α_1 este sărăcită). Similar cu creșterea nodului de perlită în austenită, dezvoltarea în cooperare a unei celule bifazice la precipitarea difuzivă, va produce redistribuirea difuzivă a componentelor de-a lungul unei interfețe dintre matrice și celulă. Dacă la precipitarea continuă creșterea precipitatelor este controlată de difuzia volumică, normală pe suprafața precipitatului, la cea discontinuă are loc localizat o difuzie mult mai intensă decît cea volumică, însă lungimea de difuzie este mult mai scurtă, datorită distanței mici între plăcile monofazice din celulă. Din această cauză difuzia se desfășoară rapid, chiar la temperaturi scăzute, cînd precipitarea prin difuzie volumică este foarte lentă sau chiar blocată. Distanța dintre plăci în interiorul celulei este cu atît mai mică cu cît temperatura de îmbătrînire este scăzută.

Precipitarea continuă și cea discontinuă sunt fenomene concurențiale, care se dezvoltă în competiție. Raportul între ele are următoarele particularități:

- precipitarea discontinuă este favorizată de o mai mare probabilitate a germinării eterogene la limitele de grăunte, fața de cea în interiorul grăuntelui;
- de asemenea coeficienții de difuzie mai mari la limitele de grăunte și o mai mare mobilitate a acestor limite vor activa o precipitare discontinuă, prin formarea a noi centre de germinare;
- adăosurile care încetinesc difuzia la limitele de grăunte sau precipitățile de fază în exces la aceste limite, care împiedică migrarea acestora vor avea un efect contrar, favorizînd mai degrabă o precipitare continuă;
- procesele bazate pe deformații sau altele, care duc la formarea a noi limite de grăunte sau le extind pe cele existente inițial, produc de asemenea în mai mare măsură precipitare discontinuă; același efect este realizat și de redistribuirea și amplificarea datorită deformației a dizlocațiilor existente în soluția suprasaturată;
- în aliajele ecrusate frontul de dezvoltare a celulelor bifazice "mătură" dizlocațiile din soluția suprasaturată, producînd stimulul pentru precipitarea discontinuă, prin mecanism termodinamic, datorită scăderii energiei libere;
- în același timp ecrusarea în sine favorizează precipitarea continuă în toată masa grăunților inițiali, iar particulele formate încetinesc depășirea la limita celulelor bifazice în timpul precipitării discontinue; care dintre tipurile de precipitare vor prevala depinde mai ales de deformare și temperatura de îmbătrînire.

III-1.1.3. Stadiile transformării la durificarea prin precipitare

III-1.1.3.1. Formarea zonelor Guinier-Preston (GP)

Aliajele de genul celui folosit la producerea compozitului, pe bază de Al, avînd ca elemente de aliere Cu și în măsură mai mică Si și Mg, au imediat după călire o rezistivitate electrică crescută. Aceasta se poate explica prin aglomerări ale elementelor de aliere, care se formează în soluția solidă suprasaturată și care disipează undele electronice. După toate probabilitățile unele agregări se formează chiar în timpul călirii. Dimensiunile lor inițiale sunt foarte mici, astfel încît nu pot fi depistate prin metode structurale. După o anumită perioadă de timp aceste agregări cresc la dimensiuni suficient de mari pentru a produce modificări spectrale la difracția cu raze X. Cînd au asemenea dimensiuni detectabile ele se numesc zone Guinier – Preston (zone GP). Ele au aceeași rețea cristalină ca și metalul de bază, în cazul de față aluminiul, dar diferențele de diametre atomice între metalul de bază și elementele de aliere produc modificări locale ale distanțelor între plane. În figura III-5 se arată modelul propus de V. Gerold pentru zonele GP ale aliajului Al – Cu.

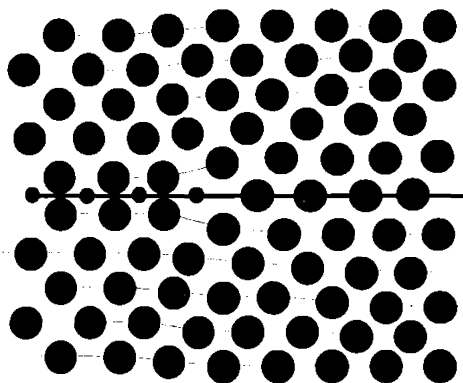


Figura III- 5. Modelul structural al soluție solide de Cu în Al cu zone G.P (după V. Gerold)

Atomii de cupru ocupă unul dintre planele $\{1\ 0\ 0\}$, iar planele paralele cu acesta, în ambele părți sunt compuse din atomi de aluminiu. Deoarece diametrul atomic al cuprului este mai mic decît cel al aluminiului, planele formate din atomi de aluminiu sunt deplasate față de cel format numai din atomi de cupru. Deplasarea straturilor atomice de la poziția normală scade pe măsură îndepărtării de centrul zonei G.P. și în conformitate cu modelul prezentat, cel de al patrusprezecelea strat atomic, pe ambele părți ale planului central rămîne intact. Datorită diferenței importante dintre diametrele atomice ale cuprului și aluminiului, care produce o deformare elastică importantă a rețelei, zonele G.P. formate la aliajele aluminiu – cupru sunt lamelare fine sau în formă de disc.

Mărimea zonelor G.P. depinde gradul precipitării, care este determinat la rîndul său de durata și temperatura îmbătrînirii. La aliajele de aluminiu, avînd ca principal element de aliere cuprul, atunci cînd zonele G.P. au formă de disc, diametrul lor este în jur de 100 Å. Formarea aglomerărilor are la bază fenomenul de difuzie, fiind în legătură cu deplasarea

^{*} engl. cluster.

atomilor elementelor de aliere în interiorul rețelei de bază. Caracteristica esențială a formării de aglomerări este mobilitatea deosebită a atomilor elementelor dizolvate, chiar la temperaturi scăzute, uneori sub 0°C.

Viteza de difuzie neobișnuit de mare constatată la formarea de aglomerări din timpul îmbătrînirii poate fi atribuită suprasaturării din timpul răcirii rapide, cu formarea a numeroase vacanțe. Concentrația de echilibru a vacanțelor la temperatura de călire este cu mai multe ordine de mărime mai mare decât cea de la temperatura de îmbătrînire. În timpul răcirii pentru călire un număr apreciabil de vacanțe nu au timp să dispară, prin anihilare, iar soluția solidă devine suprasaturată în vacanțe, la fel cum este suprasaturată în elemente de aliere. Deoarece în soluțiile de substituție difuzia este însoțită de deplasarea vacanțelor, cele formate la călire accelerează foarte mult migrarea elementelor de aliere, astfel că viteza de formare a aglomerărilor este foarte mare chiar la temperaturi scăzute. Pe măsură ce temperatura de încălzire în vederea călirii crește se va mări și gradul de suprasaturare în vacanțe și implicit va crește și viteza de formare a aglomerărilor. Un efect opus se obține la scăderea vitezei de răcire, deoarece un număr mai mare de vacanțe au timp să fie anihilate în timpul călirii, prin dizlocații, limite de grăunte sau suprafețele libere ale probei.

Rezistivitatea electrică a materialului crește rapid în primele câteva zeci de minute ale îmbătrînirii (reacție rapidă), după care crește lent pentru o perioadă de timp apreciabilă (reacție lentă). În timpul acestei creșteri lente viteza de difuzie care asigură formarea zonelor G.P. rămâne anormal de ridicată. Principala dificultate teoretică este de a explica de ce un surplus apreciabil de vacanțe produse la călire rămân în metal pentru un timp îndelungat (multe ore sau chiar zile), chiar în prezența unor numeroase surse de anihilare (dizlocații și limite) disponibile. Această dificultate teoretică poate fi depășită prin adoptarea următoarei ipoteze:

- vacanțele sunt combinate cu atomii ai elementelor de aliere, formând complexe. La apropierea de o zonă, complexul se disociază într-o vacanță și un atom al elementelor de aliere, ultimul fiind atașat zonei;
- o concentrație sporită de vacanțe la limita zonei, produce migrarea dizlocațiilor spre matrice, unde întâlnesc atomii ai elementelor dizolvate, formând noi complexe.
- concentrația complexelor fiind mai ridicată spre margini decât în interior complexe migrează spre zonă, unde disociază cedând zonei un atom al elementelor de aliere, ș.a.m.d.

Zona funcționează ca o pompă, ea atrăgând atomii elementelor dizolvate și trimițând vacanțe spre matrice. O parte dintre vacanțele libere sunt anihilate de către diversele surse, motiv pentru care viteza de difuzie, care produce formarea și creșterea zonelor G.P. scade în timp.

Atunci când se discută natura zonelor G.P., ele sunt de regulă comparate cu fazele intermediare metastabile. Se subliniază de obicei că zona G.P. este o porțiune a soluției solide care este îmbogățită în elementul dizolvat, mai degrabă decât o nouă fază. În opoziție cu fazele intermediare, care au propria lor rețea cristalină, zonele G.P. au aceeași rețea ca și soluția solidă de bază, deformată însă, datorită diferențelor dintre diametrele atomice ale metalului de bază și ale elementelor de aliere. De asemenea nu există o interfață distinctă între zona G.P. și soluția solidă înconjurătoare. În unele aliaje zonele G.P. se formează fără o perioadă de inducție, adică imediat după sau chiar în timpul călirii, în timp ce fazele intermediare sau cele stabile apar doar după o anumită perioadă de inducere. Toate acestea arată cu claritate că zonele G.P. diferă de fazele intermediare sau stabile.

În contradicție cu abordarea structurală, prezentată în cele de mai sus, care consideră zonele G.P. ca fiind precipitate, ele pot fi privite din punct de vedere termodinamic ca faze

metastabile independente, care sunt intermediare între soluția matricei și fazele stabile. Această interpretare rezultă din numeroase trăsături specifice ale comportării zonelor G.P.

- În mod distinct față de fluctuațiile de concentrație care apar sau dispar continuu datorită agitației termice, zonele G.P. rămân stabile un timp mai îndelungat (pe timp nedefinit la temperaturi joase).
- De asemenea este un fapt stabilit experimental acela că mărimea zonelor G.P. crește în timp pe parcursul îmbătrînirii, zonele mai mari crescînd pe seama celor mai mici care se dizolvă, asemănător coagulării particulelor de fază stabilă.
- Compoziția zonelor G.P. la o anumită temperatură este independentă de compoziția aliajului.
- În sfîrșit, ca o concluzie de cea mai mare importanță, într-un sistem binar zonele G.P. au propria lor linie *solvus*, așa cum rezultă din figura III-6.

Semnificația acestei linii este aceea că zonele se pot forma doar printr-o subrăcire a soluției solide sub această linie. De asemenea dacă zonele G.P. sunt prezente în matricea aliajului, ele se dizolvă prin încălzire la o temperatură aflată deasupra liniei *solvus*, în analogie perfectă cu precipitarea și dizolvarea fazelor stabile.

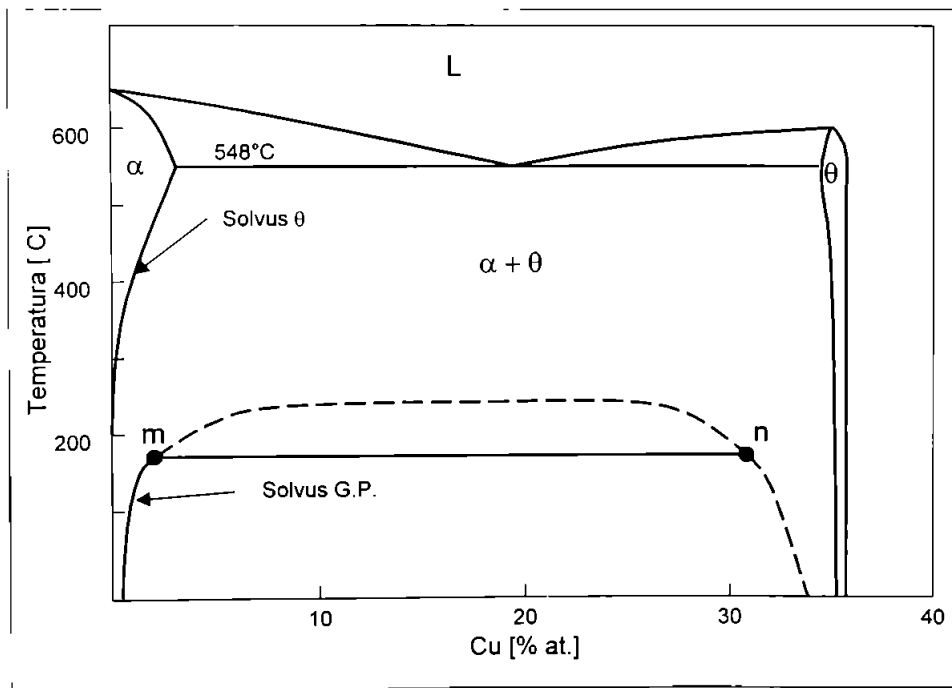


Figura III- 6. Diagrama de echilibru Al – Cu cu linia solvus a zonelor G.P.

Din acest motiv zonele G.P. pot fi considerate ca faze secundare aflate în echilibru metastabil cu soluția solidă. Pentru orice temperatură inferioară liniei *solvus* se poate trasa o dreaptă (de exemplu cea notată *mn*) care va uni punctul ce determină compoziția zonei G.P. la acea temperatură (*n* - partea dreaptă a curbei), cu un punct ce va determina compoziția soluției solide sărăcitate în elementul de aliere, ca urmare a formării aglomerărilor din zonele G.P. (*m* - partea stîngă a curbei). Soluția sărăcită în elemente de

aliere și zonele G.P. pot fi privite în acest caz ca faze metastabile formate dintr-o soluție solidă omogenă.

Zonele G.P. diferă în ceea ce privește structura limitelor care le desparte de matrice, ele fiind precipitări complet coerente cu soluția solidă, motiv pentru care limitele sunt difuze.

Mecanismul formării zonelor G.P. este încă insuficient studiat. Densitatea de dizlocații dintr-un aliaj recristalizat și călit este $10^7 - 10^8$ dizl./cm³, iar în cazul germinării eterogene prin dizlocații numărul de zone G.P. pe unitatea de suprafață ar trebui să fie apropiat. În fapt densitatea de precipitări G.P. este de 10^{16} pe unitatea de volum și de 10^{12} pe unitatea de suprafață. Din acest motiv se presupune că germinarea omogenă este tipică pentru formarea acestor aglomerări.

Dacă zona G.P. este privită ca o fază distinctă, atunci energia liberă se modifică la germinarea ei cu următoarea valoare:

$$\Delta F' = \Delta F'_i + \Delta F'_s + \Delta F'_e \quad (2)$$

În relația de mai sus s-a notat prin $\Delta F'_V$ scăderea de energie liberă relativă la volumul noii faze formate, iar $\Delta F'_e$ componenta datorată energiei de deformare elastică, produsă prin apariția fazei într-o matrice elastică. De asemenea prin $\Delta F'_s$ s-a notat modificarea de energie liberă produsă prin formarea interfeței cu noua fază. În cazul de față formându-se un precipitat coerent, se poate considera $\Delta F'_s = 0$, motiv pentru care și valoarea totală ΔF este mică, ceea ce semnifică că bariera energetică ce se opune formării acestor precipitate este redusă, apariția lor făcându-se cu ușurință, la un grad de suprasaturare suficient de mare, imediat după sau în timpul călirii. Importanța practică a acestui fapt este aceea că zonele G.P. germinează cu ușurință în toată masa soluției solide suprasaturate și produce precipitare uniformă, cu o densitate mare a precipitatelor.

III-1.1.3.2. Precipitarea fazelor intermediare și a fazelor stabile

Aliajul folosit în prezentul studiu, la fel ca și celelalte aliaje durificabile pe bază de aluminiu formează faze metastabile din soluția suprasaturată, ca etapă intermediară între soluția solidă și fazele stabile. În unele sisteme, mai ales cele complexe, pot coexista mai multe faze metastabile. În tabelul următor sunt prezentate fazele de precipitare pentru sistemele de aliaje înrudite aliajului folosit în producerea matricei compozitului metalic.

Tabelul III- 2. Stadiile de precipitare în soluțiile suprasaturate din sistemele de aliaje ale Al.

Sistem	Stadiile de precipitare
Al – Cu	Zone G.P. → $\theta'' \rightarrow \theta' \rightarrow \theta$ (CuAl ₂)
Al – Mg	Zone G.P. → $\beta' \rightarrow \beta$ (Al ₃ Mg)
Al – Cu – Mg	Zone G.P. → $S' \rightarrow S$ (Al ₂ CuMg)
Al – Cu – Mg – Fe – Ni	Zone G.P. → $S' \rightarrow S$ (Al ₂ CuMg)
Al – Mg – Si	Zone G.P. → $\beta' \rightarrow \beta$ (Mg ₂ Si)
Al – Zn – Mg	Zone G.P. → $\eta' \rightarrow \eta$ (MgZn ₂) → T (Al ₂ Mg ₃ Zn ₃)
Al – Zn – Mg – Cu	Zone G.P. → $\eta' \rightarrow \eta$ (MgZn ₂)

Energia liberă a fazelor metastabile este mai ridicată decât a celor stabile, astfel încât germinarea unei faze metastabile produce o scădere energiei libere volumice (sau "chimice"), reprezentată de termenul $\Delta F'_V$ din relația (2). Precipitarea unei faze intermediare, în locul uneia stabile se datorează faptului că prima dintre ele are o energie liberă superficială $\Delta F'_s$ mult mai mică, la limita cu matricea formată din soluția solidă respectivă este necesară o creștere mult mai mică a $\Delta F'_s$ pentru formarea noii faze. De aceea o caracteristică importantă a fazelor intermediare formate la îmbătrânire este aceea

că cel puțin una dintre limite între matrice și precipitat este coerentă, fapt care se observă în cazul concret al fazelor formate în sistemul complex Al-Cu-Mg-Si.

În Anexa III.3 se prezintă sub formă schematică celulele elementare ale fazei stabile θ (CuAl_2) și ale fazelor intermediare metastabile θ' și θ'' . De asemenea este figurată și celula elementară a aluminiului, care aproximează structura soluției solide, neglijând atomii de cupru din soluția solidă α care reduc într-o oarecare măsură constanta reticulară:

- **Faza stabilă θ** are o structură tetragonală având constantele reticulare $a = 6,07 \text{ \AA}$ și $c = 4,87 \text{ \AA}$. Structura fazei θ în planele (001), (010) și (100) diferă apreciabil de structura matricei, motiv pentru care această fază este complet incoerentă.
- Matricea **fazei intermediare θ''** este de asemenea tetragonală, cu o compoziție corespunzând la CuAl_2 . În această structură, unele plane sunt ocupate exclusiv de către atomi de aluminiu, iar celălalte doar de către atomi de cupru. Precipitățile de θ'' sunt complet coerente, planele (001) corespunzând perfect matricei de aluminiu (constanta reticulară a fazei θ'' este $a = 4,04 \text{ \AA}$, identică cu cea a aluminiului). De-a lungul planelor (010) și (100) coerența este asigurată prin importante deformări elastice, distanța între plane fiind redusă lângă straturile ocupate de către atomii de cupru ($1,82 \text{ \AA}$ în loc de $2,02 \text{ \AA}$). Câmpul de tensiuni elastice din jurul fazei θ'' joacă un rol important în durificarea la îmbătrânire.
- **Faza θ'** cristalizează în sistemul tetragonal cu $a = 4,04 \text{ \AA}$ și $c = 5,80 \text{ \AA}$, compoziția sa corespunzând lui CuAl_2 . Precipitatele au formă de disc, având limită coerentă cu matricea de-a lungul planului (001), rețelele corespunzând perfect. Nepotrivirea structurală dintre θ' și matrice de-a lungul planelor (100) și (010) este apreciabilă, limitele fiind semicoerente. Pe ansamblu precipitatele θ' sunt parțial coerente, câmpul de tensiuni elastice fiind mai redus decât în jurul lui θ'' sau a zonelor GP.

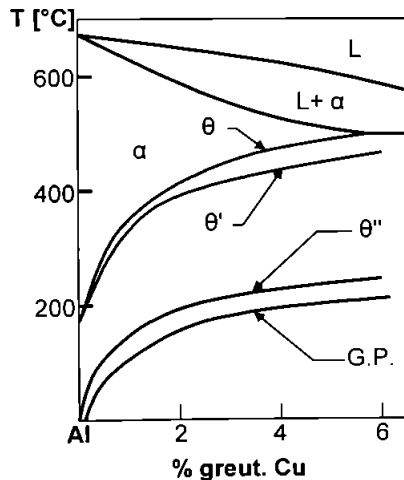


Figura III- 7. Linile solvus ale zonelor G.P., ale fazelor intermediare și a celei stabile din sistemul Al-Cu.

În ceea ce privește formarea și creșterea fazelor intermediare sau stabile se pot face următoarele considerații:

- Spre deosebire de zonele GP care germinează predominant omogen, fazele intermediare și cele stabile germinează eterogen. Localizările preferate de apariție a fazelor intermediare sunt dizlocațiile individuale, limite de grăunte la unghi mic, defecte

- de împachetare, vacanțe etc., respectiv zonele G.P. germinate anterior.
- Fazele stabile germinează preferențial pe limitele la unghi mare sau aglomerări de vacanțe. De asemenea fazele stabile mai apar pe seama unor faze intermediare formate anterior.
 - Germinarea precipitatelor de faze intermediare la dizlocații este facilitată mai ales datorită faptului că incompatibilitatea structurală dintre nucleul nou format și soluția solidă este parțial sau complet compensată de dilatații sau compresii lângă muchia planului suplimentar apărut. Precipitatul se formează pe o astfel de direcție încît să compenseze cîmpul de tensiune al dizlocației. Componenta ΔF_{el} din relația (2), care are în general efect inhibitor asupra germinării, este mică sau poate fi chiar negativă, astfel încît stimulează germinarea.
 - La germinarea unor precipitate incoerente, formate din faze stabile, componenta hotărîtoare în relația (2) este ΔF_s . Această componentă care inhibă germinarea are tendința de scădere, astfel încît este facilitată formarea unui precipitat incoerent la limitele de grăunte sub unghi mare. Energia superficială a precipitatelor coerente sau semicoerente este simțitor mai mică decît a celor complet incoerente, dar în acest caz componenta ΔF_{el} și nu ΔF_s este cea hotărîtoare pentru evoluția energiei libere descrise de relația (2).
 - Dizlocațiile și limitele de grăunte sunt localizări preferate ale germenilor de precipitate și datorită faptului că segregările atomilor elementelor de aliere se formează mai ales la dizlocații sau limitele de grăunte la unghi mare. Deoarece fazele intermediare și cele stabile se caracterizează prin concentrații crescute în elemente de aliere, ele se formează cu ușurință în zone ale matricei care sunt deja îmbogățite în elemente dizolvate.

Solubilitatea fazelor metastabile este întotdeauna mai ridicată decît cea a fazelor stabile. Astfel cea a zonelor G.P. este mai mare decît a lui θ'' , cea a lui θ'' mai mare decît a lui θ' , iar θ' are solubilitatea în soluția solidă mai mare decît cea a lui θ . Valorile corespunzătoare sistemului Al-Cu sunt prezentate în figura III-7.

III-1.1.3.3. Cinetica și succesiunea precipitării la îmbătrînire

Sucesiunea formării diferitelor faze la îmbătrînire este determinată de bariera energetică la germinarea unei noi faze, mai mult decît nivelul de energie liberă volumică realizabil. Barierea de energie pentru germinarea unei noi faze, echivalentă cu lucrul mecanic necesar formării unui nucleu critic (ΔF_{cr}), fără componentă elastică, este o treime din energia superficială, conform relației:

$$\Delta F_{cr} = \frac{1}{3} s \cdot \gamma \quad (3)$$

unde s este aria suprafeței cristalului, iar γ este energia liberă pe unitatea de suprafață (tensiunea superficială). Energia superficială este minimă în cazul zonelor G.P. și maximă la precipitatele incoerente ale fazei stabile:

$$\Delta F_{cr}^{\theta'} < \Delta F_{cr}^{\theta''} < \Delta F_{cr}^{\theta} < \Delta F_{cr}^{\theta} \quad (4)$$

La îmbătrînire bariera energetică la germinare precipitatelor se datorează deformării elastice a rețelei cristaline, precum și formării unei interfețe. Deformația elastică la germinarea fazelor parțial coerente de tip θ' și θ'' poate fi mai mare decît cea corespunzătoare precipitatelor incoerente θ . În acest caz inegalitățile de tipul celor din relația (4) sunt satisfăcute dacă se înregistrează surplusuri ale energiei superficiale, care să contrabalanseze posibilele pierderi de energie prin deformare elastică.

Rata germinării este dată de relația următoare:

$$J = A \cdot e^{-\frac{\Delta F_{cr}}{kT}} e^{-\frac{Q}{kT}} \quad (5)$$

în care A este o constantă independentă de temperatură, k este constanta lui Boltzmann, T temperatura, iar Q energia de activare a difuziei elementului care are cea mai mică viteză de difuzie.

O valoare mai ridicată a lui J va reduce perioada de inducere a precipitării, detectabilă printr-o anumită metodă. Odată cu creșterea temperaturii de îmbătrânire, perioada de inducere a precipitării scade mai întâi ca urmare a creșterii mobilității prin difuzie, apoi crește datorită scăderii gradului de suprasaturare a soluției solide, relativ la o anumită fază. Caracterizarea acestei comportări se face prin *curbele C* prezentate schematic în figura III-8.

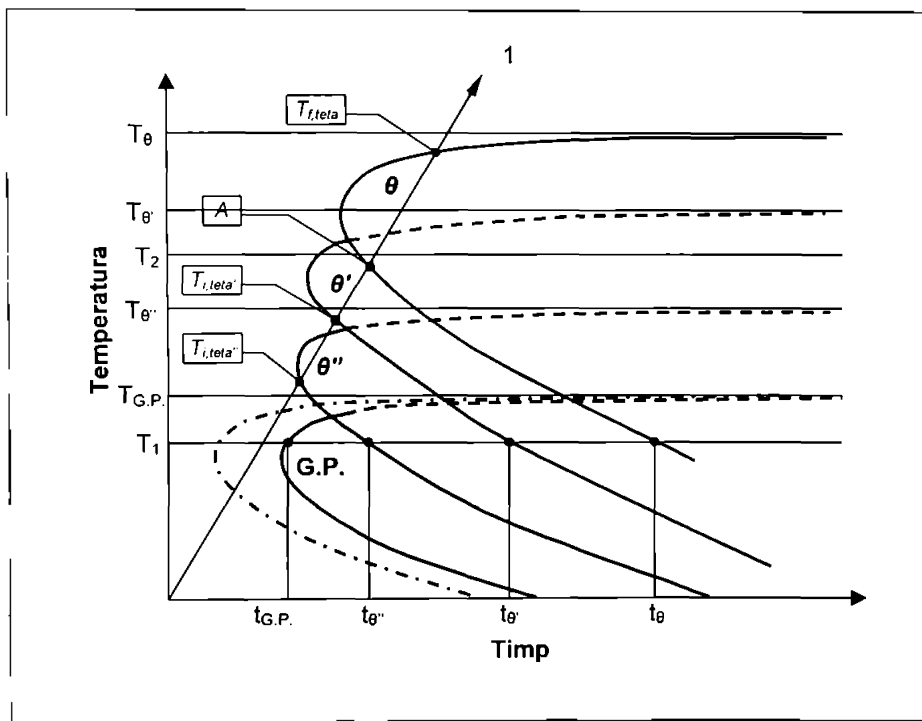


Figura III- 8. Reprezentarea schematică a curbelor *C*, de formare din soluția suprasaturată a zonelor G.P., a fazelor intermediare și a celei stabile

Ramurile superioare ale curbelor *C* se apropie asimptotic de temperaturile *solvus* respective $T_{G.P.}$, $T_{\theta'}$, $T_{\theta''}$, și T_{θ} .

Pentru o temperatură de îmbătrânire dată, respectiv la o anumită mobilitate a atomilor, viteza de precipitare dată de relația (5) este determinată de valoarea ΔF_{cr} . Precipitatele care necesită cel mai mic lucru mecanic de formare a nucleului critic apar mai întâi, după care apar succesiv cele cu valori mai mari ale acestei mărimi.

Cele afirmate mai sus sunt în legătură directă cu regula generală care stabilește că pe măsură ce gradul de suprasaturare al soluției solide este mai ridicat cu atât numărul de transformări intermediare este mai mare. De asemenea scăderea conținutului în elemente

de aliere, care reduce gradul de suprasaturare al soluției solide, produce de asemenea scăderea numărului de faze intermediare care apar.

Sucesiunile prezentate în (6) și (7) nu sunt în mod general obligatorii, astfel încât zonele G.P. să producă prin rearanjare θ'' ș.a.m.d., în fapt existând trei căi de formare a fazelor stabile:

- Prima dintre ele se referă la situația prezentată anterior, în care precipitatele mai puțin stabile se transformă în unele mai stabile, prin modificări ale rețelei cristaline, transformări alotropice în interiorul precipitatelor, fără participarea matricei. Aceasta presupune diferențe reduse între structurile precipitatelor, fiind mai puțin înfîlțită. Deși rezultatele cercetărilor întreprinse pînă în prezent nu sunt unanime, o asemenea situație pare a se produce în cadrul sistemului de aliaje Al-Cu, faza θ'' apărînd direct prin rearanjarea zonelor G.P.;
- Germinarea fazelor de tip θ'' la zonele G.P. deja existente, a celor θ' la θ'' și a fazelor stabile în zonele precipitatelor intermediare și apoi creșterea acestora în cadrul matricei;
- Germinarea fazelor stabile se face direct din matrice, departe de precipitatele intermediare sau de zonele G.P.;

În sistemul Al-Cu, localizările preferențiale de germinare la temperaturi scăzute de îmbătrînire a fazei stabile θ sunt incerte, atunci cînd fazele intermediare au precipitat deja. În momentele inițiale ale precipitării θ se formează la limitele grăunților de soluție solidă, ca mai apoi să se formeze la interfețele dintre θ' și soluția solidă. Faza θ' precipită la dizlocații, în stagiile inițiale, apoi la precipitatele θ'' , în cele avansate. De asemenea există unele date experimentale care indică faptul că θ'' nu se formează prin rearanjarea și dezvoltarea zonelor G.P., ci precipită direct din soluția solidă.

III-1.1.4. Efectul de durificare la îmbătrînire

III-1.1.4.1. Principalele tipuri de mecanisme

Efectul de durificare la îmbătrînire se datorează apariției unor impedimente la mișcarea normală a dizlocațiilor prin apariția unor precipitate în interiorul soluției suprasaturate. Acest efect se poate concretiza prin următoarele mecanisme:

- Blocarea dizlocațiilor prin cîmpul de tensiuni elastice din jurul precipitatelor formate în matrice;
- Durificarea numită de tip "chimic" datorată faptului că în deplasarea lor dizlocațiile trebuie să foarfece precipitatele;
- Durificare produsă ca urmare a faptului că dizlocațiile sunt forțate să ocolească particulele precipitate;

Cîmpul de tensiuni elastice apare în matrice ca urmare a formării de precipitate coerente sau semicoerente, coerența rețelelor cristaline fiind asigurată prin deformarea elastică la interfețe, așa cum se poate vedea schematic și în figura III-1 a și III-1 b. Tensiunile elastice sunt cu atît mai mari, cu cît sunt mai mari diferențele structurale dintre matrice și precipitate, dacă modulul de elasticitate al matricei este de valori ridicate, iar suprafața interfețelor coerente este mai mare. Deplasarea dizlocațiilor prin matricea deformată elastic se poate face doar prin aplicarea unei tensiuni mai mari decît cea medie a cîmpului elastic din jurul precipitatelor. Efectul de durificare este rezultatul influenței la mare distanță a precipitatelor asupra dizlocațiilor.

Durificarea "chimică" este rezultatul unei interacțiuni la scurtă distanță între precipitate și dizlocații. Atunci cînd trec peste precipitate, dizlocațiile produc forfecarea acestora, deformîndu-le odată cu matricea, așa cum se prezintă schematic în figura III-9.

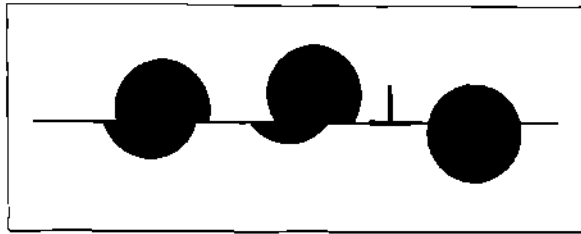


Figura III- 9. Forfecarea precipitatelor de către o linie de dizlocație alunecătoare.

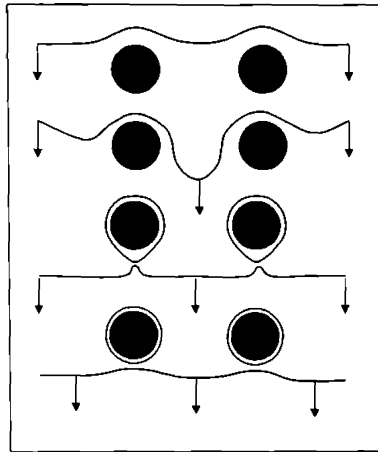


Figura III- 10. Reprezentarea schematică a "infiltrării" dizlocațiilor între precipitate.

Cu cât diferențele structurale dintre rețeaua cristalină a matricei și cea a precipitatului sunt mai mari, în planul de forfecare, cu atât va fi mai mare tensiunea necesară forfecării, fiind frecvente creșteri cu un ordin de mărime între valorile corespunzătoare precipitatului incoerent față de cel coerent. De asemenea efectul de durificare se accentuează cu cât precipitatele formate sunt mai dure.

Durificarea prin ocolirea precipitatului de către dizlocații, apare atunci când acestea din urmă nu pot forfecă precipitatul, cea mai frecventă situație fiind aceea când dizlocația se "infiltrază" între două precipitate (figura III-10). Pentru ca acest mecanism să se producă, tensiunea trebuie să crească suficient de mult, astfel încât să încovoie dizlocația între particule. Porțiunile de dizlocație încovoiate, aflate de o parte și de alta a precipitatelor, se unesc și formează un inel de dizlocație în jurul precipitatelor. Detașându-se de inel, dizlocația poate să se deplaseze în continuare în matrice.

III-1.1.4.2. Efectul formării diferitelor tipuri de precipitate

Mărimea durificării depinde de tipul, structura, mărimea și forma precipitatelor, de asemenea de aspectul și densitatea distribuției acestora. Un efect important îl au gradul în care se manifestă diferențe structurale între rețelele cristaline ale precipitatului și matricei, precum și temperatura la care se face măsurarea durității.

Zonele G.P. germinând omogen, iar densitatea lor fiind relativ ridicată, cu distanță mică între ele, tensiunea necesară ocolirii lor este ridicată, motiv pentru care se produce mai ales o durificare de tip "chimic". Diferențele mari între diametrele atomice ale aluminiului și

cuprului produc un câmp de tensiuni elastice important, în jurul zonelor G.P., contribuind pe această cale la durificare.

Precipitarea semicoerentă a **fazelor intermediare** poate produce o durificare puternică, dacă distanțele între ele sunt reduse. La condiții similare câmpul de tensiune din jurul precipitatelor semicoerente este mai scăzut decât în jurul celor coerente, efectul corespunzător de durificare fiind mai redus. Fazele intermediare însă diferă mult mai mult din punct de vedere structural de matrice decât zonele G.P. astfel încât aranjamentul atomic este în mai mare măsură afectat de către dizlocațiile transversale. În consecință precipitatele de faze intermediare sunt în măsură să realizeze o durificare de tip "chimic" mai puternică decât zonele G.P., la o densitate suficientă de particule. Dacă densitatea este redusă însă, tensiunea necesară infiltrării dizlocațiilor va fi și ea redusă, duritatea scăzând pe parcursul existenței fazelor intermediare.

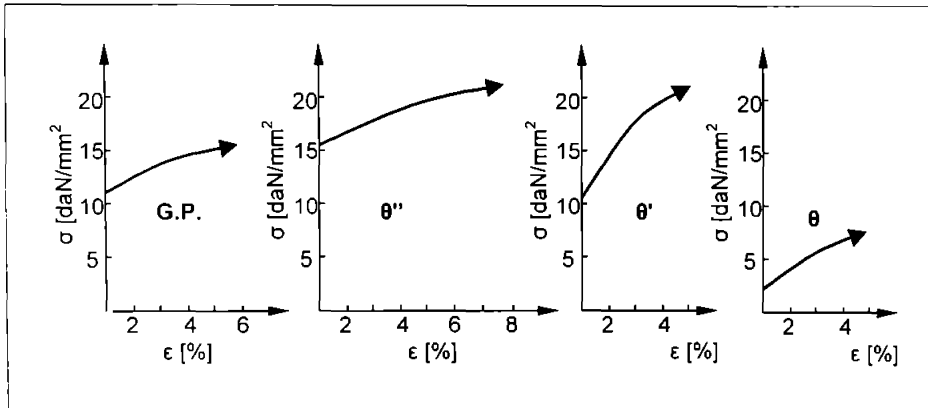


Figura III- 11. Curbă caracteristică tensiune-alungire pentru un aliaj Al-4%Cu, cu matrice monofazică și diverse tipuri de precipitate.

Fazele stabile sunt de regulă incoerente cu matricea, astfel că nu formează câmpuri de tensiuni elastice, în timp ce distanțele între particule sunt relativ mari, tensiunile necesare ocolirii lor fiind de aceea destul de reduse. Din aceste motive se constată că în general fazele stabile produc durificări mai mici, comparativ cu zonele G.P. sau fazele intermediare.

În cazul concret al sistemului Al-Cu, măsura în care are loc durificarea unui aliaj cu aproximativ 4% Cu, similar aliajului de matrice studiat, este prezentată în figura III-12:

- Aliajul durificat prin zone G.P. sau faza coerentă θ'' se caracterizează printr-o valoare inițială ridicată a tensiunii și o ecrusare mai redusă, panta caracteristicilor tensiune-deformație fiind relativ redusă; experimentele au relevat că tensiunea critică necesară infiltrării dizlocațiilor este de câteva ori mai mare decât tensiunea inițială, fapt care denotă distanțe reduse între precipitate și faptul că deformarea se face prin forfecarea particulelor;
- Faza θ'' produce tensiuni mai ridicate în aliaj, deci o durificare superioară, deoarece tensiunile elastice din matrice formate în jurul lor sunt mai mari. De asemenea θ'' va determina și o durificare "chimică" mai ridicată, deoarece are diferențe structurale mai mari față de matrice decât zonele G.P., ceea ce înseamnă că dizlocațiile transversale vor afecta mai mult aranjamentul atomic.
- Tensiunea inițială într-un aliaj durificat prin fază θ' este mai scăzută decât cea produsă

de către θ'' , dar ecruisarea este mai puternică, ceea ce rezultă din panta mai abruptă a caracteristicii tensiune-deformare din figura III-11. Dintre explicațiile oferite pentru această comportare cea mai probabilă este distanța mai mare dintre particule permițând infiltrarea dizlocațiilor la tensiuni mai mici. Pe măsura deformării crește numărul de inele de lăsate în urmă de către dizlocațiile mobile. Inelele îngreuiază infiltrarea următoarelor dizlocații astfel încât tensiunea necesară deformării crește și ea.

- O situație asemănătoare cu cea anterioară se întâlnește și în cazul durificării prin fază stabilă θ . Aceste precipitate, fiind complet incoerente cu matricea, produc în mică măsură deformații elastice, iar distanța dintre particule este mare. Tensiunea inițială este cea mai mică între cazurile studiate, dar ecruisarea este mai accentuată decât la durificarea prin zone G.P. sau fază θ'' ca urmare a acumulării unor inele de dizlocație în jurul precipitatelor.

III-1.1.4.3. Efectul duratei și temperaturii asupra proprietăților mecanice

Efectul temperaturii și duratei de îmbătrânire asupra proprietăților mecanice se manifestă prin intermediul diverselor stadii de precipitare din soluția suprasaturată.

În mod obișnuit, pe parcursul îmbătrânirii, rezistența mecanică și duritatea cresc ca valoare, ajungând la o valoare maximă, după care se diminuează, evoluție descrisă în mod schematic de figura III-12.

Procesul care se produce pînă la atingerea valorii maxime poartă numele de îmbătrânire de durificare, iar perioada corespunzătoare scăderii proprietăților mecanice se numește îmbătrânire de înmuiere sau supraîmbătrânire. Acest din urmă termen se referă la reducerea durității comparativ cu starea de maximă durificare, însă proprietățile mecanice sunt simțitor mai ridicate față de momentul imediat următor călirii de punere în soluție.

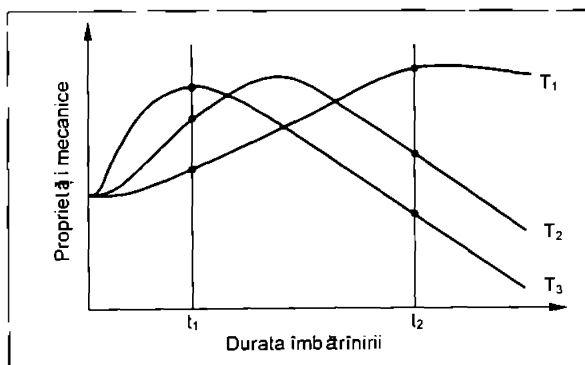


Figura III- 12. Efectul duratei de îmbătrânire la diferite temperaturi $T_1 < T_2 < T_3$ asupra proprietăților mecanice.

Panta ascendentă a curbei de variație a proprietăților mecanice poate avea următoarele cauze:

- Densitatea precipitatelor în faza de durificare este mare, astfel încât dizlocațiile nu le pot ocoli, ci le vor forfecă, dacă tensiunea aplicată este suficient de mare; În acest caz creșterea durității la îmbătrânire se datorează efectului de tip "chimic", precum și împiedicării deplasării dizlocațiilor de către câmpul de tensiuni elastice, ca urmare a

...engl. *hardening ageing*.

...engl. *softening ageing*.

...engl. *overageing*.

creșterii în dimensiune a precipitatelor (mai ales a zonelor G.P.). De asemenea se produce o creștere a densității de distribuție a precipitatelor în matrice și apariția unor particule cu rezistență la forfecare sporită, din faze mai stabile, cum ar fi θ' și θ'' .

Dizlocațiile se pot infiltra inițial printre precipitate. Pe măsura aplicării îmbătrînirii are loc o creștere a durtății datorată unei densități mai mari de precipitate, pe măsură ce acestea apar, astfel încât va crește densitatea lor și implicit tensiunea critică necesară infiltrării dizlocațiilor printre aceste precipitate.

- În cazul unui aliaj supraîmbătrinit, dizlocațiile nu foarfecă precipitatele, ci le ocolesc, la tensiuni mult mai mici decât cele necesare forfecării.

Cauzele principale ale reducerii proprietăților mecanice prin supraîmbătrînire, comparativ cu faza de durificare, poate fi explicată prin următoarele mecanisme:

- Spațiile mai mari dintre precipitate, apărute ca urmare a coalescenței precipitatelor;
- Înlocuirea fazelor mai puțin stabile cu altele mai stabile, caracterizate printr-un număr mai mic de precipitate în unitatea de volum;
- Scăderea și chiar dispariția tensiunilor de natură elastică, prin transformarea precipitatelor coerente în unele semicoerente, apoi finalmente incoerente;

Aliajele Al-Cu cu un conținut de cupru apropiat celui din aliajul de sinterizare Alumix 123, folosit la producerea compozitelor armate cu particule ceramice, prezintă o stare de maximă durificare la o combinație de precipitate corespunzătoare la 70% fază θ'' și 30% fază θ' .

III-1.2. *Influența particulelor asupra transformărilor structurale*

Din analiza fenomenelor fundamentale care însoțesc sau controlează precipitarea fazelor din soluțiile solide suprasaturate produse la călirea de punere în soluție, pot fi formulate posibile cauze ale influenței particulelor ceramice asupra desfășurării tratamentului de îmbătrînire a compozitelor metalice cu matrice durificabilă.

Numeroși autori au semnalat această influență, însă pe de o parte rezultatele sunt contradictorii, iar explicarea relațiilor cauzale nu a depășit faza ipotezelor.

Astfel majoritatea contribuțiilor în domeniu au indicat o scădere a duratelor de tratament la îmbătrînire pînă la realizarea stării corespunzătoare durtății maxime¹, dar s-au semnalat și efecte contrare, fapt explicabil și prin varietatea deosebită a materialelor metalice folosite pentru obținerea compozitelor.

De asemenea nu a fost clarificat dacă accelerarea îmbătrînirii sau încetinirea ei se datorează unor fenomene legate de precipitare sau de succesiunea ulterioară a transformărilor structurale.

Avînd în vedere analiza fenomenelor fundamentale care apar la precipitarea din soluție suprasaturată, prezentate în cele de mai sus, au fost identificate următoarele posibilități de influențare din partea particulelor ceramice de armare:

- Așa cum s-a arătat în capitolul I, armarea cu particule ceramice, avînd coeficienți de dilatație termică mult mai reduși decât cei ai aliajului metalic este susceptibil a produce în materialul compozit valori ridicate ale tensiunilor interne și descărcarea lor parțială printr-un număr important de dizlocații. Aceste dizlocații pot favoriza precipitarea continuă de tip generalizat, bazată pe germinarea omogenă, favorizînd apariția zonelor G.P.
- Localizarea elementelor de armare se face cu preponderență la limitele de grăunte, fie că este vorba de compozite supuse doar sinterizării, fie că acestea sunt supuse și unei deformări plastice la cald. Ca urmare pot fi favorizate fenomenele de precipitare care se inițiază la limitele de grăunte, respectiv precipitarea discontinuă. În măsura în care

¹ engl. *peaked-aged condition*.

acest mecanism are o pondere importantă, este de așteptat ca fenomenele de precipitare să se producă la o temperatură din ce în ce mai scăzută pe măsura creșterii proporției de armare cu particule ceramice.

În cazul concret al compozitelor produse, avînd matricea cu compoziția prezentată în tabelul II-1, s-a urmărit prin investigații specifice lămurirea unor aspecte legate de transformările structurale la îmbătrînire și confirmarea unora dintre ipotezele privitoare la efectul înglobării particulelor ceramice.

III-1.2.1. Condiții experimentale

Elucidarea posibilelor influențe ale particulelor ceramice au fost investigate folosind analiza termică diferențială. Condițiile experimentale adoptate au fost următoarele:

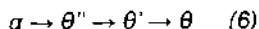
- probele din material compozit au fost produse conform tehnologiei descrise în capitolul I, fiind apoi supuse extrudării la 500°C, cu un raport de deformare de 1:9, în scopul compactării și uniformizării distribuției particulelor ceramice;
- au fost supuse investigării compozite avînd proporții de armare de 0; 5; 10; 15 și 20 % vol. carbură de siliciu din fracțiunea F800;
- călirea de punere în soluție a fost realizată prin încălzire la 500°C, cu o menținere de 60 de minute, urmată de răcire în apă la 20°C, cu agitare energetică;
- pentru a evita producerea unor eventuale transformări, analiza termică s-a făcut imediat după răcirea probei;
- s-a folosit o instalație de analiză computerizată tip *Derivatograph C*, funcționînd după metoda Paulik și Erdey, avînd o precizie a măsurării de 0,2°C
- probele au avut aceeași greutate de 1,5 grame, la fel ca și etalonul folosit, constînd din pulbere ultrapură de aluminiă;
- viteza de încălzire a probei a fost aleasă a fi de 15°C/minut, în creuzet de aluminiă pură, proba de compozit fiind așezată direct pe capătul termocuplei;

Legat de alegerea vitezei de încălzire ea a fost aleasă în urma unor studii experimentale preliminare, ea fiind riguros constantă și corespunzînd curbei de încălzire 1 din figura III-8.

III-1.2.2. Deplasarea punctelor critice de transformare

În anexa III.1 a sunt prezentate comparativ curbele de analiză termică diferențială, obținute la încălzire cu viteza constantă de 15°C/minut. Așa cum rezultă din analiza acestei reprezentări, armarea cu particule ceramice produce importante transformări calitative.

- În cazul probelor din aliaj metalic nearmat, relativ la care a fost aleasă viteza de încălzire, curba 1 din figura III-8 indică o succesiunea de transformare:



Această succesiune este confirmată de alura curbei de analiză termică, care prezintă elemente specifice reacțiilor de transformare structurală. Aceste puncte de precipitare a fazelor θ'' , θ' și θ au fost notate în figura III-8 și în Anexa III.1 b respectiv prin $T_{i, \theta''}$ și $T_{i, \theta}$; ele delimitînd apariția unor *peak*-uri de reacție exotermă sau puncte de inflexiune, care denotă modificarea intensității schimburilor energetice. Curba de încălzire 1 a fost aleasă astfel încît să nu producă germinarea zonelor G.P. pentru matricea nearmată, fapt ilustrat în figura III-8 prin faptul că curba 1 nu intersectează linia punctelor de transformare $\alpha \rightarrow G.P.$, trasată cu culoare roșie.

- Este demn de remarcat faptul că la aliajul nearmat principalul *peak* de transformare este dublu, cele două maxime avînd între ele un punct de inflexiune notat cu A. Această alură, coroborată cu informațiile prezentate de către figura III-8, sugerează suprapunerea în mare măsură a transformărilor care duc la precipitarea fazelor θ' și θ .

În urma armării există tendința ca cele două maxime să se suprapună, astfel încât peak-ul dublu să se transforme într-unul simplu. Toate acestea fac dificilă evidențierea punctului de început a precipitării fazei θ , astfel încât, la studiul deplasării punctelor de transformare, relativ la faza θ s-a luat în calcul punctul de sfârșit de transformare, concretizat printr-o inflexiune și notat $T_{f,teta}$.

- Odată cu înglobarea particulelor ceramice are loc modificarea curbelor de încălzire, prin apariția unor reacții corespunzătoare precipitării zonelor G.P.; la o armare cu doar 5 % vol. SiC (Anexa III.1 c) reacția produsă este slabă, dar ea câștigă în intensitate pe măsura creșterii proporției de armare (Anexa III.1 d...f), punctul de început a transformării fiind notat prin $T_{i,GP}$. O constatare de mare importanță este aceea că pe măsura armării cu particule are loc o *deplasare a temperaturii $T_{i,GP}$ la valori mai scăzute*;
- Paralel cu poziția punctului de început de precipitare a zonelor G.P. s-au luat în studiu posibilele deplasări ale celorlalte puncte critice de transformare, respectiv $T_{i,teta}$, $T_{f,teta}$ și $T_{s,teta}$; de asemenea s-a mai determinat poziția punctului *solvus* corespunzător dizolvării precipitatelor formate în soluția solidă, notat prin T_S .

Rezultatele obținute s-au centralizat în tabelul III-3, iar în Anexa III.2 a și b s-au reprezentat valorile de temperatură a acestor puncte critice în funcție de volumul de particule ceramice înglobat.

Tabelul III- 3. Poziția unor puncte critice de transformare în funcție de gradul armării.

Grad de armare [%SiC]	$T_{i,GP}$ [°C]	$T_{i,teta}$ [°C]	$T_{f,teta}$ [°C]	$T_{s,teta}$ [°C]	T_S [°C]
0	-	215	252	400	481
5	192	209	251	405	484
10	179	215	252	400	486
15	170	207	252	410	489
20	166	209	252	404	486

Așa cum se poate observa din reprezentările grafice, singurele deplasări semnificative ale punctelor de transformare se constată pentru începutul precipitării zonelor G.P. De asemenea se constată temperaturi mai scăzute ale punctului T_S , de dizolvare a precipitatelor în soluția solidă, la încălzire, comparativ cu valorile stabilite pentru starea T1 a materialului, valori comentate în capitolul II și prezentate în Anexa II.4 a.

III-1.2.3. Analiza fazelor precipitate la îmbătrânire

Identificarea precipitatelor apărute în urma tratamentului termic de îmbătrânire s-a făcut prin utilizarea difracției cu raze X (XRD) a compozitelor aflate în diverse stări structurale și având diferite proporții ale elementelor ceramice de armare.

Condițiile experimentale ale analizei efectuate au fost următoarele:

- Instalații folosite JEOL 130⁺ și DRON-3⁺⁺
- Radiația folosită $K\alpha$ Cu, lungimea de undă $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$;
- Parametri de regim $U = 40 \text{ kV}$; $I = 30 \text{ mA}$;

Problema interpretării rezultatelor obținute, mai ales în sensul identificării fazelor semnalate de către spectrul de difracție a fost rezolvată prin compararea cu difractograme etalon rezultate prin simulare pe calculator. Aceste etaloane au fost obținute prin

⁺ Determinările experimentale s-au făcut în cadrul departamentului de investigații de la *École Polytechnique de Lausanne*

⁺⁺ În cadrul laboratorului de investigații a Catedrei de Știința Materialelor și Tratamente Termice de la Universitatea "Politehnica" din Timișoara.

construirea tridimensională și la scară strict determinată a structurii cristaline pentru fazele căutate, urmată de simularea pe calculator a difracției cu radiația respectivă, etalonul rezultat corespunzând unei proporții de 100 % a fazei respective, aflată sub formă de pulbere și în stare de echilibru structural perfect. Structurile cristaline adoptate pentru fazele investigate θ , θ'' , θ' și θ sunt reprezentate în Anexa III.3, iar difractogramele etalon în anexa III.4. În cazul acestora din urmă s-au reprezentat planele cristalografice corespunzătoare *peak*-urilor celor mai accentuate.

Așa cum rezultă din analiza difractogramelor standard, investigarea fazelor precipitate la îmbătrânire prezintă unele particularități.

- 1 Astfel faza stabilă θ , fiind incoerentă cu rețeaua cristalină a aluminiului, este bine individualizată în difractograme, analiza comparativă a compozitelor cu diferite procente de armare confirmă formarea acestei faze. Pe de altă parte *peak*-urile cele mai reprezentative ale difractogramelor etalon ale fazelor intermediare θ'' și θ' , singurele care ar putea fi puse în evidență la concentrația relativ redusă de cupru a aliajului considerat, sunt foarte apropiate de cele corespunzătoare ale aluminiului, așa cum rezultă din următorul tabel:

Tabelul III- 4. Parametri caracteristici ai aluminiului și a fazelor intermediare θ'' și θ' .

Nr.crt.	Aluminiu		Faza θ''		Faza θ'	
	2- θ [grd]	[h k l]	2- θ [grd]	[h k l]	2- θ [grd]	[h k l]
1	38°34'	[1 -1 1]	39°17'	[1 -1 2]	-	-
2	44°50'	[0 2 0]	44°50'	[0 2 0]	44°29'	[-1 1 2]

Ca urmare, succesiunea fazelor precipitate a fost urmărită prin studiu *cantitativ* asupra parametrilor geometrici ai difractogramelor experimentale. Utilizarea unei instalații de difracție computerizate, a permis măsurarea cu precizie a lățimii și intensității *peak*-urilor, pornind de la ideea că la precipitare fazele intermediare vor produce prin suprapunere modificări geometrice ale acelor *peak*-uri, corespunzătoare aluminiului, care sunt mai apropiate.

2. Sursele bibliografice indică faptul că la majoritatea compozitelor metalice armate cu particule apar în timpul producerii importante tensiuni interne și numeroase defecte de rețea, ca urmare a coeficienților de dilatație termică liniară diferiți pentru cele 2 componente, matrice și particule. Probele aflate în starea *Tf* (răcire în aer după sinterizare) au aceeași alură a difractogramelor, fapt care semnifică faptul că transformările structurale de faze sunt în general aceleași și în urma armării, însă dimensiunile geometrice caracteristice suferă modificări. Acest fapt este evidențiat prin modificarea intensităților semnalului înregistrat, în dependență directă cu armarea, și creșterea lățimii *peak*-urilor caracteristice ale aluminiului, ca urmare a deformațiilor suferite de rețeaua cristalină și a unor anomalii structurale apărute. Valorile intensității *I* și a lățimii *w* sunt prezentate comparativ în tabelul III-5 pentru planele [1 -1 1] și [0 2 0] ale aluminiului.

După cum se poate observa creșterea stării de tensiune se concretizează în intensități mai mici după planul [1 -1 1] ca urmare a deformării rețelei cristaline a aluminiului. De asemenea intensitatea după planul [0 2 0] crește pe măsura unei armări mai bogate cu elemente de aliere.

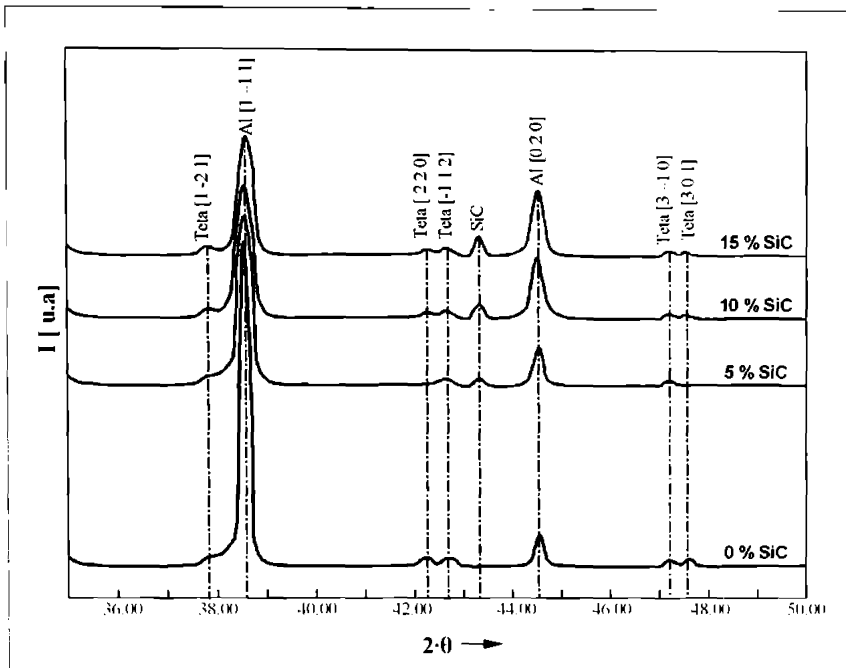


Figura III- 13. Aspectul comparativ al difractogramelor la compozitele in stare T1 armate 0-20 % SiC.

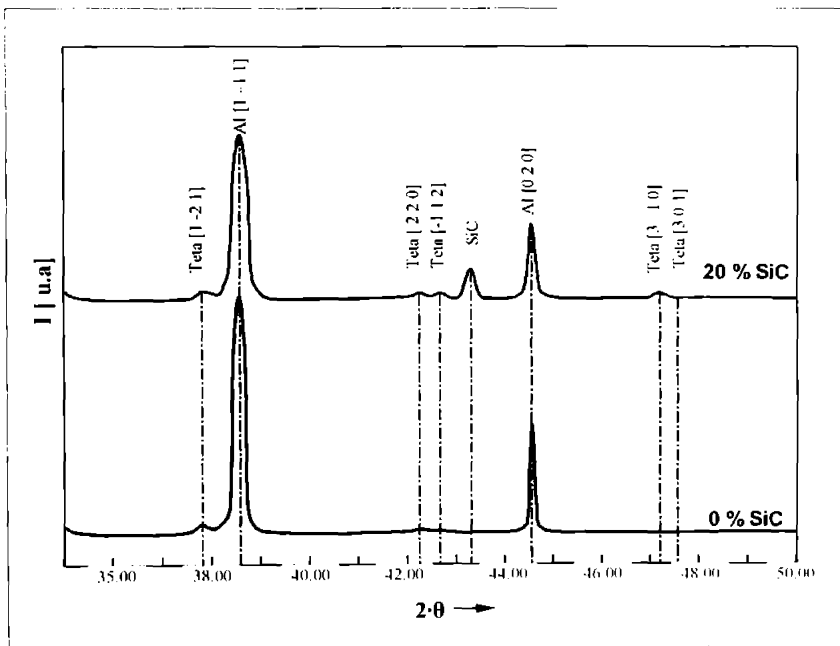


Figura III- 14. Aspectul comparativ al difractogramelor la compozitele în stare căliță pentru punere în soluție: a) nearmat; b) armat cu 20 % SiC.

Tabelul III- 5. Parametri caracteristici ai difracției compozitelor cu diferite grade de armare.

Grad de armare [%SiC]	Plan [1 -1 1]		Plan [0 2 0]	
	$I [s^{-1}]$	$w [u.a]$	$I [s^{-1}]$	$w [u.a]$
0	6410	0,36	656	0,39
5	2475	0,39	588	0,42
10	2340	0,45	918	0,48
15	2286	0,405	1000	0,435

Avînd în vedere că, așa cum s-a văzut, acest plan este comun cu fazele intermediare θ' și θ'' creșterea acestei intensități poate fi pusă în legătură cu formarea de faze intermediare, chiar la răcirea pentru obținerea stării $T1$, dacă matricea metalică a fost armată. Aceasta vine să confirme ipoteza emisă anterior că starea de tensiune produsă prin armare stimulează precipitarea continuă, bazată pe activarea difuziei prin vacanțe, caracteristică producerii fazelor intermediare. Modificarea elementelor geometrice ale difractogramelor prin armare este ilustrată în figura III-13.

- În cazul probelor de material compozit supuse călirii de punere în soluție înglobarea elementelor ceramice produc modificări ale cîmpului de tensiuni. Acest lucru poate fi constatat prin compararea difractogramelor a două materiale, unul fără armare, celălalt conținînd 20 % carbură de siliciu. Aspectul acestora este prezentat în figura III-14. Este de remarcat că în cazul materialului nearmat lipsa *peak*-ului corespunzător carburii de siliciu și intensitatea mai mare a semnalului față de situația în care matricea metalică înglobează 20 % SiC. În același timp, atît la aliajul metalic nearmat cît și la compozit se produce aplatizarea aproape totală a liniilor fazei stabile θ , față de starea $T1$ cînd acestea erau bine evidențiate, iar intensitățile corespunzătoare aluminiului sunt mai scăzute (figura III-14).

III-1.2.4. Concluzii

Analiza rezultatelor experimentale, în lumina considerațiilor făcute anterior, conduce la cîteva ipoteze interesante privind influența particulelor de armare asupra cineticii germinării și precipitării fazelor la îmbătrînire:

- Înglobarea particulelor ceramice are un efect important asupra germinării zonelor G.P., în sensul deplasării punctelor de transformare la valori de temperatură mai scăzute. Pentru regimurile de încălzire relativ rapide (curba 1 din Figura III-8), la care în mod normal precipitarea zonelor G.P. nu se produce, particulele ceramice în cantități suficiente de mari au ca efect amorsarea acestei germinări și apariția zonelor. Avînd în vedere că zonele G.P., la nivelul actual al cunoștințelor, se caracterizează exclusiv prin precipitarea continuă, iar mecanismul de apariție al aglomerărilor, ce formează zonele G.P se bazează în special pe vacanțele create în urma călirii de punere în soluție, este de presupus că influența particulelor ceramice se manifestă prin tensiunile interne create la răcire, ca urmare a coeficienților de dilatație termică diferiți, ai matricei respectiv ai elementelor de armare. Se cunoaște că aceste tensiuni interne produc creșterea densității defectelor de rețea, inclusiv a vacanțelor. Deplasarea vacanțelor este, în soluțiile solide, un fenomen însoțitor și amplificator al difuziei, o densitate mai ridicată de vacanțe accelerează migrarea elementelor de aliere (în acest caz a cuprului), la temperaturi mai scăzute, și formarea aglomerărilor care constituie în fapt zona G.P. în sensul definit în subcapitolul III-1.1.3.1 și reprezentat în figura III-6, linia *solvus* a zonelor G.P. se deplasează la temperaturi mai joase. Rolul de accelerator al difuziei apare în literatură, la diverse materiale compozite, fără ca el să fie în mod special legat de influențe asupra precipitării unei anumite faze, stabile sau intermediare, motiv pentru care ipoteza emisă prezintă un element de noutate și se

ceră confirmată prin cercetări ulterioare. Efectul armării poate fi ilustrat grafic în figura III-8 prin deplasarea spre stînga, la durate de transformare mai mici, a liniei $\alpha \rightarrow G.P.$, aceasta avînd în urma armării o poziție reprezentată prin linie-punct, astfel că va intersecta curba de încălzire 1, rezultînd modificările de cinetică a transformării puse în evidență prin analiză termică. Deplasarea se accentuează pe măsura creșterii conținutului în elemente de armare.

Tendința de suprapunere a celor două maxime ale *peak*-ului dublu, constatată la analiza termică, ca urmare a înglobării particulelor ceramice, poate fi pusă pe seama unei oarecare influențe ale particulelor ceramice asupra *precipitării discontinue* a fazei stabile θ , care se suprapune în mare măsură peste formarea fazei intermediare θ' . Aceasta ar putea fi o explicație pentru durificarea prin îmbătrînire mai redusă, ca urmare a armării, prin formarea în mai mică măsură de θ' , în favoarea lui θ știut fiind că aceasta din urmă produce o durificare mult mai redusă. Scăderea efectului de durificare ca urmare a armării cu elemente ceramice este pus actualmente pe seama unui efect pur cantitativ, ca urmare a micșorării ponderii aliajului metalic în volumul total al compozitului.

Scăderea temperaturii *solvus* de dizolvare a precipitatelor în soluția solidă, față de valorile constatate înaintea călirii de punere în soluție și îmbătrînire, poate fi explicată prin dimensiunile mai reduse și gradul ridicat de dispersie a fazelor formate prin îmbătrînire, care se pot astfel dizolva mai ușor.

Analiza structurală prin difracție de raze X a confirmat presupunerile inițiale privitoare la tensiunile interne produse ca urmare a înglobării unor elemente ceramice de armare. Conținutul structural identificat în compozitele produse sunt aceleași ca și în cazul analizelor aplicate asupra aliajelor nearmate. Modificările cantitative constatate în cadrul difractogramelor, confirmă concluziile formulate în urma investigațiilor prin analiză termică diferențială și anume faptul că particulele ceramice de armare au tendință de a favoriza precipitarea fazelor intermediare, premergătoare formării fazei stabile θ .

III-1.3. *Influența particulelor ceramice asupra parametrilor îmbătrînirii*

Concluziile desprinse din studiul experimental confirmă în mare parte informațiile din literatură, care semnaleză la un mare număr de compozite metalice armate cu particule ceramice efectul de accelerare a difuziei, în cadrul tratamentului termic de îmbătrînire. Rezultatul acestor influențe se concretizează de regulă prin reducerea duratei necesare atingerii durificării maxime a materialului, deși există și referințe că armarea are ca efect reducerea sau chiar anularea durificării structurale prin îmbătrînire.

Din acest motiv este de așteptat ca valorile parametrilor tehnologici ai îmbătrînirii să sufere unele modificări, fapt care impune un studiu experimental distinct destinat optimizării acestor parametri în funcție de proporția elementelor de armare înglobate în materialul compozit.

Temperatura de încălzire pentru călire. Încălzirea pentru călirea de punere în soluție este aplicată în scopul dizolvării în soluția solidă a fazelor intermetalice de tip θ , fenomen realizat odată cu încălzirea deasupra temperaturii de transformare *solvus*.

Așa cum a rezultat din cercetările experimentale prezentate în capitolul II, introducerea particulelor ceramice de armare nu are ca efect o modificare semnificativă a nivelului de temperatură la care se produce dizolvarea completă a fazelor intermetalice, motiv pentru care temperatura de încălzire pentru călirea de punere în soluție recomandată compozitelor este aceeași ca și pentru aliajul metalic folosit ca și matrice metalică, fiind situată în intervalul 495 - 505°C, cu o menținere de 30 de minute. De asemenea necesitatea obținerii unei soluții solide suprasaturate, care să permită ulterior precipitarea

de faze durificatoare, face ca mediul de răcire folosit la răcire să fie același ca și pentru aliajul nearmat adică apă la 20°C, cu agitare puternică.

Temperatura de îmbătrânire. Analiza teoretică și experimentală a difuziei și a precipitării la îmbătrânirea aliajului considerat, atât în stare nearmată cât și după înglobarea particulelor ceramice, au demonstrat că influența elementelor de armare se manifestă în planul precipitării fazelor intermediare, mai ales a zonelor Guinier-Preston, fără a se constata o deplasare a temperaturilor de precipitare a fazelor θ' și θ . Acest fapt coroborat cu informațiile culese din literatură referitor la materiale compozite similare au condus la concluzia că nu sunt motive pentru modificarea nivelului temperaturii de menținere la îmbătrânire, astfel că cercetările experimentale de optimizare a parametrilor de tratament termic, au păstrat constantă această variabilă, la valoarea prescrisă pentru aliajul metalic nearmat $T = 160^\circ\text{C}$.

Durata îmbătrânirii. Concluziile desprinse din studiul experimental al precipitării fazelor durificatoare au relevat fără echivoc că prin armare transformările structurale sunt accelerate, astfel încât optimizarea parametrilor îmbătrânirii presupune în mod necesar determinarea influenței factorului timp, chestiune care se va urmări în cadrul subcapitolului următor.

III-2. Cercetări experimentale privind influența parametrilor structurali și de tratament termic asupra proprietăților mecanice

III-2.1. Considerații generale

Așa cum a rezultat din cercetările experimentale întreprinse, problema principală a aplicării tratamentului termic de durificare structurală la compozitele cu matrice metalică, o constituie determinarea parametrilor care să asigure un efect de maximă durificare, știut fiind că o difuzie prea redusă va produce o precipitare insuficientă a fazelor durificatoare și implicit durități mici, iar una foarte intensă va produce separări prea grosolane și cu o densitate redusă, având efectul de înmuiere a materialului.

Din acest motiv optimizarea parametrilor de tratament termic presupune cuantificarea efectului pe care armarea cu particule ceramice, într-o anumită proporție, îl va avea asupra difuziei și precipitării fazelor intermetalice, iar în ultima instanță asupra durității finale a materialului.

III-2.2. Procedura experimentală

Probe din material compozit având conținutul în elemente de armare de 0; 5; 10; 15 și 20 % vol. SiC, au fost produse în conformitate cu tehnologia prezentată în capitolul II. După sinterizare probele au fost aduse la dimensiunile $\varnothing 20 \times 10$ mm, suprafețele frontale fiind șlefuite.

Aplicarea călirii de punere în soluție s-a făcut conform următorilor parametri:

- Temperatura de încălzire 500°C;
- Durata de încălzire 30 de minute;
- Mediu de încălzire aer;
- Răcire apă / 20°C / agitare energetică;

Imediat după călire s-a aplicat îmbătrânirea în aer la 160°C, folosindu-se o etuvă cu încălzire electrică. Duratele de îmbătrânire au fost de 0; 2; 12; 18; 24; 30 de ore.

După îmbătrânire s-a procedat la măsurarea durității Brinell HB 62,5 kgf / 2.5 mm și Vickers HV 10. Având în vedere dispersia mult mai redusă a rezultatelor experimentale, datorată dimensiunii mai mari a urmelor produse de penetrator, asupra unui material cu

omogenitate redusă, au fost alese pentru interpretare valorile de duritate Brinell. Valorile măsurate au fost supuse prelucrării statistice în scopul determinării posibilelor corelații între duritate, ca variabilă dependentă de răspuns și cele două variabile independente, proporția de armare cu particule ceramice și durata de îmbătrânire.

III-2.3. Rezultate experimentale

Valorile durității Brinell rezultate în urma măsurătorilor⁷ sunt prezentate în tabelul III-6. De asemenea în tabelul III-7 au fost calculate și valorile ΔHB cu care a crescut duritatea în raport cu duritatea de referință înregistrată după călirea de punere în soluție.

Reprezentarea grafică a valorilor de duritate în funcție de proporția de armare și de durata de aplicare a tratamentului termic de îmbătrânire este prezentată în figura III-15. După cum se poate observa, o primă analiză a variației de duritate relevă caracterul complex al dependenței acesteia în funcție de cele două variabile independente, precum și posibilitatea ca această dependență să fie influențată și de alți factori, care nu au fost luați în calcul. Duritatea materialului armat este mai mare decât cea a realizată fără particule ceramice, în condițiile în care se măsoară valorile înainte de îmbătrânire. Efectul de creștere al durității prin îmbătrânire este mai redus ca urmare a înglobării particulelor ceramice, însă rezultatul final datorat armării este superior. Având în vedere aceste constatări, precum și importanța deosebită pe care o are caracterizarea tratamentului de îmbătrânire asupra selecției și utilizării acestei clase de materiale, s-a considerat oportună modelarea dependenței durității rezultate la îmbătrânire prin prelucrarea statistică a rezultatelor experimentale.

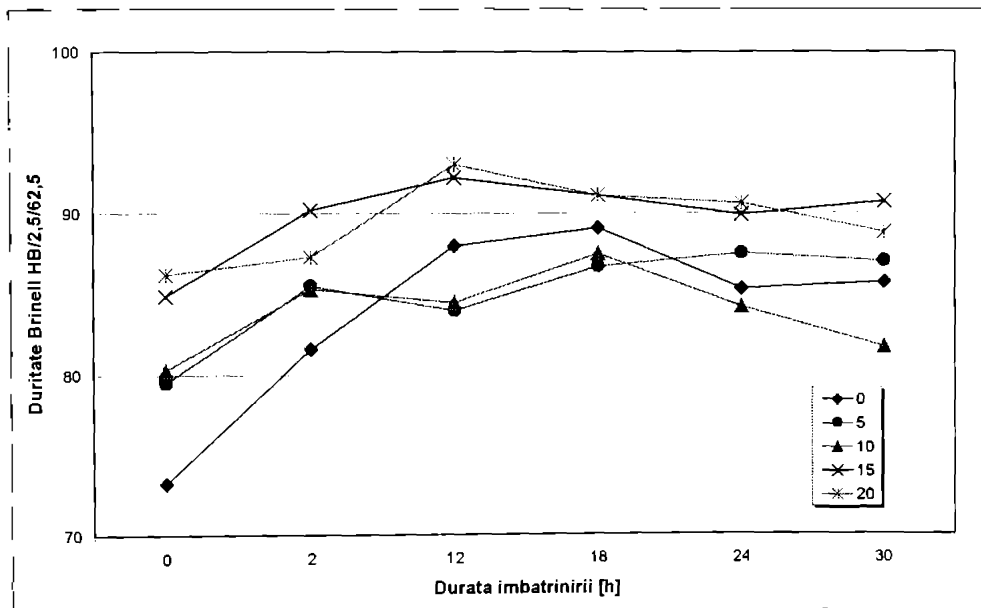


Figura III- 15. Valorile de duritate măsurate experimental în funcție de durata îmbătrînirii și proporția armării.

⁷ Măsurătorile au fost efectuate la Institutul Național de Metrologie, Filiala Timișoara

Tabelul III- 6. Valorile de duritate HB/62,5/2,5 rezultate în urma îmbătrînirii compozitelor.

Durata îmbătrînirii (h)	Duritatea de duritate HB/62,5			
	0%	5%	10%	15%
0	78,2	81,5	80,5	86,2
2	81,6	83,5	85,5	87,3
12	88,0	92,5	92,5	98,0
18	89,1	91,5	87,5	91,1
24	85,3	87,5	84,2	90,6
30	85,7	87,0	81,7	88,6

Tabelul III- 7. Diferențele de duritate realizate în funcție de durata îmbătrînirii și gradul de armare.

Durata îmbătrînirii (h)	Diferența de duritate HB/62,5			
	0%	5%	10%	15%
0	0	0	0	0
2	0	0	0	0
12	14,8	11,0	12,0	11,8
18	15,9	10,0	7,2	6,2
24	12,1	8,0	3,9	5
30	12,5	9,5	11,4	2,6

III-2.4. Analiza statistică a rezultatelor obținute

III-2.4.1. Considerații generale

Scopul principal al regresiei multiple este de a exprima printr-un model matematic o relație între 2 sau mai multe variabile, una dependentă y , numită și criterială sau de răspuns, și un număr de k variabile independente sau de predicție notate x_1, x_2, \dots, x_k . Expresia matematică a relației se numește ecuația de regresie.

Modelul trebuie să corespundă unui set de date experimentale. Cele mai folosite modele pentru studiul fenomenelor din știința materialelor este de formă polinomială, caz în care problema generală este stabilirea unei dependențe de tipul:

$$y = B_0 + B_1 \cdot x_1 + B_2 \cdot x_2 + \dots + B_k \cdot x_k + \varepsilon \quad (7)$$

Coefficienții de tipul B_i se vor numi în continuare coeficienți de regresie, iar pentru determinarea lor se va folosi metoda celor mai mici pătrate.

Tabelul III- 8. Setul de date pentru regresia liniară multiplă.

y	x_1	x_2	x_3	x_4
y_1	x_{11}	x_{21}	x_{31}	x_{41}
y_2	x_{12}	x_{22}	x_{32}	x_{42}
y_3	x_{13}	x_{23}	x_{33}	x_{43}
y_4	x_{14}	x_{24}	x_{34}	x_{44}
y_5	x_{15}	x_{25}	x_{35}	x_{45}
y_6	x_{16}	x_{26}	x_{36}	x_{46}
y_7	x_{17}	x_{27}	x_{37}	x_{47}
y_8	x_{18}	x_{28}	x_{38}	x_{48}
y_9	x_{19}	x_{29}	x_{39}	x_{49}
y_{10}	x_{110}	x_{210}	x_{310}	x_{410}

Termenul ε este eroarea întâmplătoare, avînd media egală cu 0 ($\text{Err}(\varepsilon) = 0$), iar varianța egală cu σ^2 . ($V(\varepsilon) = \sigma^2$) Procedura de calcul presupune de asemenea că erorile $\{\varepsilon\}$ sunt variabile întâmplătoare și necorelate.

Presupunînd că pentru stabilirea regresiei există disponibil un număr de observații $n > k$, atunci datele inițiale ale problemei vor fi de forma prezentată în tabelul III-8:

În cazul de față pe coloane s-au reprezentat nivele diferite ale aceleiași mărimi.

Folosind datele experimentale, ecuația modelului de regresie multiplă se poate scrie sub forma:

$$y_j = B_0 + B_1 x_{1j} + B_2 x_{2j} + \dots + B_k x_{kj} + \varepsilon_j = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i x_{ij} + \varepsilon_j \quad j = 1, 2, \dots, n \quad (8)$$

cota la origine în spațiul multidimensional a ecuației de regresie se poate calcula prin relația:

$$B'_0 = B_0 + B_1 \bar{x}_1 + B_2 \bar{x}_2 + \dots + B_k \bar{x}_k \quad (9)$$

unde $\bar{x}_i = (1/n) \sum_{j=1}^n x_{ij}$ este valoarea medie a variabilei de regresie de rangul i , astfel încît modelul devine:

$$y_j = B'_0 + \sum_{i=1}^k B_i (x_{ij} - \bar{x}_i) + \varepsilon_j, \quad j = 1, 2, \dots, n \quad (10)$$

iar funcția care definește cele mai mici pătrate este:

$$L = \sum_{j=1}^n \left[y_j - B'_0 - \sum_{i=1}^k B_i (x_{ij} - \bar{x}_i) \right]^2 \quad (11)$$

Se definește de asemenea:

$$S_{y_i} = \sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 = \sum_{j=1}^n x_{ij}^2 - \frac{\left(\sum_{j=1}^n x_{ij} \right)^2}{n} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad (12)$$

$$S_{r_s} = S_{r_r} = \sum_{j=1}^n (x_{rj} - \bar{x}_r)(x_{sj} - \bar{x}_s) = \sum_{j=1}^n x_{rj} x_{sj} - \frac{\left(\sum_{j=1}^n S_{y_r} \right) \left(\sum_{j=1}^n x_{sj} \right)}{n} \quad r \neq s \quad (13)$$

$$S_{iy} = \sum_{j=1}^n y_j (x_{ij} - \bar{x}_i) = \sum_{j=1}^n y_j x_{ij} - \frac{\left(\sum_{j=1}^n y_j \right) \left(\sum_{j=1}^n x_{ij} \right)}{n} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad (14)$$

Se remarcă faptul că S_{ij} este suma corectată a pătratelor variabilei de ordinul i , S_{rs} este suma corectată a efectelor încrucișate între x_r și x_s , iar S_{iy} este suma corectată a efectelor încrucișate dintre x_i și y .

Valorile estimate ale coeficienților $B'_0, B_1, B_2, \dots, B_k$, notate $\hat{B}'_0, \hat{B}_1, \hat{B}_2, \dots, \hat{B}_k$ trebuie să satisfacă următoarele condiții:

$$\frac{\partial L}{\partial B'_0} = -2 \left[\sum_{j=1}^n y_j - \hat{B}'_0 - \sum_{n=1}^k \hat{B}_n (x_{nj} - x_n) \right] = 0 \quad (15)$$

$$\frac{\partial L}{\partial B_i} = -2 \left[\sum_{j=1}^n y_j (x_{ij} - x_i) - \hat{B}'_0 (x_{ij} - x_i) - \sum_{n=1}^k \hat{B}_n (x_{nj} - x_n) (x_{ij} - x_i) \right] = 0 \quad i = 1, 2, \dots, k \quad (16)$$

prin simplificarea ecuațiilor (15) și (16), ținând seama și de relațiile (12), (13), (14) se obțin ecuațiile normalizate ale celor mai mici pătrate:

$$n\hat{B}'_0 = \sum_{j=1}^n y_j \quad (17)$$

$$\hat{B}_1 S_{j1} + \hat{B}_2 S_{j2} + \dots + \hat{B}_k S_{jk} = S_{jy} \quad i = 1, 2, \dots, k$$

De remarcat că există $p = k + 1$ ecuații normalizate, câte una pentru fiecare coeficient de regresie care trebuie aflat. Soluția ecuațiilor normalizate este reprezentată de către valorile estimate prin cele mai mici pătrate $\hat{B}'_0, \hat{B}_1, \hat{B}_2, \dots, \hat{B}_k$.

Exprimarea ecuațiilor normalizate permite o rezolvare mai ușoară, inclusiv prin folosirea tehnicii de calcul, prin exprimarea sub formă matriceală. Astfel ecuația (8) se poate exprima sub următoarea formă:

$$Y = XB + E \quad (18)$$

în care:

$$Y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix} \quad X = \begin{bmatrix} 1 & (x_{11} - x_1) & (x_{21} - x_2) & \dots & (x_{k1} - x_k) \\ 1 & (x_{12} - x_1) & (x_{22} - x_2) & \dots & (x_{k2} - x_k) \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 1 & (x_{1n} - x_1) & (x_{2n} - x_2) & \dots & (x_{kn} - x_k) \end{bmatrix} \quad (19)$$

$$B = \begin{bmatrix} B'_0 \\ B_1 \\ \vdots \\ B_k \end{bmatrix} \quad E = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \vdots \\ \varepsilon_n \end{bmatrix}$$

În cazul general, Y este un vector al valorilor de răspuns cu dimensiunile $(n \times 1)$, X este o matrice $(n \times p)$ a nivelelor pentru variabilele independente, B este vectorul $(p \times 1)$ al coeficienților de regresie, iar E este un vector al erorilor aleatoare avînd dimensiunile $(n \times 1)$. Algoritmul de calcul adoptat urmărește determinarea unui vector \hat{B} al valorilor estimate prin cele mai mici pătrate care asigură minimizarea expresiei:

$$L = \sum_{j=1}^n \varepsilon_j^2 = E'E = (Y - XB)'(Y - XB) \quad (20)$$

De remarcat că L poate fi exprimat sub forma:

$$L = Y'Y - B'X'Y - Y'XB + B'X'XB = Y'Y - 2B'X'Y + B'X'XB \quad (21)$$

deoarece $B'X'Y$ este o matrice (1×1) , adică un scalar, iar transpusul său $(B'X'Y)' = Y'XB$ este de asemenea același scalar. Valorile estimate prin cele mai mici pătrate trebuie să satisfacă următoarea relație:

$$\frac{\partial L}{\partial B} = -2X'Y + 2X'XB = 0 \quad (22)$$

care simplificată devine:

$$X'XB = X'Y \quad (23)$$

Această ultimă relație reprezintă ecuațiile normalizate ale celor mai mici pătrate, fiind echivalente cu ecuațiile (17). Pentru rezolvare se înmulțesc amândoi membri ai ecuației (23) cu inversul lui $X'X$, obținându-se valorile estimate prin cele mai mici pătrate ale coeficienților de regresie B :

$$\hat{B} = (X'X)^{-1}X'Y \quad (24)$$

Prin scrierea detaliată a relației (23) se obține următoarea formă:

$$\begin{bmatrix} n & 0 & 0 & 0 \\ 0 & S_{11} & S_{12} & \dots & S_{1k} \\ 0 & S_{12} & S_{22} & \dots & S_{2k} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & S_{1k} & S_{2k} & \dots & S_{kk} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \hat{B}_0 \\ \hat{B}_1 \\ \hat{B}_2 \\ \vdots \\ \hat{B}_k \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sum_{j=1}^n y_j \\ S_{11} \\ S_{21} \\ \vdots \\ S_{k1} \end{bmatrix} \quad (25)$$

Prin efectuarea operațiilor de multiplicare se obțin formele scalare ale ecuațiilor normalizate. În forma prezentată de relația (25) se vede că termenul $X'X$ este o matrice simetrică $(p \times p)$, iar $X'Y$ este un vector coloană $(p \times 1)$. Termenul $X'X$ are o structură specială, diagonala fiind formată din sumele pătratelor coloanelor lui X , iar celelalte celule reprezintă sumele produselor încrucișate¹ ale coloanelor lui X .

După determinare, proprietățile statistice ale valorilor estimate prin cele mai mici pătrate ale coeficienților de regresie sunt investigate, pentru a se verifica valorile și distribuția reziduurilor. Astfel erorile întâmplătoare, datorate experimentului se pot exprima prin următoarele expresii:

$$\begin{aligned} Err(\hat{B}) &= Err\left\{(X'X)^{-1}X'Y\right\} \\ &= Err\left\{(X'X)^{-1}X'(XB + E)\right\} \\ &= Err\left\{(X'X)^{-1}X'XB + (X'X)^{-1}X'E\right\} \\ &= B \end{aligned} \quad (26)$$

În calculul expresiei de mai sus s-a ținut seama de faptul că $Err(E)=0$, iar $(X'X)^{-1}X'X=I$. Astfel \hat{B} este o estimare independentă a lui B .

Proprietățile de varianță a ale lui \hat{B} sunt exprimate de către matricea de covarianță:

$$Cov(\hat{B}) = Err\left\{[\hat{B} - Err(\hat{B})][\hat{B} - Err(\hat{B})]'\right\} \quad (27)$$

¹ engl. cross-products

Aceasta este o matrice simetrică, a cărei diagonală principală de ordinul i reprezintă varianțele elementelor \hat{B}_i , iar elementele (ij) sunt covarianțele între \hat{B}_i și \hat{B}_j . Matricea de covarianță a lui \hat{B} este:

$$\text{Cov}(\hat{B}) = \sigma^2 (X'X)^{-1} \quad (28)$$

III-2.4.2. Modelul liniar general

Considerînd ca variabila dependentă de răspuns pentru studiul transformărilor structurale duritatea Brinell (HB), rezultată în urma tratamentului de îmbătrînire, se pune problema unei analize multifactoriale de varianță, care să identifice posibilele influențe și legături cauzale existente între duritatea Brinell și cei doi factori independenți luați în studiu, durata de îmbătrînire (t) și proporția volumică a particulelor ceramice (%SiC).

În figura III-15 se prezintă grafic valorile de duritate obținute experimental, avînd ca mărimi de reprezentare duritatea și ponderea volumică a particulelor de SiC.

Tabelul III- 9. Valorile coeficienților și intervalele de încredere de 95% pentru modelul liniar general.

Parametru	Estimare	Abatere standard	Limită inferioară	Limită superioară	VIF
Constanta	79,5193	0,618912	76,058	82,9807	
%SiC	0,47543	0,0131091	0,192811	0,758049	2,72321
t	0,255862	0,0012415	0,0637623	0,447962	3,0
%SiC * t	-0,0106114	0,000791056	-0,0262963	0,00507351	4,72321

Procedura statistică adoptată permite atât depistarea factorilor cu efecte semnificative din punct de vedere statistic asupra mărimii de răspuns, cât și o investigație completă asupra unor posibile interacțiuni între factorii independenți.

Astfel într-o primă analiză, efectuată pentru un model liniar general, vor rezulta coeficienții de regresie și intervalele de încredere corespunzătoare nivelului de 95%, prezentate în tabelul III-9.

Prin %SiC * t s-a notat coeficientul efectului încrucișat pe care cei doi factori conținuți de model îl au asupra varianței.

În ultima coloană s-a calculat valoarea unui coeficient de inflație a varianței VIF^{**} , care poate fi folosit la cuantificarea corelării care există între variabile, pentru modelul general adoptat. O valoare mai mare de 10 indică o serioasă multicolaritate, care va duce la creșterea erorii de estimare a coeficienților. Faptul că în cazul considerat toate valorile VIF sunt sub acest prag semnifică un bun grad de ortogonalitate a colecției de măsurători aplicate probelor și că eșantionul de probe a fost ales corect.

În ceea ce privește mediile valorilor de duritate înregistrate la măsurare și limitele intervalului de încredere stabilite de modelul general ele sunt redată în tabelul III-10:

Tabelul III- 10. Valorile medii ale celor mai mici pătrate pentru duritate și limitele de încredere la 95%.

Nivel	Număr de valori	%SiC	Abatere standard	Limită inferioară	Limită superioară
Media generală	30	31,2	0,589142	35,209	87,631

** engl. crossed effect.

** engl. variance inflation factor.

Mărimile statistice rezultate pentru studiul varianței sunt prezentate în tabelul III-11, notațiile folosite avînd următoarele semnificații:

- SS - reprezintă suma pătratelor abaterilor de la valoarea medie:

$$SS = \sum (y_i - \bar{y})^2 \quad (29)$$

- Df – este numărul gradelor de libertate. Pentru cazul considerat, avînd valoarea $n-1$, iar $n = 30$ este numărul de observații experimentale. După cum rezultă din tabel aceste grade de libertate se distribuie între modelul bifactorial și valorile reziduale.
- MS este valoarea medie a pătratelor abaterilor, valoare care se obține raportînd suma pătratelor abaterilor la numărul gradelor de libertate asociate:

$$MS = \frac{SS_i}{Df_i} \quad (30)$$

- Raportul F – reprezintă raportul între varianța a două seturi de valori, fiind de regulă calculată prin raportul mediei pătratelor și fiind destinată a testa diferențele între varianțele celor două seturi. Prezintă semnificație pentru analiza statistică a varianței comparația între media pătratelor MS_m pentru model (sau în general pentru valorile produse de un anumit factor) și MS_E cea pentru erorile introduse de către model, exprimate prin reziduuri:

$$F = \frac{MS_m}{MS_E} \quad (31)$$

O valoare mai mare a raportului F are semnificația unei varianțe mai reduse a erorilor pentru grupul de valori considerat și indică o partiție bazată pe o bună corelație a valorilor pe care le cuprinde. Valoarea raportului F , calculată conform relației (4) se compară cu o valoare de referință F_0 . Din punct de vedere teoretic dacă $F > F_0$ atunci este posibilă respingerea ipotezei nule, care stă la baza calcului statistic al varianței, alături de ipoteza alternativă:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 \quad (32)$$

unde μ_1 și μ_2 sunt valorile medii anticipate pentru două colecții diferite de date, avînd un număr foarte mare de valori.

Respingerea primei ipoteze permite să se afirme că grupul de date luate în studiu prezintă varianțe diferite pentru nivele distincte ale aceluiași factor.

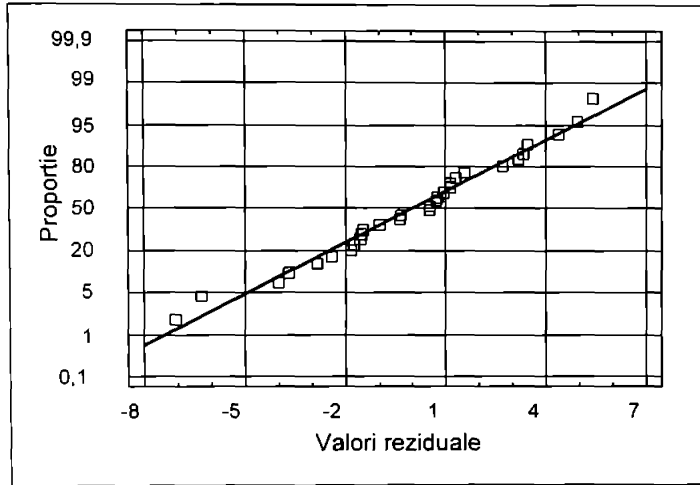
- Nivelul p – are valoarea unei estimări a gradului în care valorile măsurate au semnificație statistică. Cu cît valoarea sa este mai mică, cu alît corelația studiată are un grad de încredere mai ridicat.

În cazul de față valoarea $p = 0,0005$ fiind foarte mică, inferioară unui nivel p de 0,01, corespunzătoare unui nivel de încredere de 99%, este foarte probabil ca în modelul considerat să existe corelație între variabilele luate în studiu.

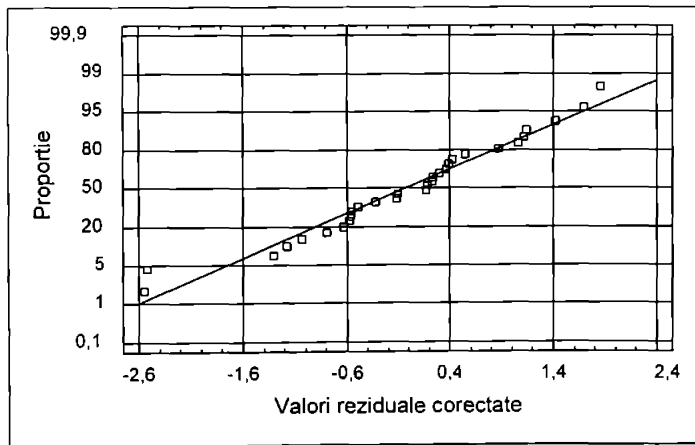
Tabelul III- 11. Analiza mărimilor statistice pentru modelul liniar general

Sursa	Suma pătratelor SS	Grade de libertate D	Media pătratelor MS	Raportul F	Nivelul p
Model	257,159	3	85,7196	15,2	0,0005
Rezidual	270,729	26	10,4127		
Total (corectat)	527,888	29			

Gradul în care un model general este adecvat descrierii unui fenomen, în cazul de față tratamentul de îmbătrânire al probelor de material compozit, trebuie să fie analizat și din punctul de vedere al valorilor reziduale. Acestea exprimă abaterea de la modelul de regresie a valorilor experimentale, o modelare corespunzătoare impunând valori reduse ale acestor reziduuri, precum și o distribuție normală a acestora față de mediile determinate de modelul calculat.



(a)



(b)

Figura III- 16. Valorile reziduale ale modelului liniar general: a. valori absolute, b. valori corectate prin distribuția Student

O primă etapă o reprezintă determinarea valorilor reziduale exagerat de mari⁷. Acestea sunt reprezentate în tabelul III-12:

⁷engl *unusual residuals*

Tabelul III- 12. Cazurile experimentale cu valori reziduale exagerat de mari.

Numărul cazului	Rezultatul experimental	Rezultatul estimat	Reziduu	Rezultatul corectat
18	7,2	7,1931	0,0069	7,1931
18	31,7	31,6366	0,0634	31,6366

În prima coloană au fost introduse numerele de ordine ale valorilor experimentale conform tabelului centralizat de rezultate experimentale. Astfel cazul 1 reprezintă duritatea probei nearmată (%SiC = 0) și nesupusă îmbătrînirii (durata de îmbătrînire nulă $t = 0$), iar cazul 18 este reprezentat de duritatea probei armată cu 15% carbură de siliciu (%SiC = 15) și îmbătrînită timp de 30 de ore ($t = 30$). Următoarele două coloane conțin duritățile experimentale, respectiv cele estimate după modelul liniar general. Cea de a patra coloană conține valoarea reziduală, reprezentînd diferența algebrică dintre valorile experimentale și cele estimate. În ultima coloană s-a calculat valoarea corectată a reziduurilor.

Această corecție este necesară, prin raportare la distribuția *Student*, pentru toate experimentele care conțin un număr mai mic de 120 de cazuri, limită de la care distribuția *Student* este practic echivalentă cu cea normală. Prin această valoare se determină cîte dintre abaterile standard se îndepărtează de modelul regresiei, folosindu-se ca bază de calcul toate celelalte valori în afară de cea testată. În cazul de față se constată că există 2 valori mai mari decît 2, dar mai mici decît 3, ceea ce indică faptul că aceste reziduuri nu sunt exagerat de mari.

Dispersia valorilor reziduale sunt reprezentate grafic în figura III-16 a în valori absolute, iar în figura III-16 b în valori corectate. Amîndouă reprezentările arată o distribuție apropiată de cea normală, care este figurată printr-o linie continuă.

Analiza valorilor reziduale, impune și calculul următoarelor mărimi statistice:

- Eroarea medie pătratică MSE = 10,4127;
- Eroarea medie absolută MAE = 2,40602;
- Eroarea procentuală medie absolută MAPE = 2,8259;
- Eroarea medie ME = $-2,0842 \cdot 10^{-14}$;
- Eroarea procentuală medie MPE = -0,127345;

Primele 3 dintre aceste mărimi măsoară mărimea erorii, valorile relativ reduse obținute indicînd faptul că modelul general este adecvat.

Ultimele două mărimi indică erorile sistematice cauzate de perturbațiile date de metoda experimentală, fiind de dorit a fi cît mai mici, situație realizată în cazul modelului considerat.

Măsura în care modelul de regresie folosit realizează o aproximare rezonabilă a fenomenelor structurale ce determină modificări de duritate în timpul îmbătrînirii se poate testa prin determinarea unor puncte de influență mărită. Prezentarea acestor puncte și criteriile statistice prin care au fost determinate sunt sintetizate în tabelul următor:

Tabelul III- 13. Cazurile expernentale cu influență mărită asupra modelului.

Numărul cazului	Nivel de influență	Distanta Mahalanobis	DFITS	Distanta Cook
18	0,272321	9,51297	-1,54228	0,0977099
18	0,101957	2,2134	-0,85646	0,0138762

Valoarea medie a nivelului de influență^{*} pentru un caz experimental este de 0,133333. În tabelul de mai sus se prezintă toate cazurile experimentale care au un asemenea nivel mai mare decât de 3 ori valoarea medie sau cele care au o valoare neobișnuit de mare pentru mărimile DFIT sau distanța Cook:

- Nivelul de influență exprimă cât de mare este ponderea unui anumit caz experimental asupra determinării coeficienților modelului;
- Coeficientul DFIT al unei determinări este o mărime statistică care măsoară cât s-ar modifica coeficienții estimării dacă determinarea respectivă ar fi eliminată din setul de date;
- Distanța Cook și cea a lui Mahalanobis apreciază distanța care există între coeficienții estimați, cu și fără fiecare dintre observațiile experimentale.

Față de valoarea medie calculată a nivelului de influență de 0,133333, nu există nici un punct care să prezinte un nivel mai mare decât de 3 ori valoarea medie.

Cele 2 cazuri prezentate în tabel, având numerele de ordine 1 și 18 au valori neobișnuit de mari ai coeficientului DFITS, dar distanța Cook și cea Mahalanobis este în limite normale.

Se poate concluziona că din punctul de vedere al nivelului de influență al datelor experimentale, aceasta este relativ uniform distribuită între cazurile experimentale, modelul general liniar fiind adecvat studiului experimental.

Concluzii: Studiul statistic a modului în care un model liniar general reprezintă o reprezentare potrivită a variației de duritate pe parcursul îmbătrînirii, la compozite având diferite proporții de armare cu particule ceramice din carbură de siliciu, permite a se concluziona că acest model poate fi utilizat cu succes, rezultatele obținute putând fi luate ca bază de discuție în cuantificarea influențelor unor parametri:

- Modelul utilizat are un grad ridicat de încredere relativ la parametri luați în studiu;
- Valorile reziduale au valori mici și au o distribuție echilibrată în raport cu o distribuție normală, neexistând corelații între ele;
- Influența punctelor experimentale asupra coeficienților modelului este distribuită uniform în setul de date, neexistând cazuri cu influență excesivă;
- Setul de date experimentale este corespunzător ales, având un bun grad de ortogonalitate, neexistând multicolaritate accentuată care să influențeze negativ mărimea erorilor;
- Influența metodei experimentale este redusă, aceasta introducând perturbații reduse.

Din motivele arătate mai sus, în stabilirea relațiilor de regresie multiplă se va merge în continuare pe alegerea unui model liniar, procedura de selecție și calculul mărimilor statistice necesare analizei fiind prezentate în continuare.

III-2.4.3. Alegerea modelului de regresie liniară

Alegerea tipului de model pentru regresie liniară, care este cel mai adecvat reprezentării variației durității obținute la îmbătrânire, în funcție de durata acestui tratament, precum și de gradul de armare cu particule ceramice, se face pornind de la următoarele presupuneri inițiale:

- Număr de variabile dependente: 1 – ca variabilă dependentă de răspuns se alege duritatea Brinell măsurată pentru cele 30 de cazuri;
- Număr de factori cantitativi: 2 – se aleg ca variabile independente, presupuse a avea influență asupra durității rezultate, durata îmbătrînirii (t) și procentul de armare cu (%SiC).

Număr de factori categoriali: 0.

- În modelul considerat se va estima și posibilul efect încrucișat al celor doi factori

^{*} engl. *leverage*

independenți enumerați anterior. Acesta se va nota prin %SiC* f.

În privința sensului fizic, modelul ales trebuie să ofere indicii dacă, așa cum s-a presupus, gradul de armare cu particule influențează desfășurarea separării prin difuzie a fazelor secundare, din cel puțin 2 puncte de vedere:

- Prezența particulelor influențează durata necesară durificării maxime.
- Proporția volumică de particule influențează efectul pe care separarea fazelor intermetalice îl are asupra durității totale sau modificarea de duritate prin armare se datorează exclusiv introducerii particulelor.

Determinarea mărimilor statistice care determină varianța factorilor de influență relativ la mărimea de răspuns, duritatea Brinell, după metoda ANOVA permite estimarea influenței exercitate de fiecare termen al modelului. Datele sunt sintetizate în tabelul următor. Calculul tuturor valorilor raportului F s-a bazat pe eroarea medie pătratică a reziduurilor, conform relației (31).

Tabelul III- 14. Valorile mărimilor statistice pentru suma pătratelor de tipul III.

Sursa	Suma pătratelor SS	Grade de libertate Df	Media pătratelor MS	Raportul F	Valoare p
%SiC	124,504	1	124,504	111,916	0,0019
f	78,0493	1	78,0493	70	0,0110
%SiC* f	20,1368	1	85,7196	77,015	0,1761
Rezidual	270,729	24	10,4127		
Total (corectat)	527,888				

Datele din tabelul de varianță (ANOVA) prezentat în cele de mai sus, pentru modelul liniar cu doi factori independenți de influență, conduc la următoarele concluzii:

- criteriul p este mai mic decât 0,01 pentru factorul "proporție de armare" %SiC, având valoarea 0,0019, sau în apropierea acestei valori (0,0110) pentru "durata îmbătrînirii" f , ceea ce înseamnă că factorii aleși pentru studiu exercită o influență statistică semnificativă asupra durității, relativ la nivelul de încredere de 99%.
- faptul că pentru termenul de tip $A*B$ reprezentat de efectul încrucișat al duratei de îmbătrînire și al proporției de armare %SiC* f , valoarea p este mai mare decât 0,1 semnifică faptul că nu există o influență reciprocă puternică între cei doi factori %SiC și f , care să producă efecte asupra durității rezultate. Rezultă că armarea cu particule nu produce creșterea durității prin influențe asupra precipitărilor de faze secundare, ci numai în mod direct prin mecanismele cunoscute.

În cadrul analizei statistice a modelului de regresie liniară se mai calculează coeficientul de determinare statistică a modelului, R -pătrat², care măsoară proporția în care modelul considerat explică variabilitatea după Y . Acest coeficient se exprimă procentual printr-o valoare cuprinsă între 0 și 100, și se va nota în cele ce urmează prin R_p . Valoarea mărimii R_p este dată de următoarea relație:

$$R_p = \frac{SS_m}{SS_{total}} \quad (33)$$

SS_m și SS_{total} fiind suma pătratelor termenilor modelului, respectiv a tuturor termenilor.

Aplicarea modelului liniar considerat va produce o valoare a lui R_p egală cu 48,7146 %, diferența pînă la 100% a varianței valorilor rezultate putînd fi explicată de alte influențe. Dacă această valoare se corectează în funcție de numărul de grade de libertate existenți în

² engl. R - Squared.

model se obține $R_{pc}=42,7971\%$. Această din urmă mărime este adecvată comparării unor modele cu grade de libertate diferite.

Abaterea standard a estimării S dată de model este rădăcină pătrată din abaterea medie pătrată sau varianța S^2 și se calculează prin relația:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}} \quad (34)$$

și are valoarea $S=3,22687$.

Eroarea medie absolută $Ema=2,40602$, reprezintă media valorilor absolute ale reziduurilor, o valoare mai scăzută indicând un model cu adecvare mai bună.

Aceste mărimi statistice sunt prezentate în mod sintetic în tabelul următor:

Tabelul III- 15 .Mărimile statistice ale modelului linear bifactorial pentru duritate.

	Valoare
Coeficientul de corelație între variabilele %SiC și t	48,7146 %
Coeficientul de corelație între variabilele duritate și %SiC	42,7971 %
Abaterea medie pătrată a modelului	3,22687
Abaterea medie absolută a modelului	2,40602
Testul Durbin-Watson	1,26403

Calcularea testului Durbin-Watson (DW) permite stabilirea gradului în care există autocorelări sau corelări seriale ale unor factori.

O constatare de mare importanță pe care o oferă modelul adoptat este valoarea mai mică de 1,4 a testului Durbin-Watson. Având în vedere din cele de mai sus că nu s-a determinat o autocorelație semnificativă între cei doi factori %SiC și t , valoarea $DW=1,26403$, mai mică de 1,4, se poate explica prin corelația serială a valorilor de duritate obținute. Într-adevăr valorile durității introduse în model sunt afectate în mod clar de o periodicitate, în ceea ce privește durata îmbătrînirii, pentru toate nivele de armare luate în studiu, duritățile având un maxim la o anumită valoare a duratei de îmbătrînire, corespunzătoare unei durificări maxime.

Prezintă importanță din punctul de vedere a studiului durității obținute și ierarhizarea factorilor în funcție de proporția în care contribuie la explicarea varianței de duritate constatate în timpul experimentului. În tabelul III-16 se prezintă aceste date de varianță rezultate din calcul.

După cum se observă durata de îmbătrînire este în măsură mai mare răspunzătoare de varianța de duritate constatată, aproximativ 64%, față de 36%, cit este produsă de armarea cu particule ceramice.

Tabelul III- 16 .Analiza varianței durității în funcție de factorii "procentul de armare" și "durata îmbătrînirii".

Sursa	Suma pătratelor	Gr. libertate	Medla pătratelor	Contribuția varianței	Procent
Procentul de armare %SiC	216,625	4	54,1562	21,625%	35,83
Durata de îmbătrînirii	311,263	25	12,4505	127,4505	64,17
Total (corectat)	527,888	29			

Ca urmare a constatării că nu există o influență reciprocă a celor doi factori considerați, %SiC și t , pentru studiul regresiei multiple se vor lua în studiu doar modelele care nu conțin termenul de conectare ai acestor doi factori.

În mod concret la alegerea modelului de regresie se folosește analiza comparativă a unor mărimi statistice, pentru un număr de 4 modele liniare posibile, care să includă proporția de armare cu ceramică și durata îmbătrânirii. Cele 4 modele au un număr diferit de coeficienți, cuprins între 1 și 3 (coeficienții variabilelor dependente și constanta).

În tabelul următor se prezintă valorile calculate pentru toate cele 4 combinații posibile, care includ variabilele independente t și $\%SiC$. Sunt luate în considerație eroarea medie pătratică (S^2), coeficientul R-pătrat (R_p), coeficientul R-pătrat corectat prin gradele de libertate (R_{pc}) și coeficientul statistic a lui Mallow notat C_p .

Tabelul III- 17 . Valorile mărimilor folosite ca și criterii de alegere a modelului liniar.

	R_p	R_{pc}	C_p	Variabile Incluse
119,267	0,0	0,0	21,0018	
115,9183	15,1936	2,10007	15,5567	t
116,2525	29,7064	2,19219	8,44515	$\%SiC$
110,7729	48,7146	0,746	3,0	t , $\%SiC$

Reprezentarea mărimilor folosite ca și criterii pentru alegerea modelului de regresie multiplă cel mai adecvat, dintre cele 4 disponibile, se face în funcție de numărul de coeficienți conținuți de aceste modele:

- Modelul conținând un singur coeficient este reprezentat doar de constantă, nici una dintre variabile nefiind inclusă (primul caz din tabelul III-17);
- 2 dintre modele vor avea câte 2 coeficienți, pe lângă constantă va fi inclus unul dintre coeficienții celor două variabile (cel de al doilea și cel de al treilea caz din tabel);
- un singur model va conține 3 coeficienți, în afara constantei fiind prezenți coeficienții ambelor variabile (al patrulea caz prezentat în tabelul III-17).
- Pentru selecția modelului de regresie multiplă avînd un număr optim de termeni, respectiv de coeficienți, în funcție de criteriile menționate, s-au reprezentat grafic variațiile acestor criterii în funcție de numărul coeficienților în figurile III-17, III-18, III-19 și III-20, conform datelor prezentate în tabelul III-17.

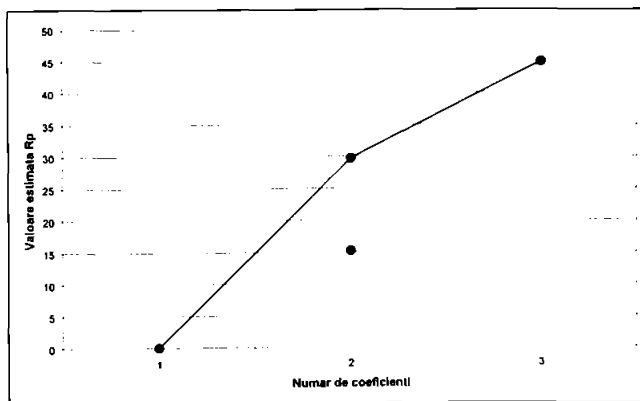


Figura III- 17. Variația coeficientului de determinare statistica R_p în funcție de numărul coeficienților conținuți de modelul de regresie multiplă.

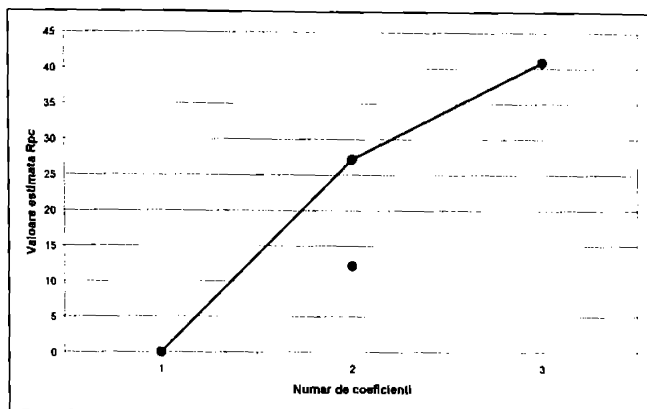


Figura III- 18. Coeficientul corectat R_{pc} în funcție de numărul coeficienților modelului de regresie.

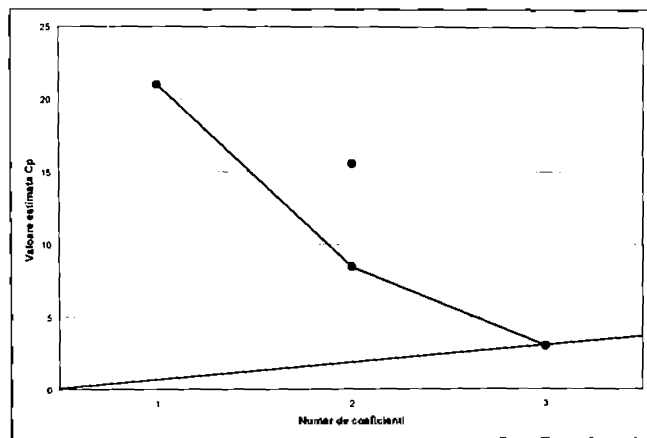


Figura III- 19. Coeficientului C_p a lui Mallow în funcție de numărul coeficienților regresiei multiple.

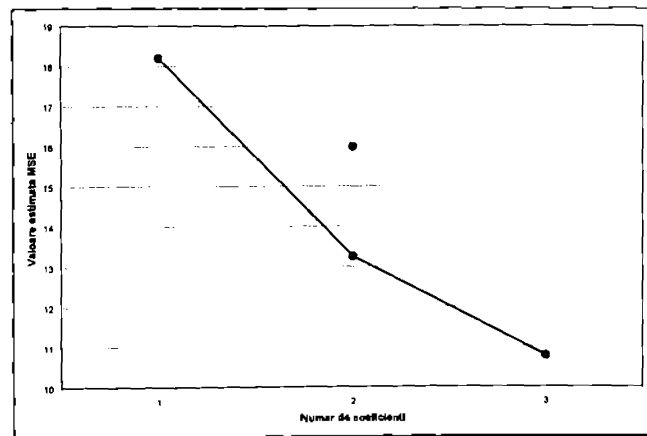


Figura III- 20. Eroarea medie pătrată funcție de numărul coeficienților conținuți de modelul regresiei multiple.

Analiza acestor reprezentări grafice permite formularea următoarelor concluzii

- Atât din punctul de vedere al coeficientului de determinare statistica R_p cât și al coeficientului corectat de determinare statistica R_{pc} , modelul de regresie cel mai adecvat este cel având valorile cele mai mari, adică cel care are 3 coeficienți: constanta și coeficienții celor 2 factori independenți %SiC și t .
- Dacă se iau ca și criterii de evaluare coeficientul C_p al lui Mallow sau eroarea medie pătrată, modelul cel mai bun este cel având valorile cele mai mici. Regresia multiplă cu 3 coeficienți este și în acest caz cea mai potrivită modelării variației de duritate.

Concluzii:

- În cele ce urmează la analiza varianței datelor experimentale se vor lua în considerare influențele produse de către cei doi factori, gradul de armare și durata îmbătrînirii, fără a lua în calcul efectele reciproce între acești factori, care sau dovedit a nu avea semnificație statistică.
- Pentru descrierea variației de duritate se va urmări determinarea unui model de regresie multiplă cu 3 coeficienți de tipul:

$$HB = B_1 + B_2 \cdot \%SiC + B_3 \cdot t \quad (35)$$

III-2.4.4. Analiza de varianță

Analiza varianței pentru setul de date experimentale considerat se bazează pe metoda de tip ANOVA. Această metodă presupune că varianțele mărimilor măsurate se pot diviza în mai mulți termeni, corespunzători influențelor a diferiți factori, respectiv unor influențe aleatoare.

În cele ce urmează prin varianța sau abaterea medie pătrată a unei populații de n valori se înțelege mărimea statistică exprimată prin expresia:

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1} \quad (36)$$

Tabelul ANOVA conținând principalele mărimi statistice pentru modelul liniar cu 3 coeficienți sunt prezentate sintetic în cele ce urmează:

Tabelul III- 18 .Valorile mărimilor statistice pentru modelul liniar cu 3 coeficienți.

Sursa	Suma pătratelor SS	Gradul de libertate (df)	Media pătratelor MS	Valoarea F	Valoare p
%SiC	216,625	1	54,1562	11,69	0,0000
t	218,592	1	43,7184	9,44	0,0001
Rezidual	92,6713	18	4,63357		
Total (corectat)	527,888	20			

Față de valorile similare prezentate în tabelul III-14, pentru un model mult mai general care ia în considerație și efectele reciproce ale celor 2 factori, se poate constata o adecvare mult mai bună din punct de vedere statistic:

- Scăderea importantă a sumei pătratelor și a gradelor de libertate pentru valorile reziduale, ceea ce înseamnă o abatere mult mai mică de la model a valorilor experimentale
- Creșterea valorii raportului F pentru factorul durată, semnificând faptul că modelul

^{*} engl. ANalysis Of VAriance.

adoptat exprimă mult mai bine corelațiile cu acest factor.

- O semnificație asemănătoare o are și scăderea valorii p , exprimând creșterea gradului de încredere pentru model referitor la amândoi factorii. Față de modelul general nivelele se află deasupra pragului de 99%

Reprezentarea valorilor medii ale datelor experimentale, considerând pe rând ca efecte principale mai întâi proporția armării %SiC, apoi durata de îmbătrânire t , se prezintă în figurile III-21 și III-22. De asemenea mărimile statistice generale care definesc datele experimentale sunt sintetizate în figura III-23, unde se reprezintă abaterea și eroarea standard, precum și valorile medii în două reprezentări categoricale, în funcție de nivelul duratei îmbătrînirii, respectiv al proporției de armare.

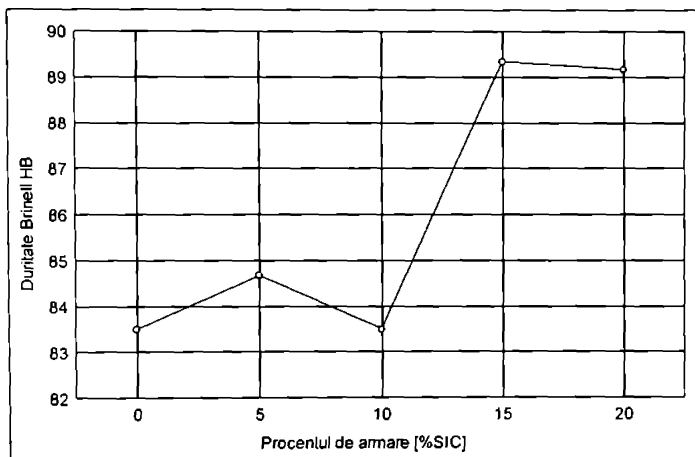


Figura III- 21. Valorile medii ale datelor experimentale considerind ca principal efect procentul de armare.

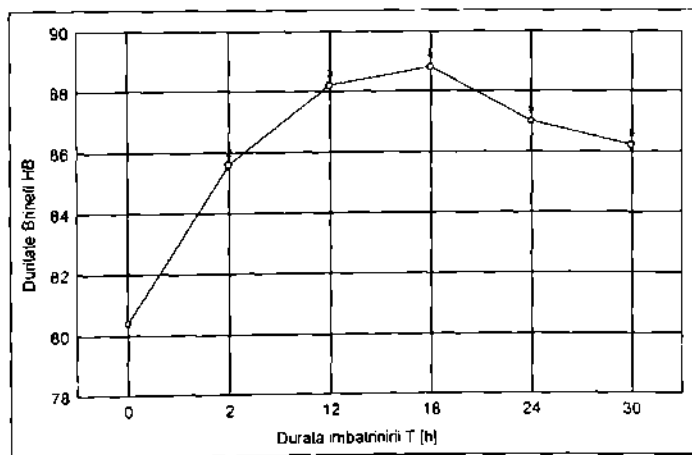
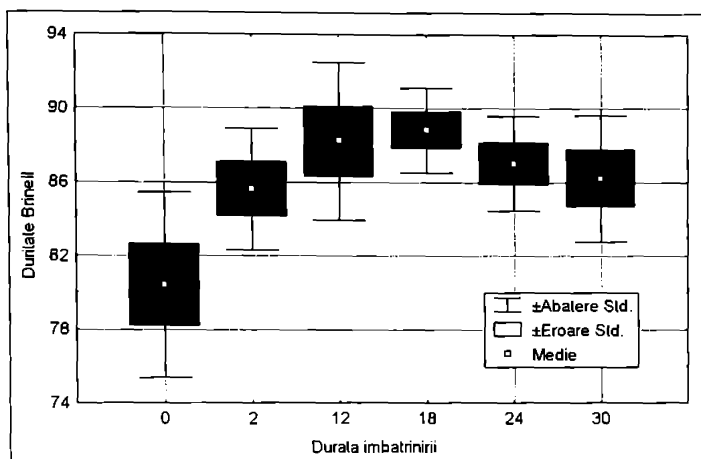
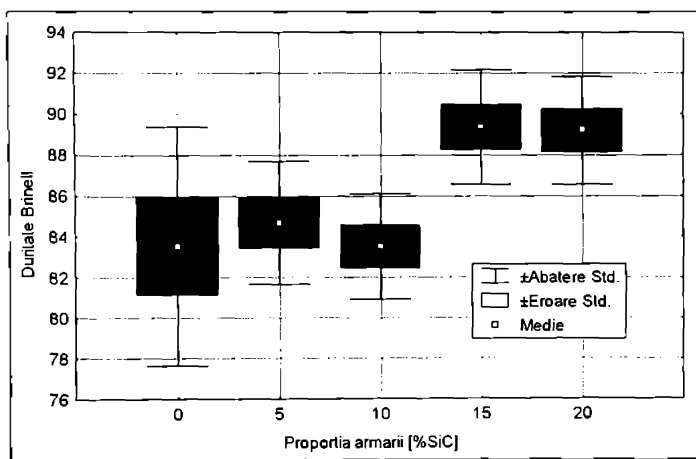


Figura III- 22. Valorile medii ale datelor experimentale considerind ca principal efect durata de îmbătrânire.



(a)



(b)

Figura III- 23. Mărimile statistice ale valorilor experimentale grupate pe categorii în funcție de factorii: a.durata îmbătrînirii. b.proportia de armare.

III-2.4.5. Ecuația de regresie liniară multiplă

Așa cum s-a stabilit anterior, ca urmare a evaluării statistice, modelul care descrie cel mai fidel variațiile dunității în urma tratamentului termic de îmbătrînire, la probe din material compozit având matricea dintr-un aliaj complex de aluminiu, armat în diferite proporții cu particule ceramice din carbură de siliciu, este un model liniar având 3 termeni. Ecuația acestui model are următoarea formă:

$$HB = B_1 + B_2 \cdot \%SiC + B_3 \cdot t \quad (37)$$

În relația (37) HB , $\%SiC$ și t semnifică cele 3 variabile, cea dependentă și cele două independente, iar cu B s-au notat cei 3 coeficienți: B_1 este constanta modelului, reprezentând cota la origine a curbei determinate de ecuația modelului, iar B_2 și B_3 sunt coeficienții celor 2 factori a căror influență este investigată.

Elementele determinante ale modelului sunt sintetizate în tabelul III-19.

Coeficientul β semnifică probabilitatea de eroare, referitoare la cea de a doua ipoteză fundamentală, cea alternativă, descrisă de relația:

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 \quad (38)$$

Aceasta completează prima ipoteză dată de relația (32) și se bazează pe presupunerea că 2 seturi de date experimentale au valori medii diferite. În fapt β reprezintă probabilitatea de respingere a faptului că ipoteza H_1 este falsă sau, în cazul de față, ca o populație experimentală să se suprapună peste modelul considerat, din punctul de vedere al erorilor experimentale, fiind legată în mod direct de mărimea lotului experimental și nu de gradul de adecvare al modelului. Valoarea scade pe măsura creșterii lotului experimental.

Tabelul III- 19. Elementele modelului de regresie multiplă.

Termen	Coeficient B	Eroare standard	Coeficient B	Eroare standard	t (27)	Nivel p.
Constanta			80.76682	11.3422661	60.16772	0.000000
%SiC	0.534838	0.145915	0.32000	0.037451	3.66340	0.001071
t	0.372097	0.146915	0.14418	0.3765613	2.54870	0.016811

O altă mărime legată de numărul de valori experimentale este testul t . Valorile calculate în tabelul III-19 reprezintă nivelele de referință pentru admiterea sau respingerea unui set de valori experimentale, din punctul de vedere al erorilor pe care acestea le prezintă. Calculul acestui nivel de referință este legat direct de numărul gradelor de libertate al modelului după relația:

$$t = \frac{\bar{y} - \mu_0}{S \cdot \sqrt{Df}} \quad (39)$$

în care \bar{y} este valoarea medie a unui lot de valori experimentale, μ_0 este valoarea medie anticipată de model, S - abaterea standard, iar Df numărul gradelor de libertate.

Față de estimările preliminare făcute pe modelul liniar general se constată că mărimile statistice care exprimă adecvarea modelului pentru reprezentarea variației dunității sunt vizibil îmbunătățite, ceea ce confirmă valabilitatea alegerii.

Înlocuind valoarea coeficienților de tip B, calculați în tabelul III-19, în expresia modelului de regresie (15), se obține ecuația de regresie multiplă:

$$HB = 80,76682 + 0,32000 \cdot \%SiC + 0,14418 \cdot t \quad (40)$$

Pentru o analiză pertinentă a ecuației obținute s-au trasat următoarele reprezentări grafice:

1. Graficul bidimensional în coordonate $t - HB$, avînd ca parametru categorial gradul de armare cu particule (Anexa III.5 a).
2. Suprafața de răspuns a variabilei dependente în reprezentare spațială, prin 15 niveluri de valori ale dunității, prezentată în Anexa III.5 b.
3. Reprezentarea bidimensională a dunității prin curbe de nivel, în coordonate $t - \%SiC$ (Anexa III.5 c).

Studiul alurii acestor curbe permite a se desprinde cîteva concluzii importante, privitoare la

influența parametrilor t și %SiC asupra proprietăților mecanice:

- Valorile de duritate ale probelor supuse experimentului cresc pe măsura creșterii gradului de armare cu particule ceramice.
- Comportarea la îmbătrânire a matricei metalice din aliaj de aluminiu durificabil se păstrează indiferent de gradul de armare, în sensul că pe măsura creșterii duratei de tratament duritatea crește până la o valoare corespunzătoare îmbătrînirii optime, după care duritatea începe să scadă, materialul intrând într-o stare de supraîmbătrânire.
- Creșterea gradului de armare produce o tendință evidentă de reducere a duratei corespunzătoare îmbătrînirii optime.
- Efectul de creștere a durității prin tratament termic se atenuează pe măsura creșterii proporției de particule ceramice.

III-2.4.6. Analiza valorilor reziduale

Analiza valorilor reziduale, adică a "proportiei" de varianță a rezultatelor experimentale care nu poate fi explicată de către model, prezintă importanță din punctul de vedere a verificării faptului că în setul de date supuse prelucrării statistice nu se află valori extreme, în mod evident accidentale, care alterează semnificativ coeficienții de regresie, "împingînd" sau "trăgînd" într-un anumit sens curba de regresie și conducînd la valori eronate ale coeficienților de regresie.

În Anexa III.6 a sunt prezentate valorile de duritate măsurate, cele estimate de model și reziduurile, rezultate ca diferențe dintre măsurare și estimare, pentru cele 30 de cazuri experimentale considerate. Au mai fost calculate valorile standardizate ale durităților estimate de ecuația de regresie și valorile standardizate ale reziduurilor. Valoarea standardizată a reziduurilor se calculează prin raportul dintre diferența măsurat-estimat și rădăcina pătrată din media pătratelor reziduurilor. Ea ajută la compararea relativă a reziduurilor.

Pentru depistarea cazurilor experimentale cu abateri exagerat de mari de la ecuația de regresie s-au mai determinat erorile standard estimate de model, distanțele Mahalanobis, valorile reziduale corectate și distanțele Cook.

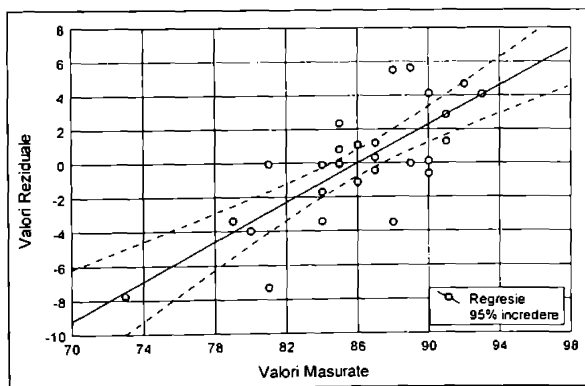


Figura III- 24. Distribuția valorilor reziduale în funcție de valorile măsurate ale durității.

După cum se observă din tabelul mai sus menționat și din reprezentările grafice

.. engl. peak-aged.
.. engl. over-aged.

corespunzătoare, valorile și distribuția reziduurilor sunt asemănătoare celor calculate anterior pentru modelul general.

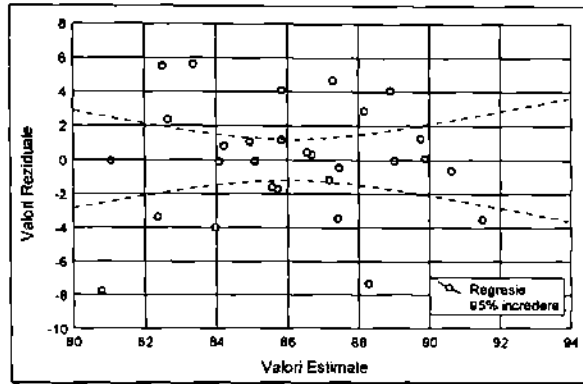


Figura III- 25. Distribuția valorilor reziduale în funcție de valorile estimate ale duriții.

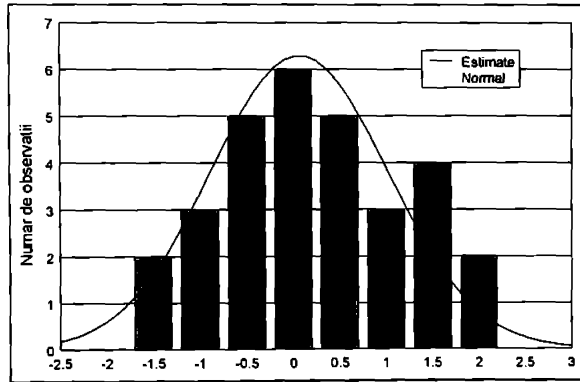


Figura III- 26. Distribuția valorilor standard estimate de modelul regresiei.

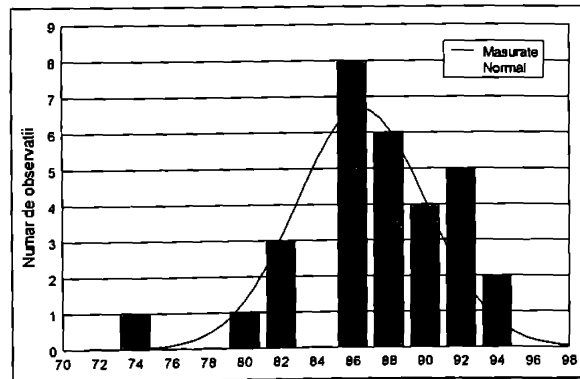


Figura III- 27. Distribuția valorilor standard măsurate ale duriții

Astfel, așa cum rezultă din figura III-24, distribuția reziduurilor pentru valorile măsurate (efective) este simetrică, iar valorile constatate se încadrează în marea lor majoritate într-un interval de încredere de 95%.

De mare importanță este suprapunerea acestei distribuții a valorilor efective peste cea a unei distribuții estimate prin calcul și reprezentată în figura III-25. Aceasta probează validitatea modelului din punctul de vedere al reziduurilor.

Distribuțiile asemănătoare ale valorilor reziduale efective și ale celor estimate, sunt o consecință a faptului că valorile variabilei dependente (duritatea) au o bună coincidență între model și experiment. Acest fapt rezultă din compararea histogramelor din figura III-26, pentru valorile estimate, respectiv figura III-27, pentru duritățile măsurate experimental. Amândouă distribuțiile se apropie de alura distribuției normale, cu o ușoară depășire ale acestor valori normale în zona durităților mai ridicate. Distribuția valorilor efective prezintă o aglomerare mai accentuată în zona mediană.

Distribuțiile valorilor de duritate, în valoare absolută sau standardizate sunt în plus similare distribuțiilor constatate pentru valorile reziduale, fapt care se poate constata prin examinarea figurilor III-28, care prezintă distribuția valorilor reziduale absolute, și figura III-29 pentru aceleași valori standardizate. Distribuția mai apropiată de cea normală pentru reziduurile standardizate indică o simetrie remarcabilă a modelului de regresie.

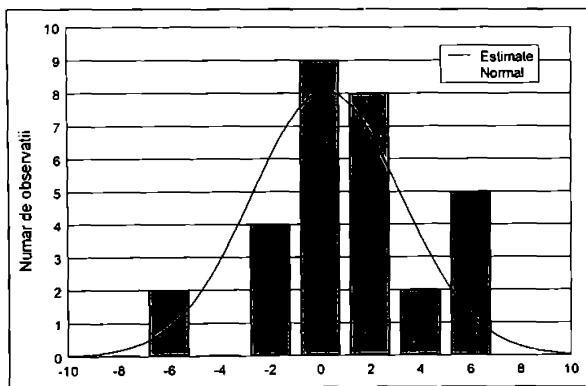


Figura III- 28. Distribuția valorilor reziduale absolute.

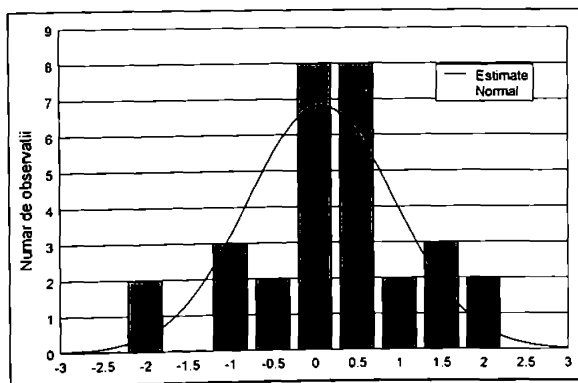


Figura III- 29. Distribuția valorilor reziduale standardizate.

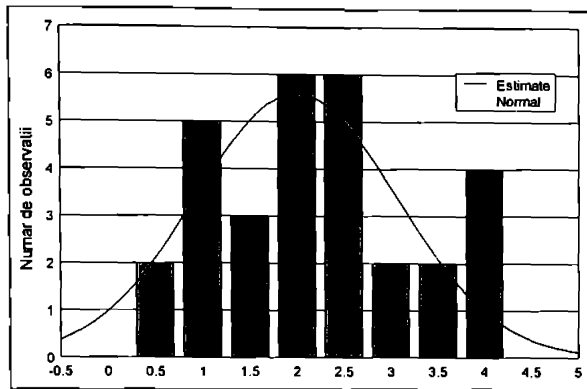


Figura III- 30. Distribuția distanțelor Mahalanobis.

O observație asemănătoare se obține din reprezentarea distribuției distanțelor Mahalanobis. Într-un spațiu multidimensional, avînd ca și coordonate variabilele independente, se poate defini un punct central, numit centroid, definit prin coordonate egale cu valorile medii ale variabilelor independente. Distanța Mahalanobis, reprezentînd distanța fiecărui caz experimental față de centroid, permite a se stabili dacă există valori cu abatere exagerată, relativ la variabilele independente, și depistarea eventualelor zone cu abateri exagerate față de estimări. Figura III-30 arată sub formă de histogramă, pe intervale de valori, distribuția acestor distanțe făcînd posibilă comparația cu distribuția normală, reprezentată sub forma unei linii.

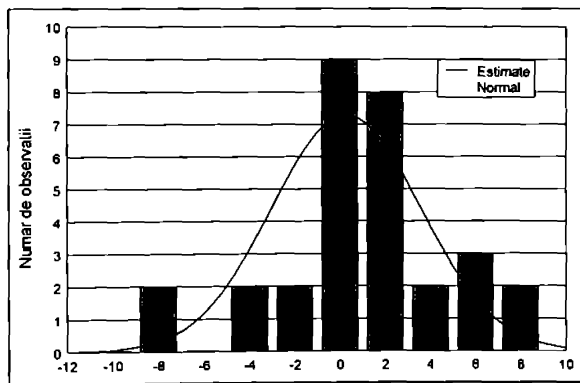


Figura III- 31. Distribuția reziduurilor corectate.

Depistarea valorilor experimentale cu abateri exagerate este importantă, deoarece aceste puncte pot vicia valorile coeficienților de regresie. Eliminarea unui anumit punct experimental și recalcularea reziduurilor, pentru a le compara cu valorile inițiale se poate face prin metoda reziduurilor corectate. Faptul că, pentru un anumit punct, diferența între reziduu și reziduu corectat este importantă, are semnificația că acea valoare experimentală are o influență puternică și eventual nefavorabilă asupra modelului.

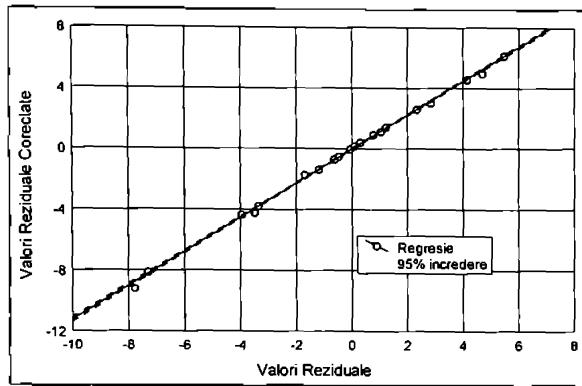


Figura III- 32. Relația dintre valorile reziduale și reziduurile corectate.

Distribuția apropiată de cea normală a reziduurilor corectate, prezentată în figura III-31, și coincidența remarcabilă între reziduuri și reziduurile corectate, din figura III-32, permite a se trage concluzia că nu există în experiment valori aberante care să modifice nefavorabil, într-o măsură importantă, forma finală a ecuației de regresie.

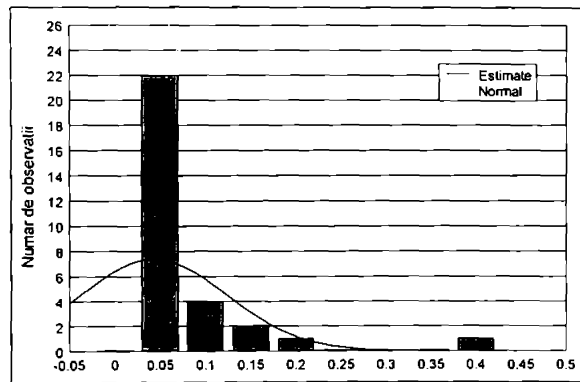


Figura III- 33. Distribuția distanțelor Cook.

Impactul pe care un anumit caz experimental îl are asupra coeficienților regresiei, îl măsoară și distanța lui Cook. Ea indică diferența dintre valorile calculate ale coeficienților B ai ecuației de regresie și valorile care se obțin dacă acel caz experimental ar fi exclus. Distanțele obținute trebuie să fie de valori apropiate și în vecinătatea unei distribuții estimate, reprezentată în figura III-33 printr-o linie continuă. Deși în limite corecte, se poate constata că există influențe ale unor puncte experimentale asupra coeficienților de regresie în măsură mai mare decât asupra valorilor reziduale.

Punctele experimentale cu abateri mai mari de la model, având influențe mai mari asupra modelului de regresie sunt prezentate în Anexa III.6 b. După cum se observă, cazurile cele mai nefavorabile din punctul de vedere al abaterilor sunt cazurile experimentale cu numărul 1 și 18, însă chiar și în aceste două cazuri abaterile valorilor reziduale standardizate se încadrează în interiorul unui interval de $\pm 2S$.

Valorile principalelor mărimi statistice pentru aprecierea abaterilor exagerate sunt cuprinse

în Anexa III.6 c, în ordinea descrescătoare a influenței pe care o au asupra ecuației de regresie.

III-2.5. Interpretarea modelului statistico-matematic

Analiza statistică a fenomenelor structurale care au loc în compozitele cu matrice ușoară de aluminiu armate cu particule ceramice din carbură de siliciu permit formularea unor concluzii importante atât pentru tratamentul termic al acestui tip de materiale cât și pentru alegerea gradului optim de participare a elementelor de ranforsare.

III-2.5.1. Metodologia experimentală și de calcul

Din punctul de vedere a metodologiei experimentale și a adecvării modelului matematic se pot afirma următoarele:

- Modelul de regresie multiplă liniară cu 3 coeficienți descrie în mod adecvat variația durității în funcție de durata de îmbătrânire și gradul de armare cu ceramică. Ecuația obținută are un grad ridicat de încredere (peste 99%).
- Eșantionul de probe are un grad de ortogonalitate ridicat, fiind propriu prelucrării statistice, iar factorii independenți aleși au nivele de valori bine alese. Cei doi factori, durata de tratament și gradul de armare, au un grad ridicat de independență, prelucrarea statistică nedepășind eventuale redundanțe.
- Valorile reziduale, calculate ca urmare a determinării modelului de regresie, sunt în limite rezonabile. Distribuția acestora este simetrică, apropiată de o distribuție normală;
- Nu s-au constatat valori experimentale aberante față de model.
- Deși gradul de încredere în model este foarte ridicat, el nu explică în totalitate variația măririi de răspuns, obținându-se o varianță reziduală destul de ridicată.
- Metodologia de calcul aleasă, cuprinzând analiza de varianță, alegerea tipului de model și folosirea regresiei multiple este corespunzătoare și coerentă, măsurile statistice de control fiind în limite corecte. Modelul rezultat poate fi folosit fără restricții pentru prevederea valorilor de duritate sau alegerea parametrilor, durata de îmbătrânire și grad de armare pe întregul interval experimental considerat.
- Deși în limite corecte, se poate constata că influențele unor puncte experimentale asupra coeficienților de regresie se manifestă în măsură mai mare decât asupra valorilor reziduale.

În afară de modelarea variației de duritate în funcție de factorii aleși, analiza statistică a relevat corelații și legături cauzale interesante din punctul de vedere al producerii și prelucrării mecano-termice a compozitelor metalice armate cu particule, având matrice durificabilă prin separare de faze secundare.

III-2.5.2. Influența gradului de armare

În conformitate cu alura suprafeței de răspuns a durității prezentată în Anexa III.5 a, b și c, duritatea compozitului crește pe măsura creșterii proporției de particule ceramice. Valorile cele mai mari de duritate se obțin pentru procentul maxim de 20% SiC. Cu toate acestea creșterea nu este continuă, ea fiind semnificativă la proporții ridicate de armare, în cazul experimentalului considerat la 15 și 20% vol. Aceasta duce la concluzia că la armările mai reduse, efectul de armare este scăzut, putând chiar produce un efect de slăbire al matricei, în genul ranforsării cu fibre lungi la o proporție a fibrelor sub cea critică.

III-2.5.3. Influența duratei de îmbătrânire

Din analiza statistică a rezultat că durata de îmbătrânire este în măsură mai mare răspunzătoare de varianța de duritate constatată, aproximativ 64%, față de 36%, cât este produsă de armarea cu particule ceramice. Aceasta poate fi cauzată de variația

semnificativă a durității pe parcursul îmbătrînirii. Faptul că efectul de îmbătrînire se atenuează pe parcursul creșterii gradului de armare, ceea ce ar fi de așteptat să confere armării o pondere de varianță mai semnificativă, pledează pentru ipoteza existenței unui alt factor semnificativ, puternic corelat cu gradul de armare care nu a fost luat în studiu la acest nivel al cercetării.

Mărimile statistice calculate au demonstrat că există o corelație serială în timp a variației durității, ceea ce rezultă și din analiza reprezentărilor grafice, care au ca variabilă independentă timpul, fie că ele sunt ajustate prin metoda celor mai mici pătrate, fie că se bazează pe date neprelucrate.

Tendința generală pentru toate gradele de armare experimentate este asemănătoare comportării aliajului nearmat. Astfel pe măsura creșterii duratei de îmbătrînire duritatea crește în primă instanță, pînă la o valoare maximă, după care duritatea începe să scadă, materialul intrînd într-o stare de supraîmbătrînire.

O constatare de mare importanță este faptul că la participări mai mari ale particulelor ceramice, durata necesară atingerii durității maxime, corespunzătoare îmbătrînirii maxime scade. Această observație este în concordanță cu cercetările efectuate asupra precipitării și creșterii fazelor durificatoare, precum și cu informațiile din literatură referitoare la materiale similare.

III-2.5.4. Influențele reciproce ale factorilor independenți

Problema influențelor reciproce între cei doi factori independenți luați în studiu, durata de îmbătrînire și proporția de armare, prezintă o importanță pentru stabilirea parametrilor de tratament termic. Așa cum s-a arătat anterior, analiza statistică a relevat că nu există o influență reciprocă notabilă între cei doi factori %SiC și t , care să producă efecte **asupra durității finale**, adică cei doi factori nu își potentează sau atenuează reciproc efectul asupra durității.

Acest fapt contrazice una dintre ipotezele formulate în concluzie la cercetările experimentale, care au presupus ca posibilă, în urma armării, o modificare a raportului cantitativ dintre fazele θ' și θ , în favoarea celei din urmă și implicit o reducere a efectului de durificare la îmbătrînire pentru compozitele cu grad ridicat de armare.

Așadar rezultatele statistico-matematice susțin ideea că în urma armării nu se formează alte faze durificatoare și că nu există dovezi că aceasta ar schimba raportul cantitativ între fazele existente, influența particulelor ceramice se manifestîndu-se doar în sensul unor modificări ale precipitărilor de faze intermediare, susceptibile a modifica numai durata optimă de tratament. Cu toate acestea ipoteza formulată ca urmare a studiului experimental nu poate fi exclusă, avînd în vedere că modelul ales nu explică în întregime varianța rezultatelor experimentale, indicînd și influența importantă a altor factori care nu au fost luați în calcul. Rezultă că nu se poate exclude că la armarea cu particule, pe lîngă mecanismele cunoscute, respectiv blocarea de dizlocații sau influența asupra granulației, poate exista și un alt mecanism care să producă creșterea durității prin influențe asupra precipitărilor de faze secundare.

III-3. Concluzii

III-3.1. Parametri tehnologici ai îmbătrînirii

Așa cum s-a subliniat în subcapitolul III-1.3, parametri călirii de punere în soluție a compozitelor produse sunt identici cu cei prescriși pentru aliajul metalic Al-Cu-Si-Mg folosit ca matrice. Rezultatele experimentale au confirmat prin efectul de durificare obținut justetea alegerii acestor parametri, motiv pentru care ei vor fi considerați ca valori optime în tratamentul acestor compozite.

În ceea ce privește durificarea prin îmbătrînire valoarea temperaturii aplicate este de asemenea cea corespunzătoare materialului nearmat, avînd nivelul $T = 160^{\circ}\text{C}$.

În conformitate cu studiul de optimizare întreprins, tehnologia de tratament termic va suferi importante modificări în ceea ce privește durata de îmbătrînire, avînd în vedere faptul că odată cu introducerea elementelor de armare timpul de realizare a durificării maxime este din ce în ce mai redus. Valorile optime ale duratelor de menținere la temperatură, care asigură aceste durificări maxime sunt prezentate grafic în figura III-34.

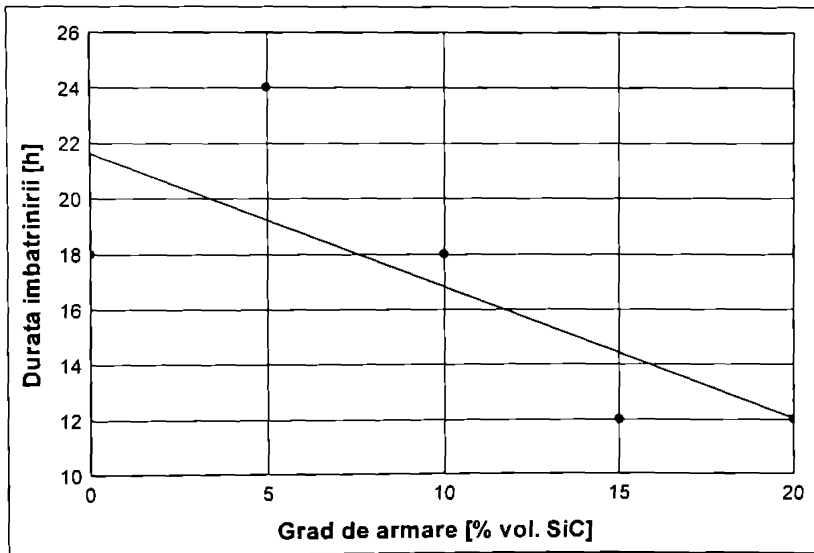


Figura III- 34. Duratele optime de îmbătrînire pentru compozitele în funcție de gradul armării cu SiC.

Așa cum s-a subliniat anterior, în cazul compozitelor supuse studiului, armarea în proporții de pînă la 10 % vol. SiC nu justifică aplicarea îmbătrînirii, rezultatele prezentate în figura III-34 fiind concludente pentru armării de 15 –20 % vol. SiC, caz în care durata îmbătrînirii poate fi redusă de la 18 ore, cît se recomandă aliajului nearmat, la 12 ore.

III-3.2. Considerații finale

Materialele compozite avînd matricea din aliaj durificabil Al-Cu-Si-Mg armate cu particule din carbură de siliciu, prezintă o durificare semnificativă ca urmare a tratamentului de călire pentru punere în soluție urmată de îmbătrînirea termică.

Prezența particulelor ceramice are ca efect reducerea duratelor necesare pentru îmbătrînire, această reducere fiind semnificativă la proporții de armare de peste 10 % SiC.

Cercetările întreprinse au permis formularea ipotezei că această accelerare a durificării se datorează tensiunilor interne introduse de particulele ceramice, avînd ca efect favorizarea germinării omogene și precipitării continue a fazelor intermediare, astfel încît compoziția optimă de faze durificatoare se obține după durate de difuzie mai scăzute.

Faptul că se observă proporțional o creștere mai scăzută a durtății prin îmbătrînire, pe măsură ce crește proporția de armare, nu a găsit pînă în prezent o explicație unanim acceptată, în literatură fiind avansate un număr de ipoteze, cele mai larg împărtășite fiind în esență următoarele:

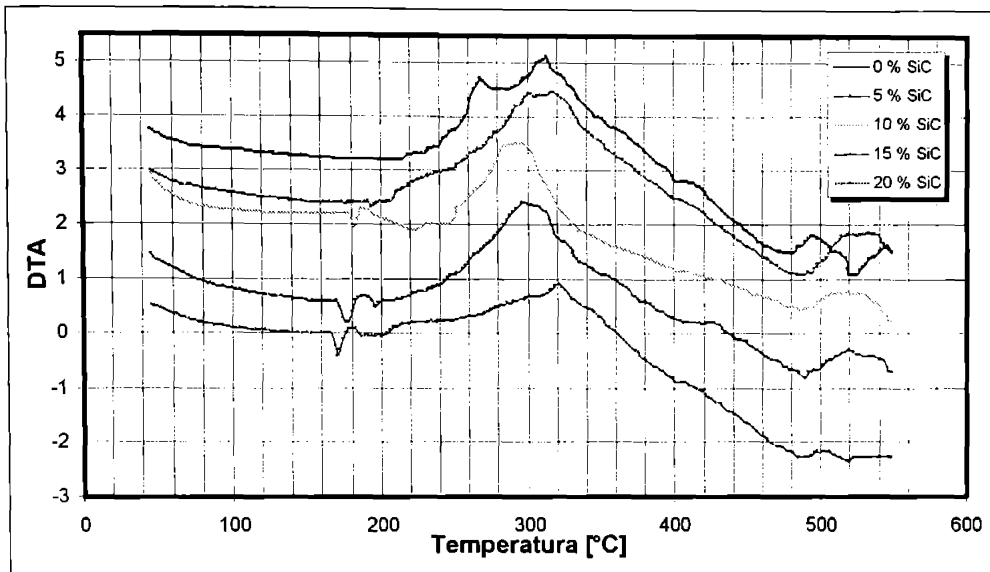
- matricea metalică, adică partea durificabilă, scade în pondere în favoarea particulelor ceramice;
- formarea unor oxizi compuși în zona învecinată particulelor ceramice, în timpul producerii, poate duce la sărăcirea matricei în elemente de aliere, în particular cupru. Datorită acestui fapt cantitatea de precipitate secundare la îmbătrînire scade și ea, reducînd contribuția îmbătrînirii la durificarea materialului. Această posibilă explicație a fost infirmată în cazul de față, difractogramele ridicate pentru materialele produse nu au indicat scăderea importantă a intensității *peak*-urilor corespunzătoare fazelor durificatoare. De asemenea tehnologia de producere bazată pe metalurgia pulberilor, incluzînd tratamentul de sinterizare în atmosferă protectoare, nu este susceptibilă a produce oxidări puternice;

Studiile experimentale descrise în acest capitol îndreptătesc formularea unei ipoteze suplimentare, bazate pe faptul că înglobarea particulelor ceramice accelerează precipitarea fazei θ , formarea acesteia suprapunîndu-se în mare măsură peste cea a fazei intermediare θ' . Creșterea proporției de fază stabilă cu efect de durificare mult mai redus, în dauna celei intermediare, face ca efectul durificării să fie mai scăzut.

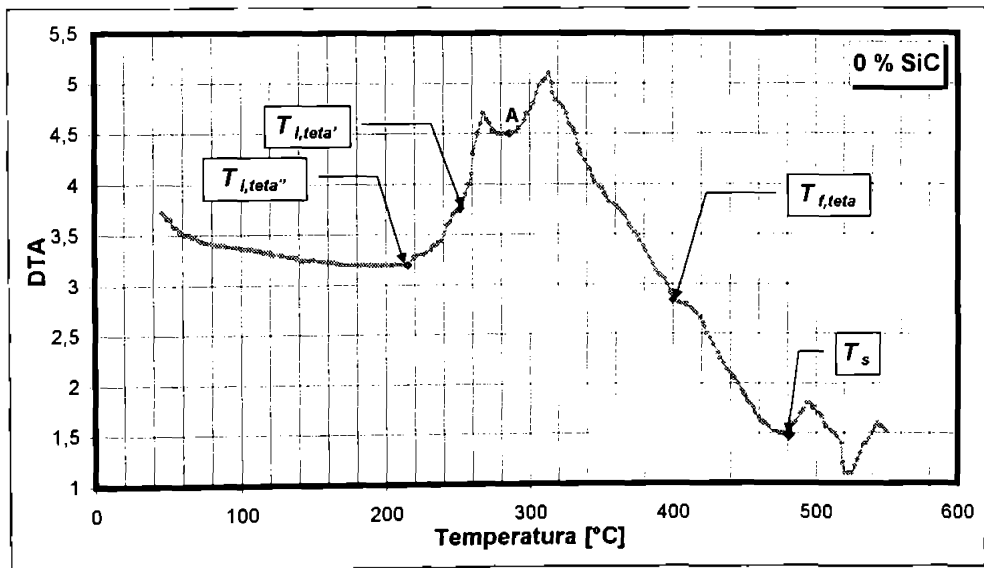
O constatare de mare importanță, rezultată din studiul statistico-matematic este identificarea unei influențe importante asupra variantei durtății a unor factori independenți, care nu au fost luați în calcul în studiul de optimizare a parametrilor de tratament termic. Presupunerea că acești factori sunt legați de gradul de compactitate al materialului produs și mai ales de distribuția relativ neuniformă a particulelor ceramice în interiorul matricei metalice sunt în consonanță cu afirmațiile a numeroși cercetători și producători de compozite, care subliniază necesitatea ca materialele compozite să fie supuse după producere, fie că aceasta se face prin metalurgia pulberii sau din topitură, unei deformări plastice la cald, cu un grad de deformare ridicat. În acest fel se realizează atît o reducere a porozității, gradul de compactitate apropiindu-se de 100%, cît și o redistribuire a elementelor ceramice de armare, mai ales în sensul reducerii aglomerărilor de particule.

Din acest motiv în capitolul următor se prezintă contribuțiile experimentale și teoretice legate de prelucrarea secundară prin deformare a compozitelor produse, precum și modificările structurale produse în timpul acestor prelucrări.

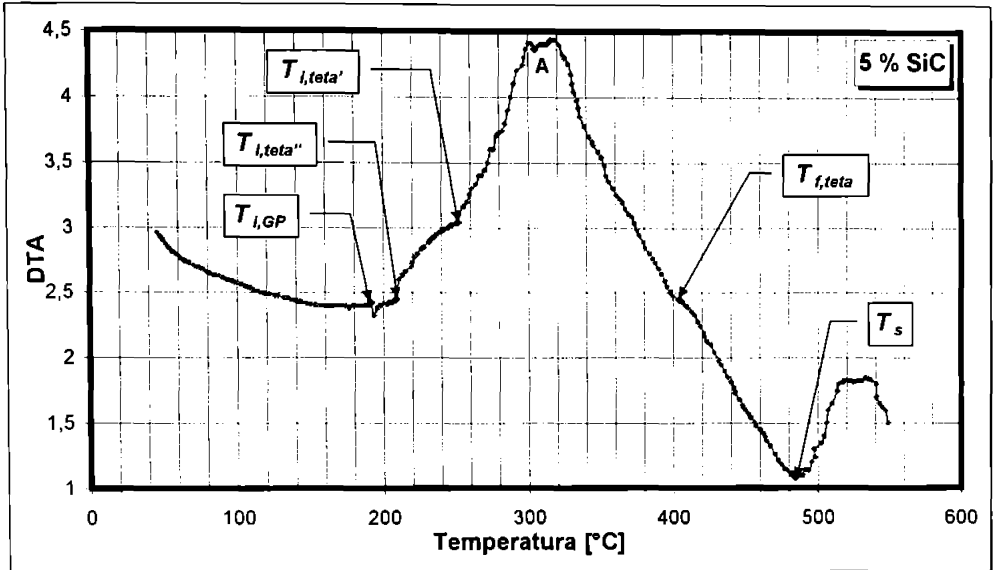
ANEXA III



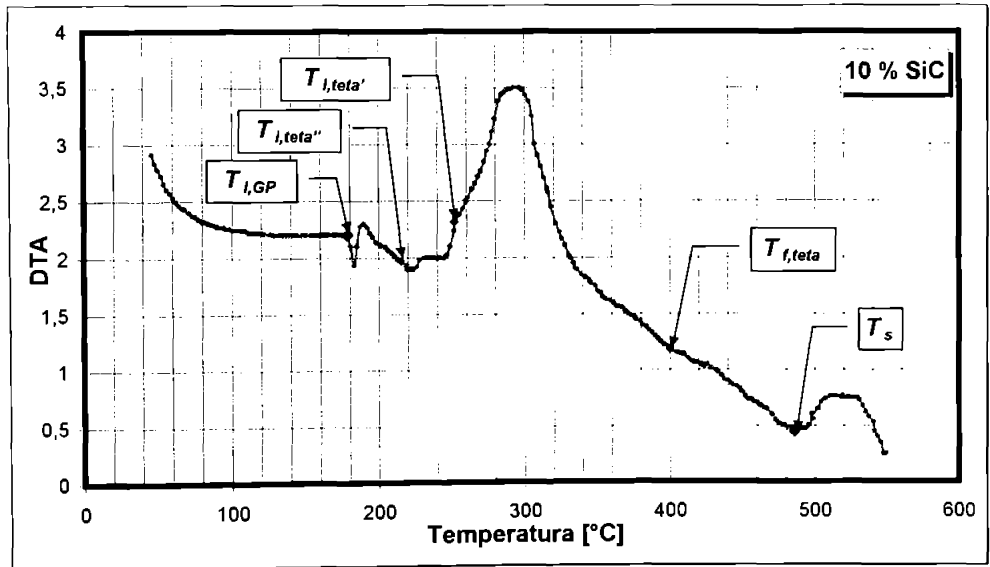
Anexa III.1 a. Aspectul comparativ al curbelor de analiză termică diferențială (DTA) pentru compozitele din cu matricea din aliaj Al-Cu-Si-Mg armate cu carbură de siliciu în proporții de 0 – 20 %, călite pentru punere în soluție.



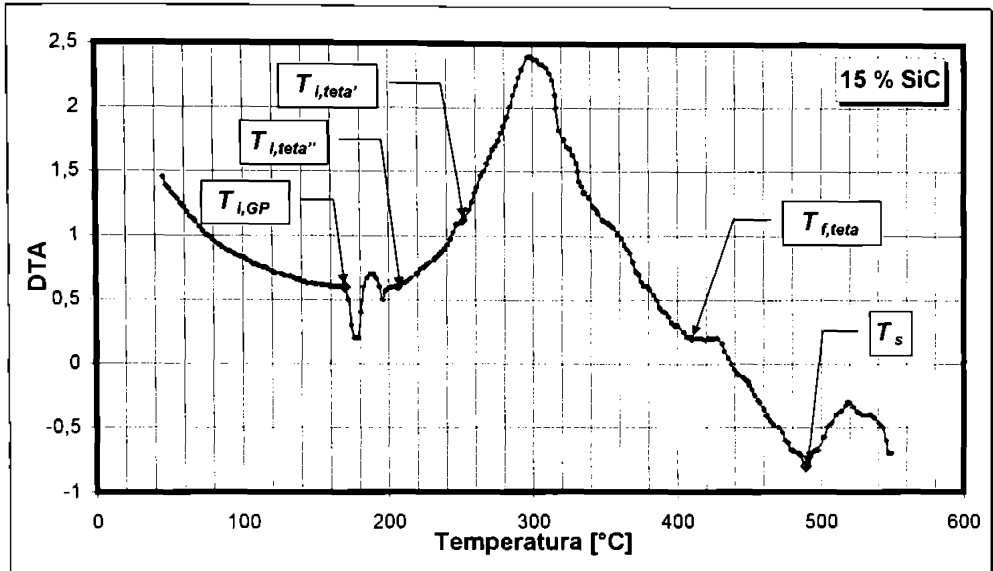
Anexa III.1 b. Curba de analiză termică diferențială (DTA) la încălzirea aliajului Al-Cu-Si-Mg nearmat, după călirea de punere în soluție.



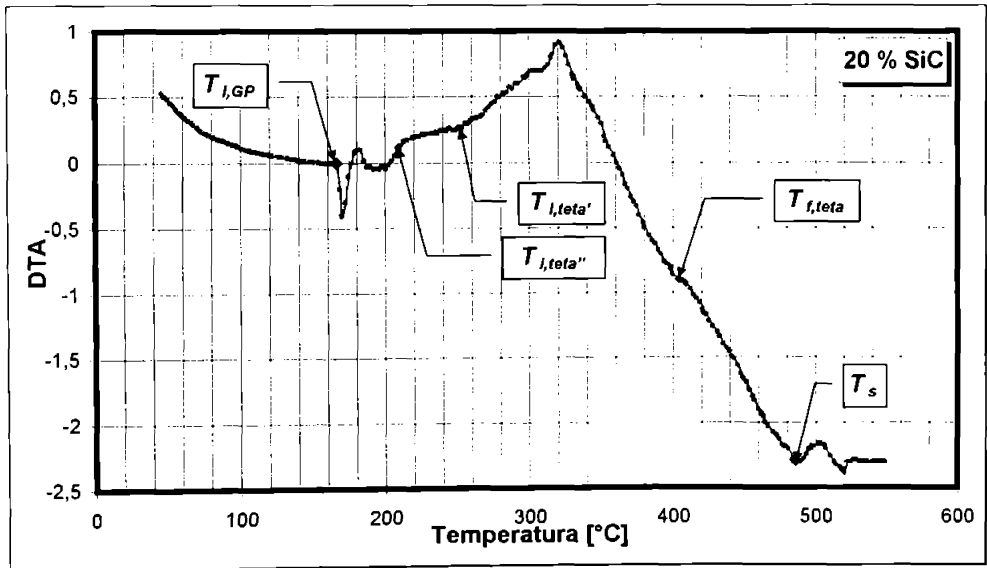
Anexa III.1 c. Curba de analiză termică diferențială (DTA) la încălzirea aliajului Al-Cu-Si-Mg armat cu 5% SiC, după călirea de punere în soluție.



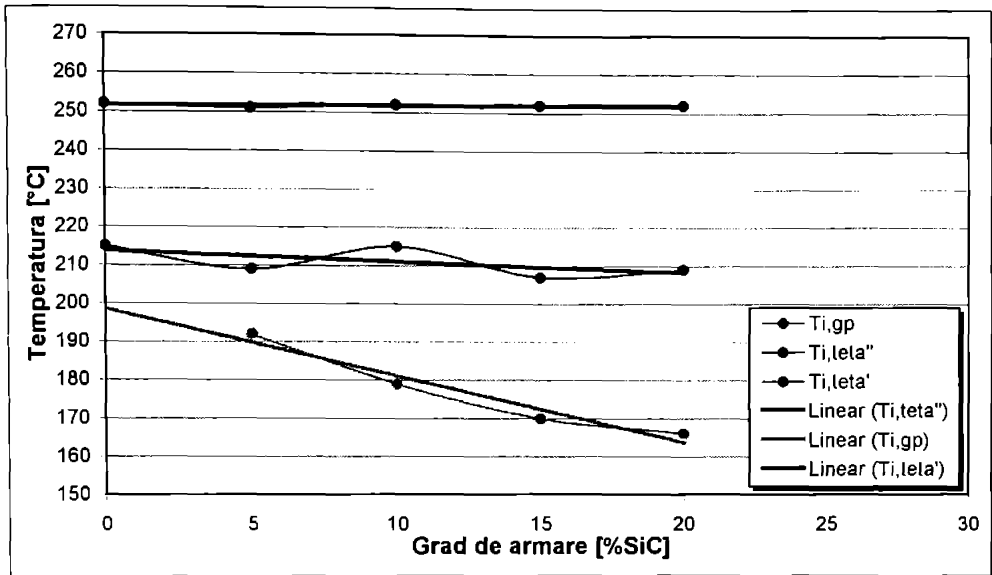
Anexa III.1 d. Curba de analiză termică diferențială (DTA) la încălzirea aliajului Al-Cu-Si-Mg armat cu 10% SiC, după călirea de punere în soluție.



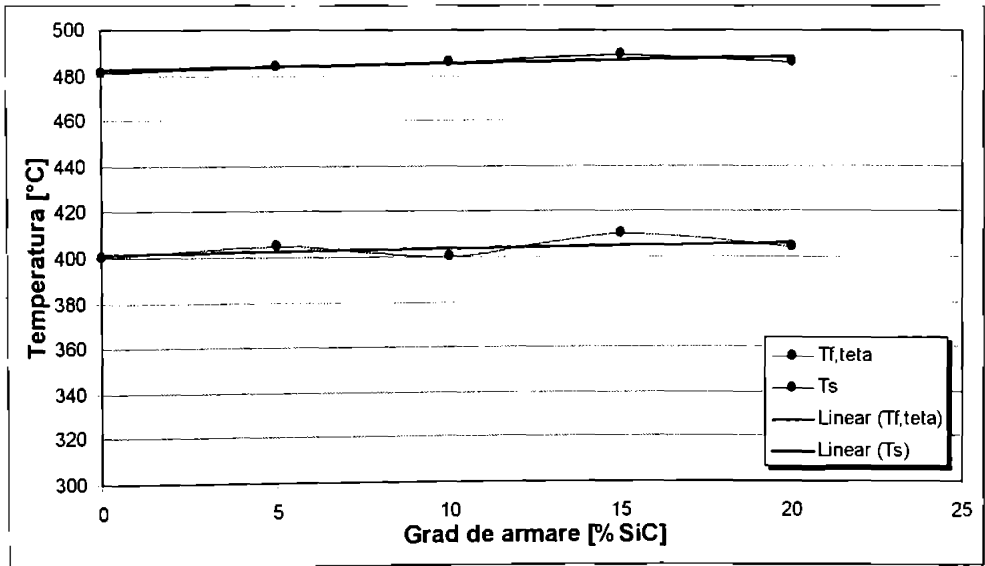
Anexa III.1 e. Curba de analiză termică diferențială (DTA) la încălzirea aliajului Al-Cu-Si-Mg armat cu 15% SiC, după călirea de punere în soluție.



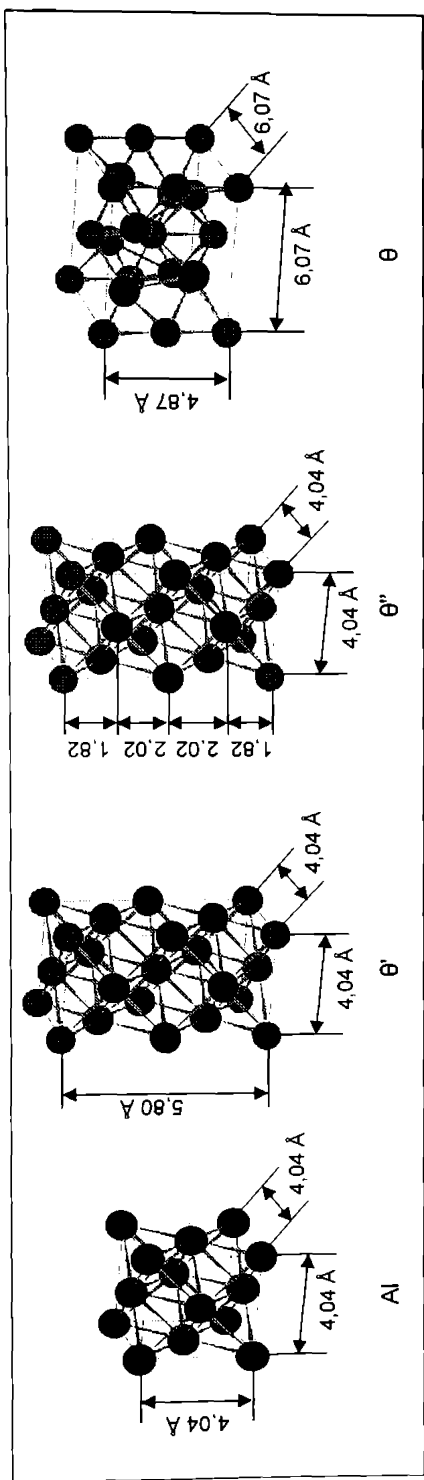
Anexa III.1 f. Curba de analiză termică diferențială (DTA) la încălzirea aliajului Al-Cu-Si-Mg armat cu 20% SiC, după călirea de punere în soluție.



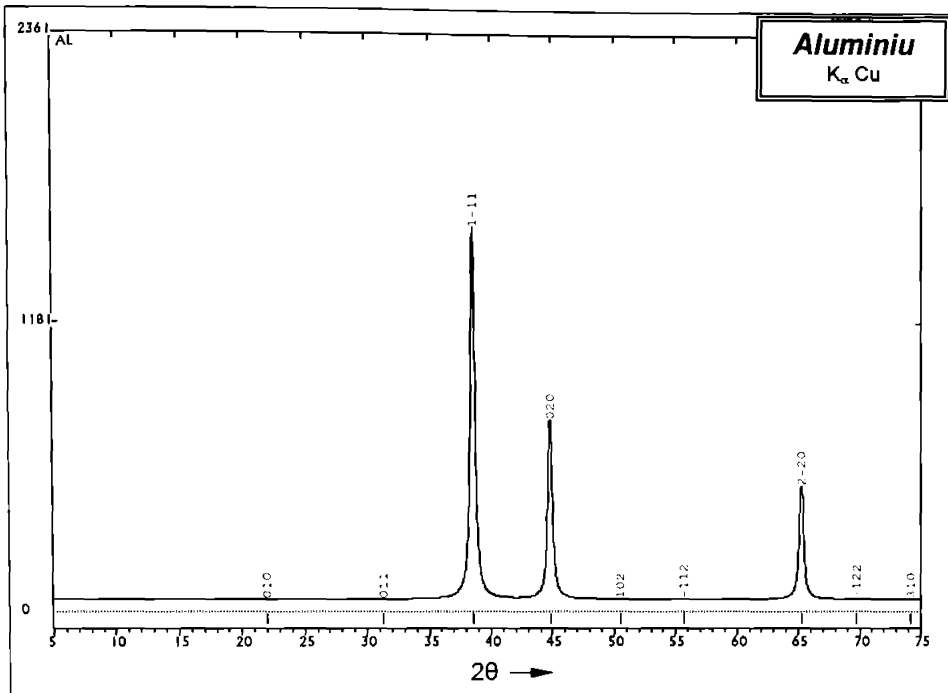
Anexa III.2 a. Influența gradului de armare asupra temperaturilor de început a precipitării.



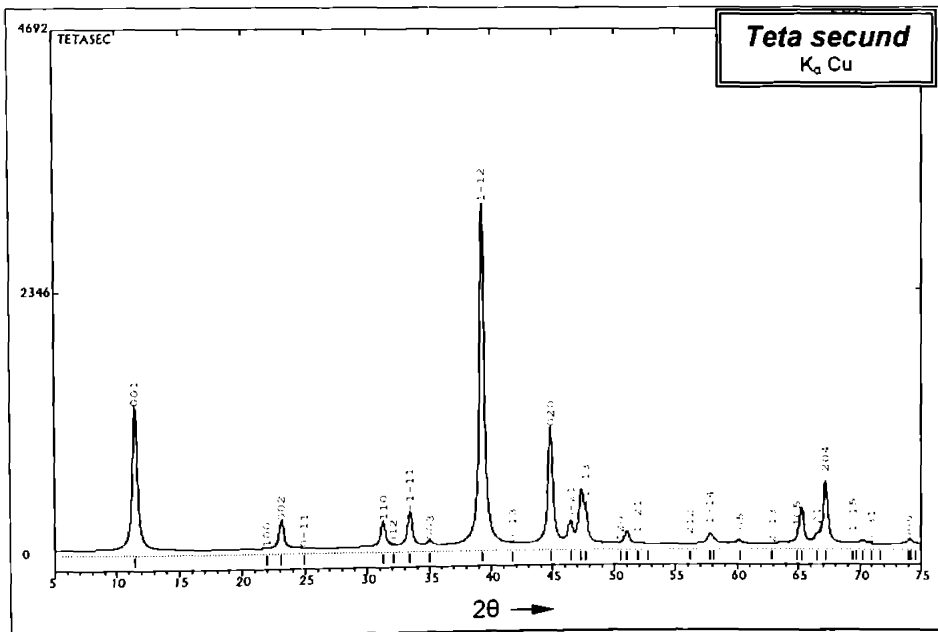
Anexa III.2 b. Influența gradului de armare asupra poziției punctului de încheiere a formării fazei θ și de dizolvare a precipitatelor.



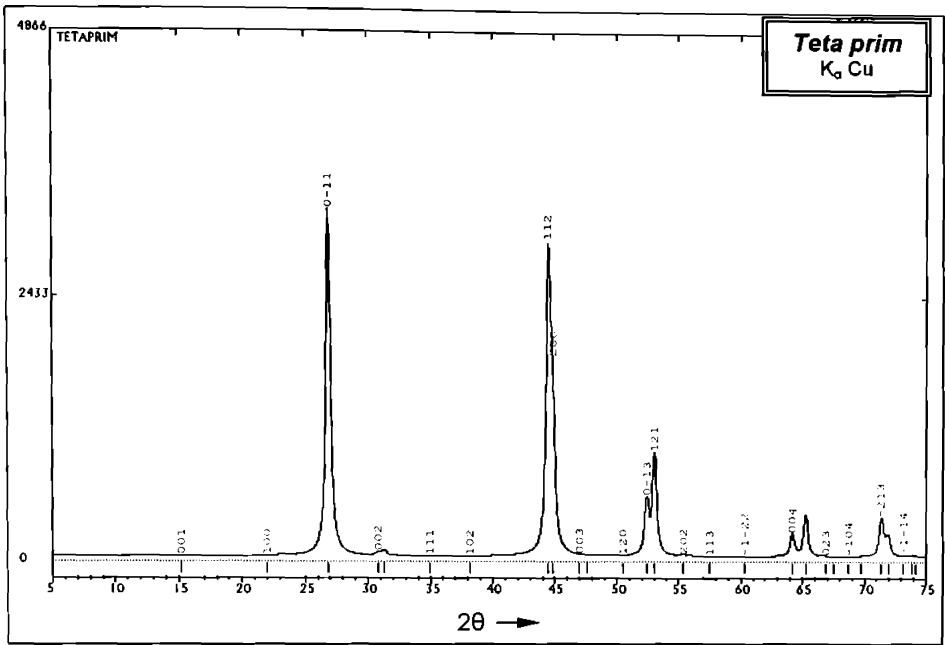
Anexa III.3. Structura cristalină a fazelor din sistemul de aliaje Al-Cu.



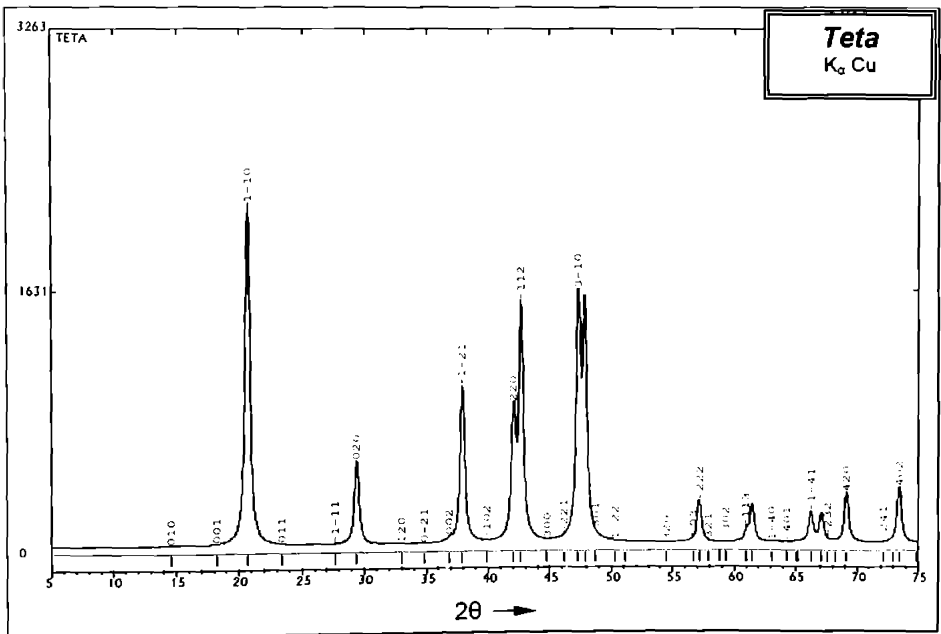
Anexa III.4 a. Difractograma etalon a aluminiului pentru radiația K_α Cu.



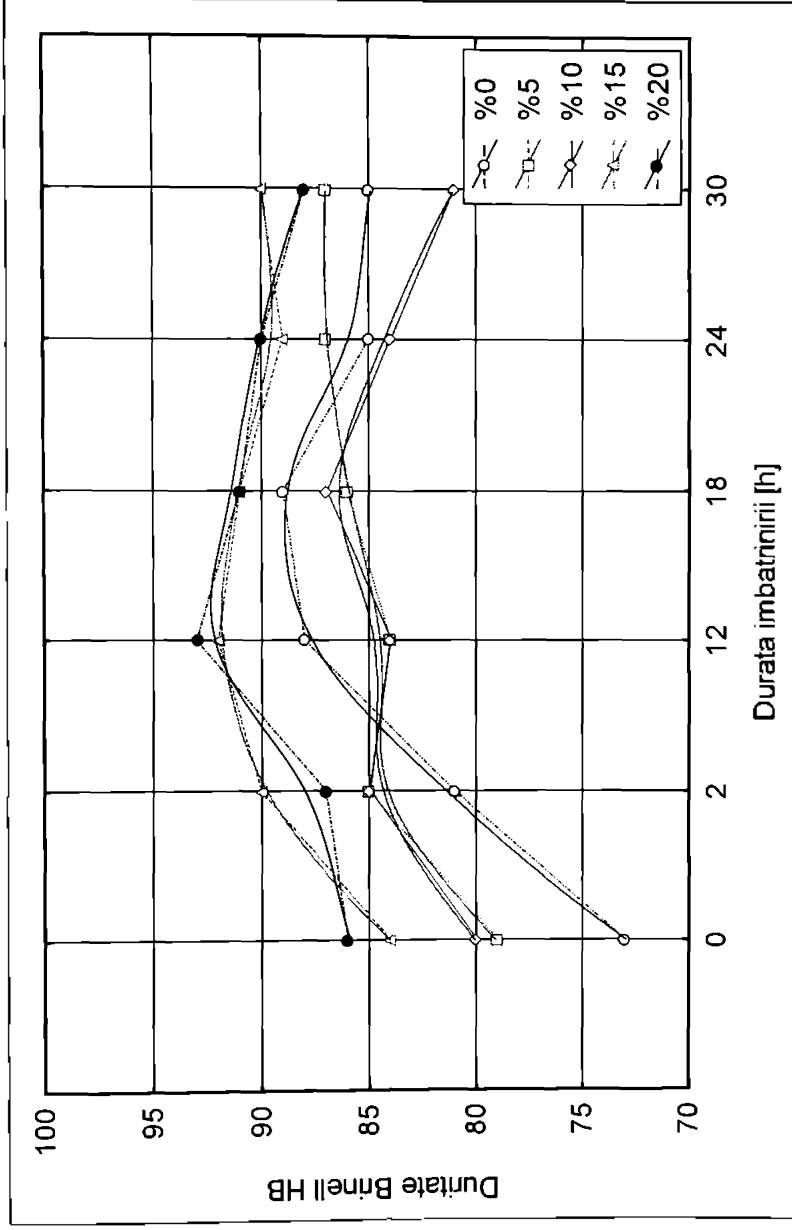
Anexa III.4 b. Difractograma etalon a fazei θ'' pentru radiația K_α Cu.



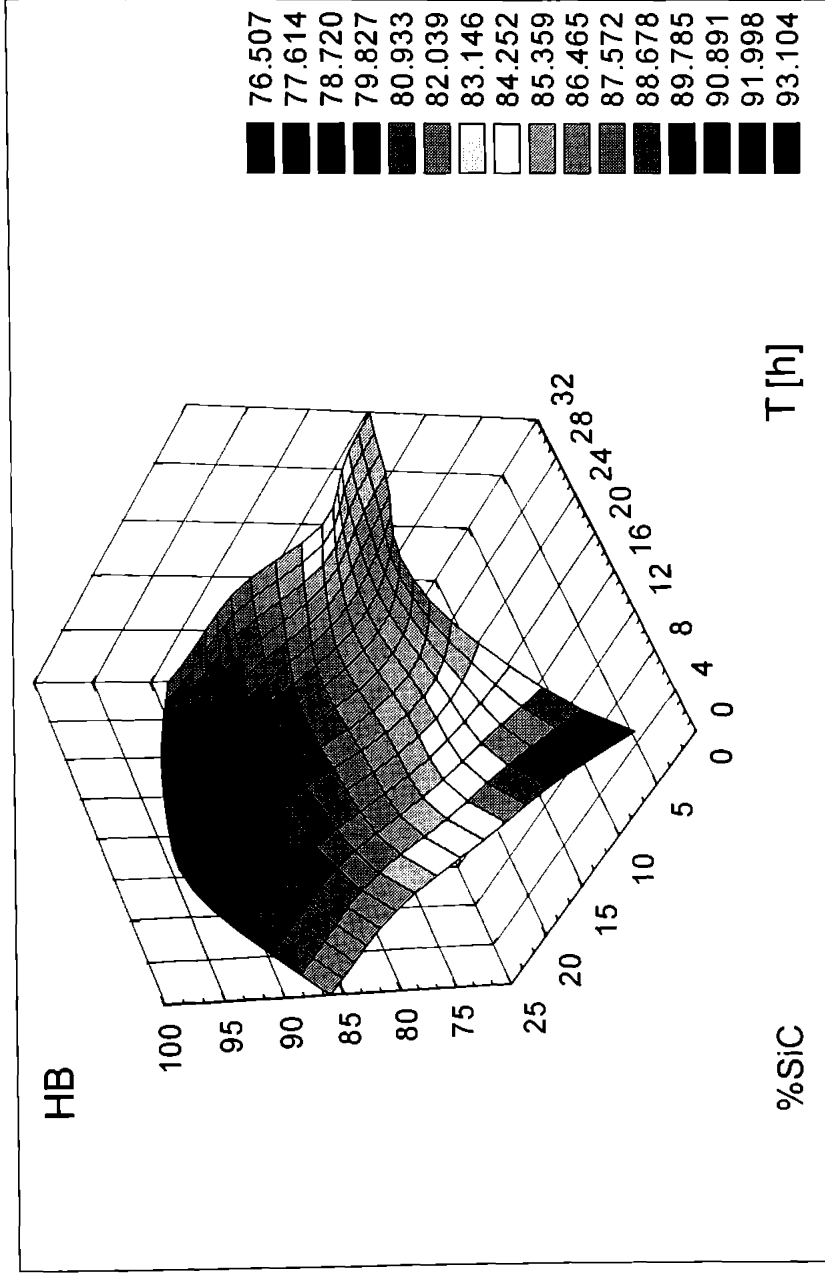
Anexa III.4 c. Difractograma etalon a fazei θ' pentru radiația K_{α} Cu.



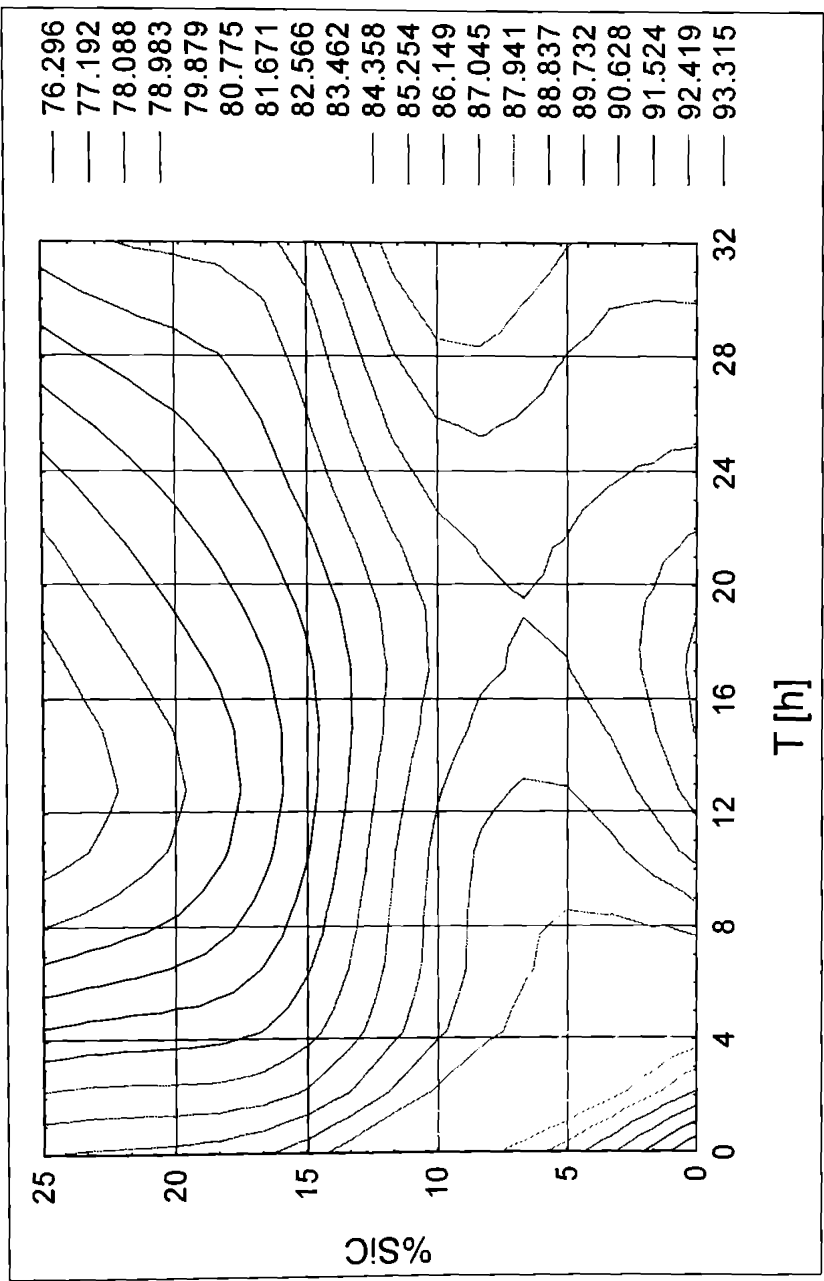
Anexa III.4 d. Difractograma etalon a fazei θ pentru radiația K_{α} Cu.



Anexa III.5 a Variația durtății la îmbătrânire în funcție de durată și grad de armare, aproximată prin metoda celor mai mici pătrate.



Anexa III.5 b. Reprezentarea spațială a suprafeței de răspuns pentru regresia liniară multiplă.



Anexa III.5 c. Reprezentarea prin curbe izosclore a mărimii de răspuns pentru regresia liniară multiplă.

Anexa III.6 a. Valorile reziduale pentru modelul de regresie multiplă și măsurile statistice caracteristice.

Nr. caz	Valori reziduale standard		Duritate estimată	Reziduu	Val. Standard Anticipată	Reziduu Standard	Eroare Standard Anticipată	Distanța Mahalanobis	Valoare Reziduală Corectată	Distanța Cook
	-3S	+3S								
1			80,76682	-7,76682	-1,87848	-2,29579	1,342361	3,590999	-9,21813	0,389634
2			81,05518	-0,05518	-1,77563	-0,01631	1,27212	3,166667	-0,06435	0,000017
3			82,49693	5,50307	-1,26138	1,62665	1,077934	1,977478	6,12489	0,110921
4			83,36198	5,63802	-0,95283	1,66654	1,089744	2,042342	6,29074	0,119587
5			84,22703	0,77297	-0,64428	0,22848	1,201473	2,690991	0,88454	0,002874
6			85,09208	-0,09208	-0,33573	-0,02722	1,369220	3,923424	-0,11076	0,000060
7			82,36682	-3,36682	-1,30778	-0,99520	1,108907	2,149099	-3,77210	0,044523
8			82,65517	2,34483	-1,20493	0,69310	1,029082	1,716667	2,58391	0,017992
9			84,03692	-0,03692	-0,09068	-0,02865	0,767907	0,527478	-0,10219	0,000016
10			84,96198	1,03802	-0,38214	0,30683	0,784399	0,592342	1,09700	0,001884
11			85,82703	1,17297	-0,07359	0,34672	0,933423	1,240991	1,28963	0,003574
12			86,69208	0,30792	0,23496	0,09102	1,165192	2,473424	0,34937	0,000422
13			83,96682	-3,96682	-0,73709	-1,17255	1,019275	1,665766	-4,36285	0,050322
14			84,25517	0,74483	-0,163424	0,22016	0,931803	1,233333	0,80597	0,001435
15			85,69692	-1,69692	-0,11999	-0,50159	0,631608	0,044144	-1,75821	0,003136
16			86,56197	0,43803	0,18856	0,12948	0,651558	0,109009	0,45490	0,000224
17			87,42702	-3,42702	0,49711	-1,01299	0,824940	0,757858	-3,64368	0,022991
18			88,29208	-7,29208	0,80566	-2,15546	1,080240	1,990090	-8,11998	0,195786
19			85,56683	-1,56683	-0,16640	-0,46314	1,108907	2,149099	-1,75543	0,009642
20			85,85518	4,14482	-0,06354	1,22516	1,029082	1,716667	4,56744	0,056214
21			87,29693	4,70307	0,45070	1,39018	0,767907	0,527478	4,95655	0,036884
22			88,16198	2,83802	0,75925	0,83889	0,784399	0,592342	2,99926	0,014084
23			89,02703	-0,02703	1,06780	-0,00798	0,833423	1,240991	-0,02926	0,000002
24			89,89208	0,10792	1,37635	0,03190	1,165192	2,473424	1,2244	0,000052
25			87,16682	-1,16682	0,40430	-0,34490	1,342361	3,590999	-1,38486	0,008794
26			87,45518	-0,45518	0,50715	-0,13455	1,27212	3,166667	-0,53084	0,001170
27			88,69693	4,10307	1,02140	1,21282	1,077934	1,977478	4,56669	0,061662
28			89,76198	1,23802	1,32995	0,36595	1,089744	2,042342	1,38135	0,005766
29			90,62703	-0,62703	1,63849	-0,18534	1,201473	2,690991	-0,71753	0,001881
30			91,49208	-3,49208	1,94704	-1,03222	1,369220	3,923424	-4,20036	0,086664
			80,76682	-7,76682	-1,87848	-2,29579	0,631608	0,044144	-9,21813	0,000002
			91,49208	5,63802	1,94704	1,66654	1,389220	3,923424	6,29074	0,389634
			86,03333	-	-	-	1,049104	1,933333	-0,04379	0,041607
			86,50000	0,04044	-0,06857	0,01195	1,079087	1,983784	0,04659	0,007280

Anexa III.6 b. Valorile reziduale standard și mărimile statistice conexe pentru cazurile cu abateri exagerate.

Nr. caz	Valori reziduale standard					Valoarea măsurată	Valoarea estimată	Reziduu estimată	Val standard estimată	Val reziduală standard	Val. eroare standard estimată
	-5S	-4S	-3S	+3S	+5S						
1						73	80,76682	-7,76682	-1,87846	-2,29579	1,342361
18						81	88,29208	-7,29208	0,80566	-2,15546	1,080240
Valoare minimă						73	90,76682	-7,76682	-1,87848	-2,29579	1,080240
Valoare maximă						61	88,29208	-7,29208	0,80566	-2,15546	1,342361
Valoare media						77	84,52945	-7,52945	-0,53641	-2,22562	1,211301
Mediana						77	84,52945	-7,52945	-0,53641	-2,22562	1,211301

Anexa III.6 c. Valorile reziduurilor corectate, a distanțelor Mahalanobis și Cook pentru cazurile cu abateri exagerate.

Nr. caz	Distanța Cook		Valoarea măsurată	Valoarea estimată	Distanța Mahalanobis	Reziduu corectat	Distanța Cook
	0,000	0,390					
1			73	80,76682	3,599069	-9,21813	0,389634
18			81	88,29208	1,990090	-8,11996	0,195766
4			88	83,36198	2,042342	6,29074	0,119587
3			88	82,49693	1,977478	6,12489	0,110921
30			88	91,49208	3,923424	-4,20036	0,086846
27			93	88,63693	1,977478	4,56869	0,061662
20			90	85,95518	1,716667	4,56744	0,058218
13			80	83,95882	1,665766	-4,38296	0,050322
7			78	82,36882	2,149099	-3,77210	0,044823
21			92	87,29693	0,527478	4,85855	0,036894
17			84	87,42702	0,757658	-3,64368	0,023991
8			85	87,85517	1,716667	2,58391	0,017992
22			91	86,16198	0,592342	2,99526	0,014084
19			84	85,56663	2,749099	-1,75543	0,009842
25			86	87,16682	3,599099	-1,38486	0,008794
28			91	89,76198	2,042342	1,38135	0,005765
11			87	85,82703	1,240991	1,26963	0,003574
15			84	85,68892	0,441144	-1,75821	0,003738
5			85	84,22703	2,690991	0,88454	0,002874
29			90	90,82703	2,690991	-0,71753	0,001891
10			85	84,96198	0,592342	1,09700	0,001884
14			85	84,25517	1,233333	0,80697	0,001435
26			87	87,45518	3,166667	-0,53084	0,001170
12			87	86,69208	2,473424	0,34937	0,000422
16			87	86,56197	0,199009	0,45490	0,000234
6			85	85,09208	3,923424	-0,11076	0,000060
24			90	89,89208	2,473424	0,12244	0,000052
2			81	81,05518	3,166667	-0,06435	0,000017
9			84	84,09692	0,527478	-0,10219	0,000016
23			89	89,02703	1,240991	-0,02528	0,000002
			73	80,76682	0,044144	-9,21813	0,000002
			93	91,49208	3,923424	6,29074	0,389634
			86,03333	86,03333	1,933333	-0,04379	0,041507
			86,50000	85,64110	1,963784	0,04659	0,007280

Capitolul IV.

Modalități de modificare a structurii și
proprietăților la compozitele metalice armate cu
particule ceramice prin prelucrări mecano-
termice

IV-1. Considerații generale

Așa cum s-a subliniat în capitolele anterioare, procedeele existente pentru producerea compozitelor metalice armate cu particule ceramice, fie că se bazează pe metalurgia topiturii sau pe cea a pulberilor, nu asigură o distribuție uniformă a elementelor de armare în matricea metalică, mai ales la proporții de armare ridicate.

În cazul producerii din topitură, faptul că aliajului de aluminiu în stare lichidă nu umețează particulele ceramice, duce la formarea a numeroase aglomerări, chiar în cazul aplicării unor amestecări energice și de lungă durată. Neîndeplinirea condiției exprimate de relația (15) din capitolul II, face ca topitura să nu poată pătrunde printre particulele aglomerate, zona respectivă transformându-se după solidificare într-un por de dimensiuni relativ mari.

O situație asemănătoare, la scară microscopică, se produce și la consolidarea materialului prin sinterizare. Acest tratament se realizează la materialele produse în prezența unei faze lichide, aglomerările de particule ceramice care se produc la amestecarea mecanică împiedicând de asemenea pătrunderea fazei lichide. Formarea acestor porozități este ilustrată metalografic în Anexa IV-2e, pentru un compozit cu 10% vol. carbură de siliciu, porii fiind indicați prin săgeți. Așa cum s-a subliniat în subcapitolul II-3, tendința de aglomerare este accentuată de diferențele dintre dimensiunile particulelor ceramice și a celor metalice, precum și de creșterea proporției de armare, aceste considerente stînd la baza selecției materiilor prime și alegerii unor parametri tehnologici la producerea materialelor compozite.

Scăderea gradului de compactitate ca urmare a existenței porilor duce la diminuarea rezistenței mecanice, prin scăderea secțiunii utile, însă efectul cel mai defavorabil se manifestă în planul rezistenței la oboseală a materialului, acești pori constituind importante amorse de fisură.

În afara cazului în care aglomerările de particule produc pori, o distribuție neuniformă va produce local zone cu proporție de armare exagerat de mare, cu o fragilitate ridicată, ele determinînd în ultima instanță comportarea globală a materialului. Fragilitatea excesivă a materialului ca urmare a distribuției neuniforme a particulelor a fost explicată prin modele micromecanice de concentrare a tensiunilor, în zona imediat adiacentă aglomerării de particule. Aceste mecanisme au fost pe larg prezentate în capitolul I al prezentei lucrări. Avînd în vedere că reducerea tenacității reprezintă efectul critic al înglobării de particule ceramice, constituind pînă în prezent și principalul dezavantaj al compozitelor metalice armate cu particule, ameliorarea distribuției acestor elemente de armare, alături de realizarea unei bune compactități reprezintă un obiectiv de cea mai mare importanță în producerea și prelucrarea mecano-termică. Așa cum se arată în figura I-11 din primul capitol, aglomerarea de particule produce creșterea simțitoare a tensiunilor, printr-un efect de concentrator, aceasta stînd la baza reducerii ductilității și tenacității în compozitele armate cu particule.

Semnălarile din bibliografie indică posibilitatea îmbunătățirii distribuției de particule în interiorul matricei metalice, prin aplicarea unor deformații plastice de valori importante. Avînd în vedere ductilitatea mult scăzută a materialului compozit, față de cea a aliajului metalic narmat, datorată unor mecanisme de acumulare a dizlocațiilor, așa cum s-a prezentat în subcapitolul I-5.7, deformarea plastică a compozitului se face în mod obligatoriu la cald. Temperaturile aplicate trebuie să asigure descărcarea difuzivă a dizlocațiilor și posibilitatea curgerii materialului, la tensiuni aplicate relativ reduse, fără pericolul ruperii materialului.

Dintre procedeele de deformare plastică la cald mai des folosite în studiile experimentale de pînă acum se disting mai ales forjarea, liberă sau în matrită, laminarea și extrudarea.

IV-2. Condiții experimentale

IV-2.1. Stabilirea procedurii și caracteristicile sculei pentru deformare

Pentru studiul influenței pe care deformarea plastică o are asupra distribuției elementelor de armare, a fost aleasă o procedură experimentală bazată pe extrudare. La baza acestei opțiuni au stat câteva considerente:

- Forma cilindrică a probelor de compozit realizate conform tehnologiei descrise în capitolul al II-lea;
- Posibilitatea unui control mai bun al gradului de deformare a materialului, a temperaturii și a vitezei la care are loc deformarea;
- Dotarea existentă pentru încercările experimentale;

Varianta de extrudare folosită este cea directă, pornind de la piese de formă cilindrică cu dimensiunile $\varnothing 18 \times 30$ mm.

Schema constructivă și aspectul general al sculei de extrudare sunt prezentate în Anexa IV.1. Aceasta este prevăzută cu un set de plăci active asigurând diferite grade de deformare a piesei inițiale de diametru $d_0 = 18$ mm, conform tabelului următor, în care prin A_0 și A_1 s-au notat secțiunile inițiale, respectiv cea rezultată după deformare:

Tabelul IV- 1. Gradele de deformare realizate la extrudarea directă.

Diametrul rezultat în mm:	12	6
Gradul de deformare în %:	2,25	9

După cum se cunoaște de la extrudarea materialelor clasice, în special a aluminiului, unghiul de deformare α are importanță deosebită în calitatea suprafeței rezultate prin extrudare, în sensul că materialele cu deformabilitate mai scăzută presupun unghiuri de valori mai scăzute.

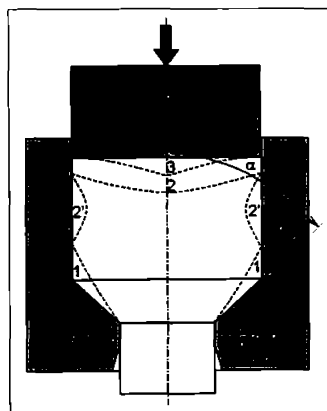


Figura IV- 1. Zonele de deformare la extrudarea directă.

Zonele caracteristice de deformare sunt prezentate în figura IV-1. Astfel cele notate prin 1 și 3 corespund unor deformări elastice, iar cea notată cu 2 unei deformări plastice. Zona de deformare plastică notată 2' poate apărea în unele situații, atunci când se produce o deplasare a materialului de la margine în zona centrală. Prezintă importanță pentru

calitatea suprafețelor rezultate prin extrudare, minimizarea sau chiar dispariția completă a zonei elastice 1, fapt care va produce o curgere optimă a materialului. Aceasta se obține la un unghi α de valori mici și o bună lubrifiere în conul de deformare. Unghiuri α de valori mai mari pot fi folosite doar la frecări reduse între material și sculă. În studiul de față încercările de deformare s-au făcut cu plăci active având unghiuri de deformare $2\alpha = 60, 90$ și 120 de grade.

Elementele active ale matriței pentru extrudare au fost executate în conformitate cu specificațiile tehnice corespunzătoare sculelor pentru deformare plastică la cald, materialul folosit fiind oțelul 30 VCrW 85 supus călirii secundare, suprafețele care vin în contact cu materialul fiind rectificate și apoi lustruite.

IV-2.2. Parametri tehnologici ai extrudării

IV-2.2.1. Condiții tehnice

Operațiunile de extrudare s-au executat cu ajutorul unei mașini de încercare la tracțiune-compresiune¹, care permite măsurarea forței aplicate și a vitezei de deformare.

Matrița de extrudare, mai puțin suportul, conținând și proba din compozit, se introduce într-un cuptor electric cu bare de silită, pentru încălzire la temperatura dorită, durata de menținere pentru egalizarea temperaturii fiind de 40 de minute. După încălzire, matrița este mutată imediat în suportul așezat pe masa mașinii de încercat, aplicându-se deformarea prin apăsare cu viteză constantă a poansonului, montajul experimental fiind prezentat în Anexa IV.1. Componentele matriței având o masă și implicit o căldură înmagazinată mare, iar dimensiunile probei de compozit fiind reduse, necesitând durate scăzute ale încercării, temperatura de menținere a probei poate fi considerată ca fiind constantă pe toată perioada încercării.

O problemă de mare importanță o reprezintă reducerea forțelor de frecare între materialul compozit și zonele active ale matriței de extrudare. Prezența particulelor ceramice are ca efect creșterea acestor forțe de frecare, rezultând eforturi necesare deformării simțitor crescute, dar și o instabilitate accentuată a procesului de deformare. Principalul rezultat al acestei instabilități îl reprezintă deteriorarea suprafețelor rezultate prin extrudare. În cazul de față probele extrudate au un aspect caracteristic de brăduț², ca urmare a unei succesiuni de înțepeniri și alunecări³ ale materialului la trecerea prin zonele active de deformare. Aspectul acestor suprafețe realizate fără lubrifiere se observă în figura IV-2.

Această calitate a suprafețelor este inacceptabilă pentru utilizare, motiv pentru care s-a încercat găsirea unei soluții de reducere a frecărilor. Metoda standard indicată în bibliografie este capsularea în aluminiu tehnic pur a compozitelor obținute prin metalurgia pulberii sau din topitură, după care se aplică deformarea plastică printr-unul dintre procedeele enumerate anterior. Având în vedere dificultatea tehnică și economică de aplicare a acestei metode, s-a experimentat o metodă proprie extrudării directă a amestecurilor de pulberi, constind din folosirea unei bucăți de material tampon. Acest tampon de material ductil suferă deformări importante subțindu-se foarte mult și realizând depunerea unui strat subțire de aluminiu la suprafața compozitului, așa cum s-a reprezentat schematic în figura IV-3. În acest mod forțele de frecare sunt reduse foarte mult, suprafețele rezultate fiind de bună calitate.

¹ WE-100, produsă în R.P. Chineză, aflată în dotarea laboratorului de încercări mecanice a Catedrei de Rezistența Materialelor, de la Universitatea "Politehnica" din Timișoara.

² engl. fir tree.

³ engl. stick and slip.



Figura IV- 2. Aspectul probelor extrudate realizate fără lubrifiere.

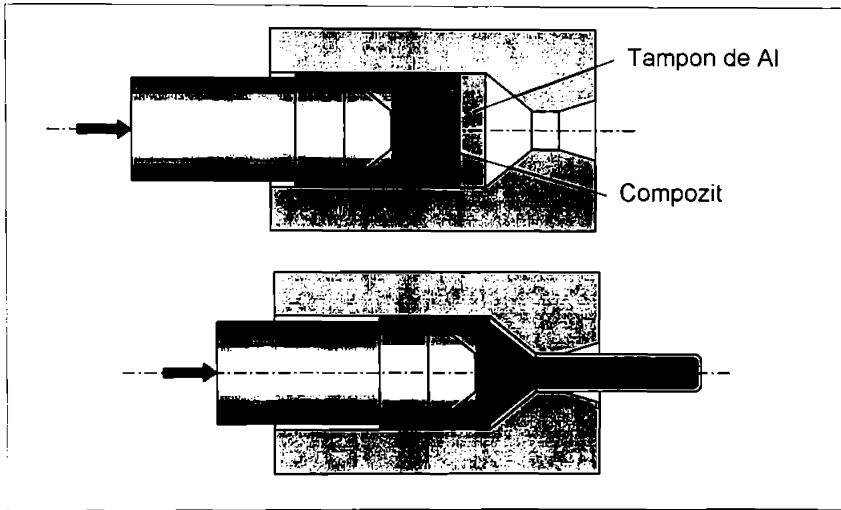
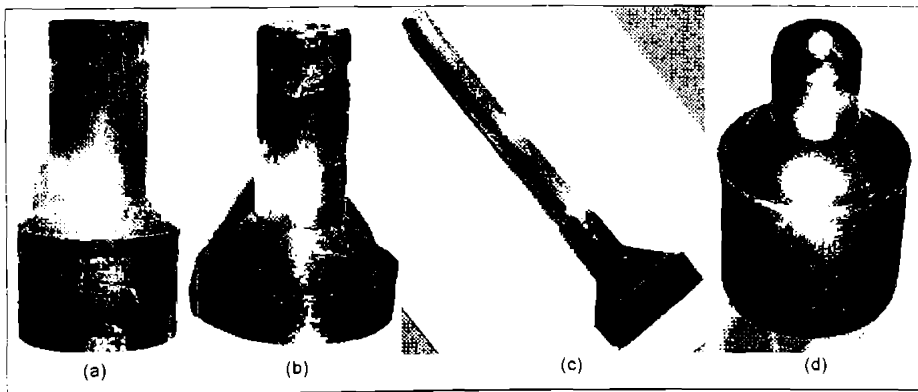


Figura IV- 3. Reducerea frecării prin aplicarea tamponului de aluminiu.



*Figura IV- 4. Aspectul general al probelor realizate cu placă tampon:
a și b. tampon de grosime prea mică; c și d. tampon de grosime suficientă.*

Aspectul probelor realizate cu această metodă este prezentat în figura IV-4 a. Principala problemă care apare în cazul acestei metode este dimensionarea corectă a grosimii plăcii tampon, precum și realizarea unei temperaturi de deformare suficient de ridicate care să asigure o deformabilitate suficientă a stratului de aluminiu. În caz contrar doar o parte din piesă va fi acoperită cu stratul de aluminiu, așa cum se observă în figura IV-4 b. De asemenea grosimea tamponului trebuie să fie corelată cu gradul de deformare aplicat piesei extrudate. Stratul de aluminiu pur are o bună aderență la materialul compozit, fiind continuu și compact, susceptibil a fi favorabil în numeroase aplicații.

IV-2.2.2. Temperatura de extrudare

O problemă de mare importanță în realizarea operațiunii de extrudare o reprezintă alegerea temperaturii la care să se desfășoare deformarea, datorită faptului că ductilitatea compozitului este influențată în mare măsură de temperatură.

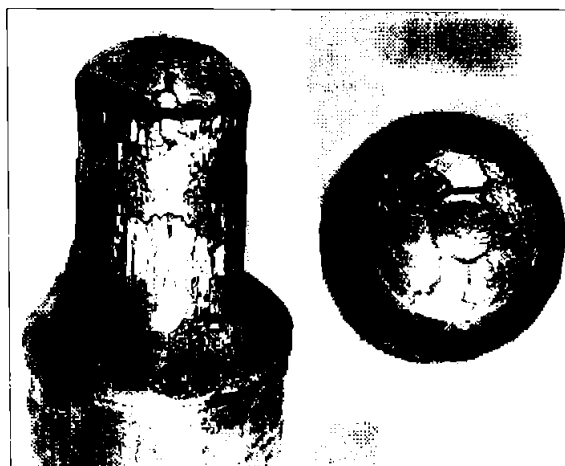


Figura IV- 5. Aspectul fisurilor la deformarea prin extrudare, temperatura $T=200^{\circ}\text{C}$, gradul de deformare $i = 2,25$.

Încercările preliminare efectuate s-au făcut la nivelele de temperatură de 200°C , 350°C și 500°C . Rezultatele obținute confirmă în mare parte informațiile referitoare la evoluția plasticității în funcție de temperatură, prezentate în subcapitolul I-5.7.

Asfel extrudările cu grad mare de deformație de desfășoară fără probleme la temperatura de 500°C , în timp ce la temperaturile de 350°C , la grade mari de deformare se constată apariția de fisuri. Aceste fisuri apar în mod frecvent, chiar la deformații mai reduse în cazul temperaturilor de 200°C . Aspectul general al acestor fisuri apărute la deformare este exemplificat în figura IV-5.

Ca o concluzie generală a acestor încercări de extrudare s-a adoptat valoarea optimă a temperaturii la nivelul de 500°C , asigurând pentru toate gradele de deformare alese o ductilitate corespunzătoare, evitând formarea de fisuri, printr-o viteză suficientă de relaxare difuzivă a dizlocațiilor.

IV-2.2.3. Viteza de deformare

Nivelul de temperatură de 500°C la care se face deformarea, în condiții de evitare a fisurării materialului, se află în corelație cu viteza de deformare. Așa cum s-a arătat în

subcapitolul I-5.7.1, fiecărei viteze de deformare îi corespunde o valoare minimă a temperaturii, care asigură o descărcare a tensiunilor acumulate în zona particulelor ceramice, cu o viteză cel puțin egală celei de acumulare, ca urmare a deformării.

În cazul de față viteza de deformare de 20 mm/minut, a fost adoptată prin tatonări și în conformitate cu caracteristicile utilajului folosit. Calcularea pentru materialele produse a unei relații similare celei notate în capitolul I prin (10), precum și trasarea unei dependențe corespunzătoare figurii I-10, impune extinderea în viitor a cercetărilor și la alte viteze, pentru caracterizarea comportării de deformare la cald și stabilirea valorii de tranziție la rece.

IV-3. Rezultate experimentale

IV-3.1. Calitatea suprafețelor rezultate

Forțele de frecare de valori mari, care se produc între compozit și matrița de extrudat, fac ca suprafața rezultată în urma extrudării să prezinte aspectul din figura IV-2. Reducerea forțelor de frecare va avea ca efect stabilizarea deformării și îmbunătățirea calității suprafeței. Așa cum s-a arătat în considerațiile generale, stabilitatea deformării și implicit calitatea suprafeței este influențată pe lângă forțele de frecare și de unghiul de deformare 2α pentru care se determină în fiecare caz o limită maximă. Experimentele preliminare au indicat ca valoare maximă admisibilă, pentru compozitele luate în studiu, unghiul $2\alpha = 90^\circ$, care asigură o bună calitate a suprafeței pentru toate proporțiile de armare luate în studiu (0 – 20 % SiC), cu condiția realizării unei pelicule continue de aluminiu la suprafața piesei extrudate.

IV-3.2. Distribuția particulelor ceramice

Distribuția particulelor ceramice după tratamentul termic de sinterizare și înaintea deformării probelor de compozit este prezentată în Anexa IV.2. Așa cum s-a demonstrat prin modelul analitic prezentat în subcapitolul II-3, pentru raportul ales între dimensiunile particulelor metalice și a celor ceramice, calitatea compozitelor este corespunzătoare, în sensul că aglomerările de particule sunt de dimensiuni mai reduse. Cu toate acestea se poate observa tendința de localizare a particulelor ceramice sub forma unei rețele la limitele grăunților matriței metalice, cu efecte negative asupra concentrării de tensiunii în apropierea particulelor și reducerea drastică a ductilității și tenacității. Tendința de formare a acestor rețele se accentuează pe măsura creșterii proporției de armare, fapt care explică scăderea ductilității pe măsura creșterii procentului de particule ceramice, raportată în bibliografia studiată pentru toate compozitele armate cu particule. Atenuarea acestor efecte negative se face prin uniformizarea distribuției elementelor de armare în masa metalică.

De altfel principalul efect al deformării plastice la cald îl reprezintă tocmai redistribuirea particulelor ceramice, alături de reducerea gradului în care compozitul prezintă aglomerări și implicit zone de concentrare a tensiunilor.

Efectul de rearanjare al particulelor poate fi pus cel mai bine în evidență prin aspectul metalografic al conului de deformare la extrudare. Astfel în Anexa IV.3a, reprezentînd un compozit cu 5% SiC, se disting două zone, una corespunzătoare zonei de material care nu a fost deformat și prezintă numeroase aglomerări și o zonă cu deformări plastice importante, în care particulele se reorientează formînd o textură, pe direcția de deplasare a materialului. Structura rezultată în piesa deformată la un raport $i = 9$ se prezintă în secțiune longitudinală și transversală, în microfotografiile din Anexa IV.3b, respectiv Anexa IV.3c. Toate cele trei microstructuri enumerate mai sus au fost realizate prin microscopie optică la o mărire de 125 de ori. Structura reprezentată în Anexa IV.3d reproduce

secțiunea transversală a materialului la o mărire de 250 de ori, iar Anexa IV.3e o secțiune longitudinală prin conul de deformare la o mărire de 500 de ori.

Creșterea proporției de armare are ca efect reducerea efectului de rearanjare, rezultând o distribuție mai puțin uniformă a particulelor ceramice. Aspectul structural al unui compozit armat cu 10% carbură de siliciu, în urma aplicării unui grad de deformare de $i = 9$, este prezentat în Anexa IV-4a și b, în secțiune longitudinală, la o mărire de 125, respectiv 250 de ori, și în secțiune transversală la mărirea de 250 de ori în detaliul c al aceleiași anexe.

Scăderea gradului de deformare de la $i = 9$ la $i = 4$ are de asemenea ca efect un grad de uniformitate mai scăzut a distribuției de particule. De asemenea, reducerea gradului de deformare produce distribuții diferite în piesele extrudate, mai uniformă la margine și cu mai multe aglomerări spre centru, așa cum se poate constata din Anexa IV4d și e.

Tendența descrisă în cele de mai sus se accentuează dacă extrudarea se face cu un grad de deformare și mai redus, fapt care se poate pune în evidență în Anexa IV.4f, la o deformare $i = 2,25$, printr-o secțiune longitudinală în conul de deformare, observându-se o rearanjare mai redusă a particulelor ceramice, respectiv în Anexa IV.4g la secțiune transversală printr-o asemenea piesă extrudată.

Deformarea produsă la temperaturi scăzute ($T = 200^{\circ}\text{C}$) este exemplificată în Anexa IV.4h, constatându-se practic absența redistribuirii elementelor ceramice și prezența masivă a fisurilor.

În cazul compozitelor cu grad mare de armare, la care formarea aglomerărilor de particule și localizarea lor în rețea este mult mai accentuată, așa cum rezultă din Anexa IV.2, deformarea cu grad mare, deși realizează o distribuție mai puțin uniformă decît la materialele cu conținut redus în elemente ceramice, reducerea numărului de aglomerări și îmbunătățirea structurală este evidentă. De asemenea se accentuează diferența de uniformitate a distribuției dintre zona marginală și cea din miezul piesei. Anexa IV.5a respectiv IV.5b prezintă aceste distribuții, într-o secțiune longitudinală printr-o piesă extrudată cu 15% SiC, iar microfotografiile e și f din aceeași anexă, pentru un material cu 20% SiC. În microstructura e este prezentată și o porțiune din stratul exterior de aluminiu, remarcîndu-se integritatea acestuia și buna aderență cu materialul de bază. Același lucru se poate observa în Anexa IV.5c, pentru o secțiune transversală. Astfel partea superioară a microfotografiei, reproducînd zona de margine arată o distribuție mai uniformă, comparativ cu partea de jos care reproduce o zonă dinspre miezul piesei.

Aplicarea unui grad ridicat al deformării este capital, deoarece o deformare insuficientă nu va îndepărta structura celulară, așa cum se întîmplă de exemplu la deformarea cu $i=4$ a unui compozit cu 15 % SiC (Anexa IV.5d).

IV-3.3. Structura matricei metalice

Pe parcursul încercărilor experimentale s-au observat situații în care influența compoziției și a parametrilor prelucrării termomecanice asupra microstructurii este notabilă.

În timpul tratamentului de sinterizare, creșterea procentului de armare produce scăderea măririi de grăunte a matricei metalice, acest efect al armării fiind responsabil într-o oarecare măsură pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice ale compozitelor, față de aliajele metalice nearmate. Reducerea granulației matricei ca urmare a prezenței în număr sporit a centrelor de cristalizare, reprezentați de particulele ceramice, a fost raportat pentru majoritatea compozitelor prezentate în literatura de specialitate, fiind pus în evidență și prin studiul metalografic al materialelor produse după cum se poate constata din analiza comparativă a celor două structuri similare din Anexa IV.6a și b, una conținînd 5 % și alta 15% SiC.

O altă constatare ce se poate face în legătură cu cele două structuri, este distribuția fazelor intermetalice, mai ales a fazei θ , caracteristică aliajelor cu conținut relativ ridicat de

cupru, așa cum este aliajul din care au fost produse compozitele studiate. Răcirea relativ lentă după sinterizare, corespunzătoare stării T1 produce dimensiuni mari ale acestor faze intermetalice, de culoare închisă în microstructurile reproduse în anexa IV.6a și b, ca urmare a atacului metalografic cu reactiv Keller. La grade reduse de armare aceste precipitații grosolane se localizează aproximativ uniform pe întreaga suprafață a grăunților metalici, în timp ce la grade ridicate de armare, în cazul prezentat la 15% SiC, precipitațiile de culoare închisă se vor separa mai ales la limitele de grăunte, acolo unde se află plasată și rețeaua formată din elementele ceramice de armare. Ca urmare a acestei constatări se poate presupune că precipitarea fazelor intermetalice, corespunzătoare stării de echilibru T1, se face preponderent eterogen, la grade mari de armare principalele centre de precipitare fiind constituite de către particulele ceramice.

Spre deosebire de aceasta, la starea T6, produsă prin călire și îmbătrânire, chiar la grade de armare ridicate (15% în Anexa IV.7 a și b), precipitatele, mult mai fine pot fi observate în interiorul matricei metalice, precipitarea făcându-se după toate probabilitățile în mod omogen, așa cum s-a presupus și în urma investigațiilor prezentate în capitolul III.

În conformitate cu cele cunoscute de la deformarea la cald a materialelor clasice, pe măsura creșterii gradului de deformare, granulația matricei metalice a compozitului devine tot mai fină. Acest fapt este exemplificat pentru un compozit cu grad de armare de 10% SiC, supus unor grade de deformare de $i=2,2$; $i=4$ și $i=9$, în Anexa IV.8a, b și respectiv c. Dacă la aceste structuri realizate prin deformare la cald ($T=500^{\circ}\text{C}$) granulația scade în mod evident pe măsura creșterii gradului de deformare, prin realizarea unei deformări la rece ($T=200^{\circ}\text{C}$) se constată că are loc o alungire a grăunților cristalini, ceea ce indică absența completă a recristalizării.

IV-4. Concluzii

Deformarea plastică la cald reprezintă o operațiune cu efecte favorabile asupra calității compozitelor armate cu particule ceramice, principalul rezultat constând din redistribuirea particulelor, cu efecte micromecanice importante.

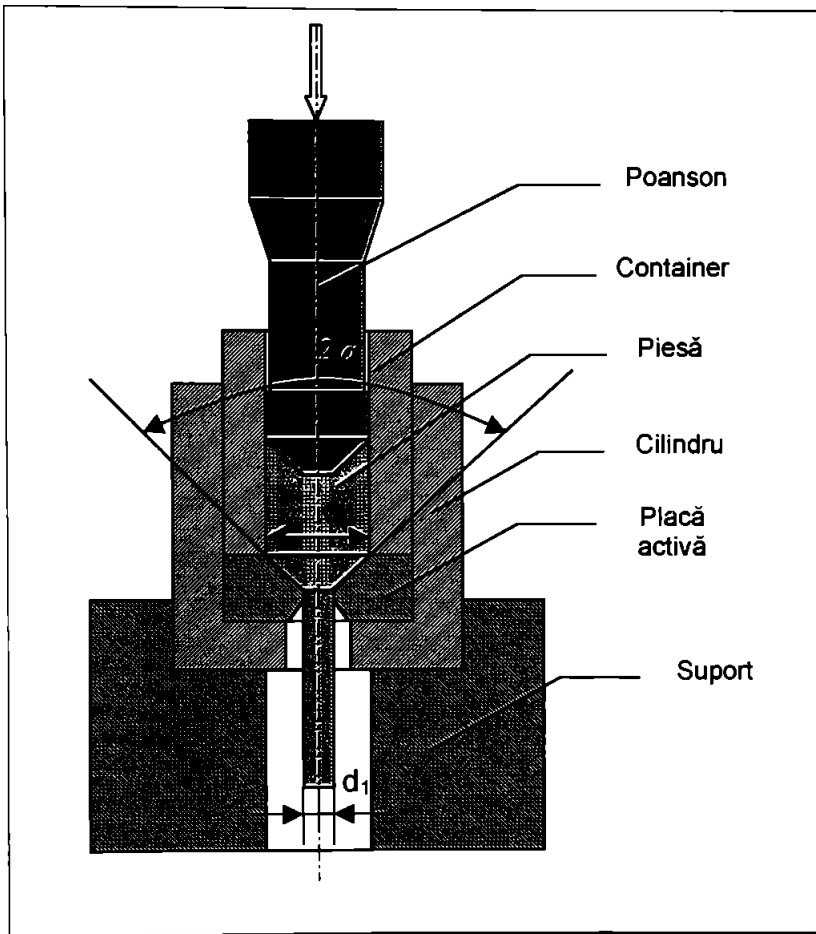
Tehnologia deformării prezintă unele particularități, datorate în special vitezei ridicate de ecrusare a materialului și forțelor de frecare de valori mari dintre material și sculele de deformare. Soluția de folosirea a unui tampon de aluminiu, având grosimea aleasă corespunzător cu gradul de deformare aplicat și mărimea probei, conferă o bună calitate a suprafețelor rezultate, fiind necesară și corelarea cu elementele geometrice ale matricei, mai ales unghiul de deformare. De asemenea se constată că este necesară și o corelare a vitezei de deformare cu temperatura deformării, în cazul vitezei alese temperatura necesară situându-se în jurul valorii de 500°C .

Gradele de deformare aplicate trebuie să fie de valori mari, mai ales în cazul unor proporții de armare ridicate, la care aspectul de rețea este evident, cu numeroase aglomerări. Aceste deformații mari produc distribuții de particule mai uniforme, iar uniformitatea distribuției este apropiată în toate zonele piesei extrudate.

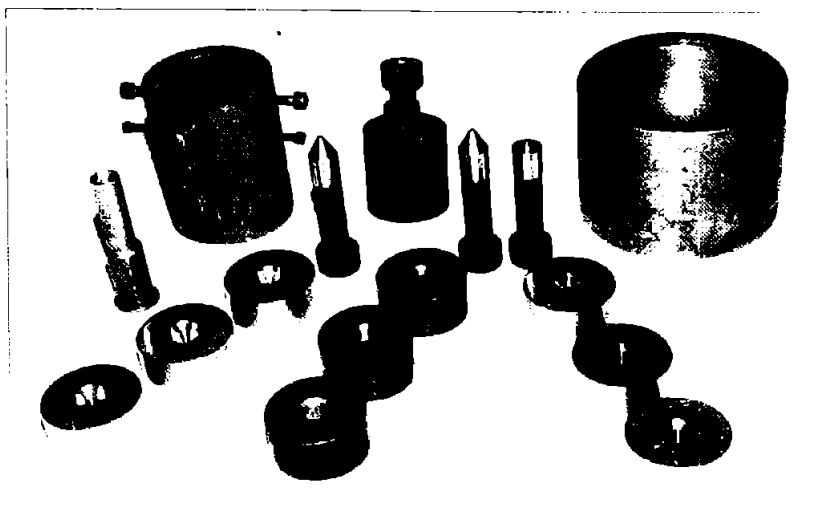
Deformarea plastică la cald produce și finisarea structurii rezultate, granulația fiind cu atât mai fină cu cât gradul de deformare este mai ridicat.

Analiza microstructurilor după atacul metalografic au confirmat presupunerile făcute anterior ca urmare a analizei termice, după care precipitarea la îmbătrânire se face omogen, spre deosebire de separările rezultate prin răcire lentă, care sunt favorizate de precipitarea eterogenă, inițiată la nivelul particulelor ceramice

ANEXA IV



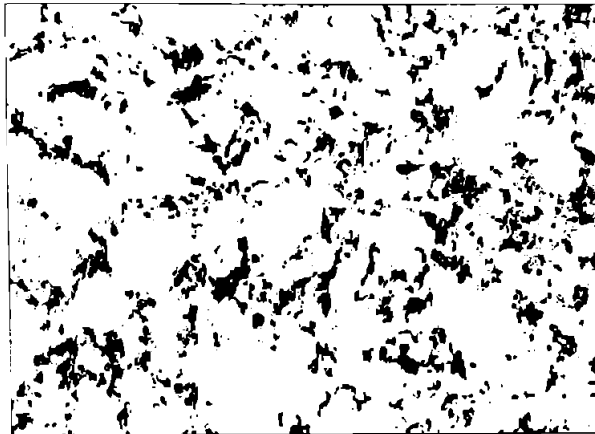
Anexa IV.1 a. Schema constructivă a matriței pentru extrudare.



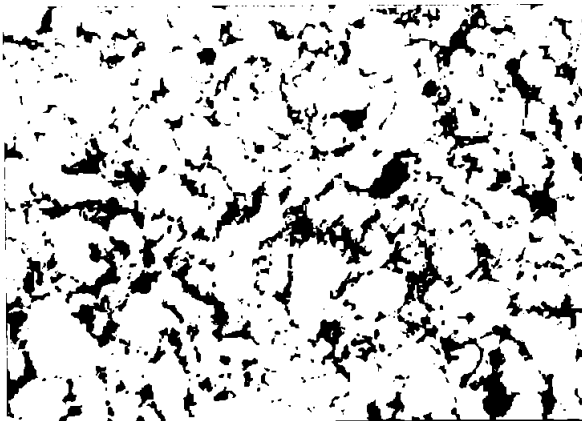
Anexa IV.1 b. Aspectul general al matritei pentru extrudat.



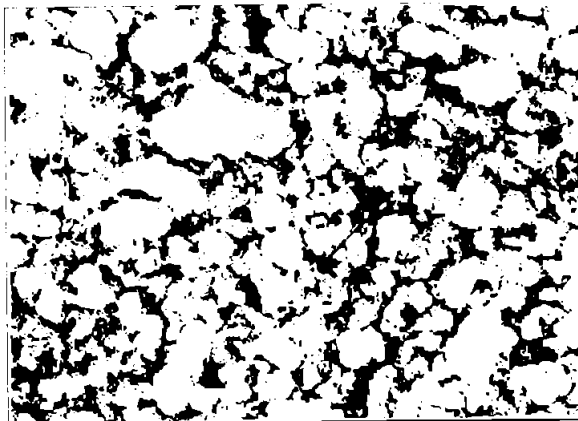
Anexa IV.1 c. Montajul experimental pentru extrudare.



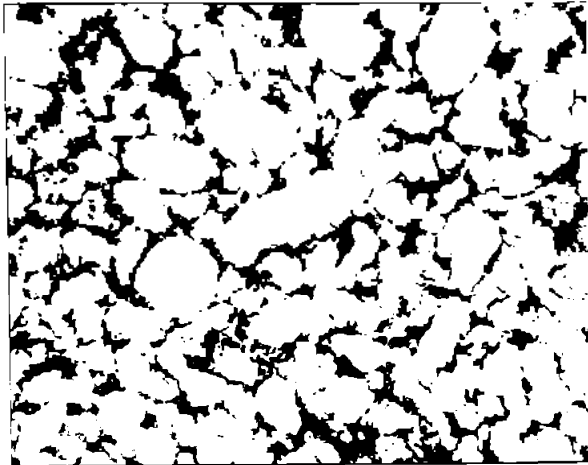
Anexa IV.2a . Material compozit sinterizat cu 5 % SiC (MO 125x).



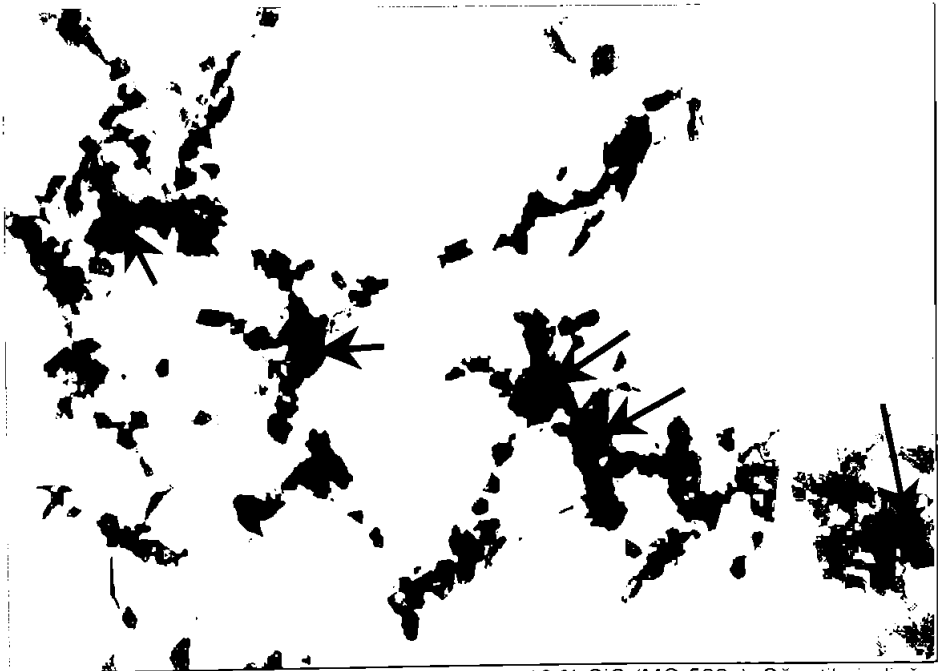
Anexa IV.2b . Material compozit sinterizat cu 10 % SiC (MO 125x).



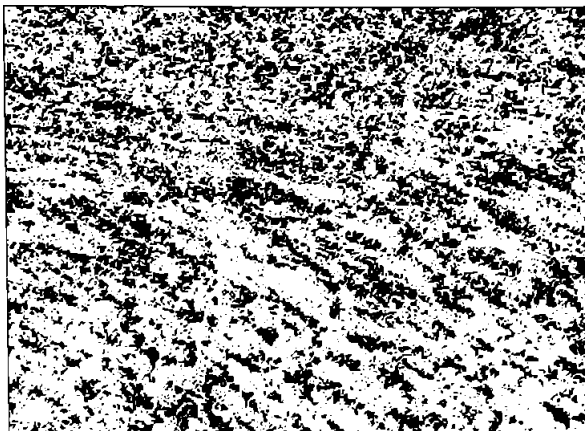
Anexa IV.2c . Material compozit sinterizat cu 15 % SiC (MO 125x)



Anexa IV.2d . Material compozit sinterizat cu 20 % SiC (MO 125x).



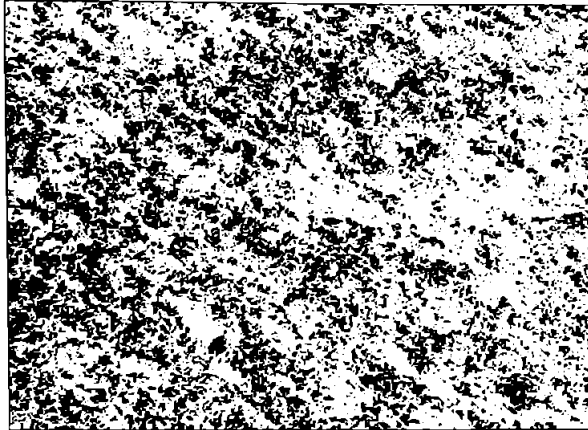
Anexa IV.2e . Material compozit sinterizat cu 10 % SiC (MO 500x). Săgețile indică aglomerările în care s-au format pori.



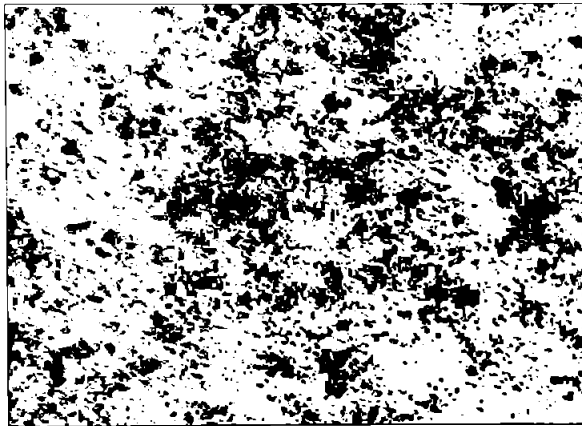
Anexa IV.3a. Secțiune longitudinală prin conul de deformare: 5% SiC; $i = 9$: (MO 125x).



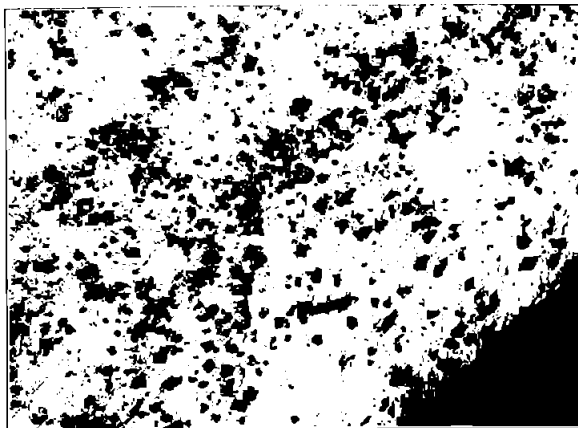
Anexa IV.3b. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată: 5% SiC; $i = 9$: (MO 125x).



Anexa IV.3c. Secțiune transversală prin piesa extrudată: 5% SiC. $i = 9$. (MO 125x).



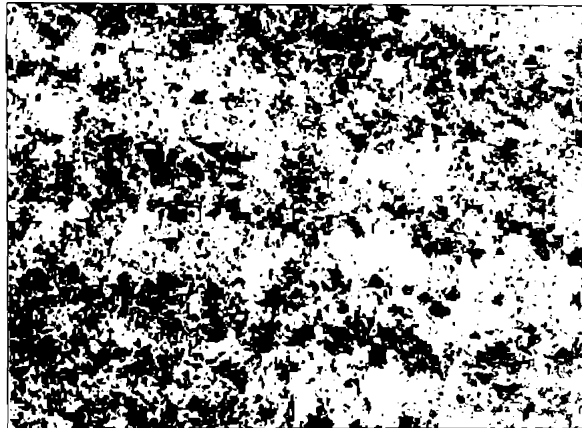
Anexa IV.3d. Secțiune transversală prin piesa extrudată: 5% SiC. $i = 9$. (MO 250x).



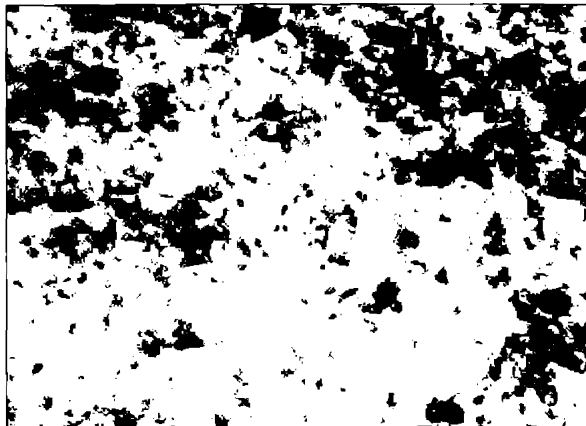
Anexa IV.3e. Secțiune longitudinală prin conul de deformare: 5% SiC. $i = 9$. (MO 500x).



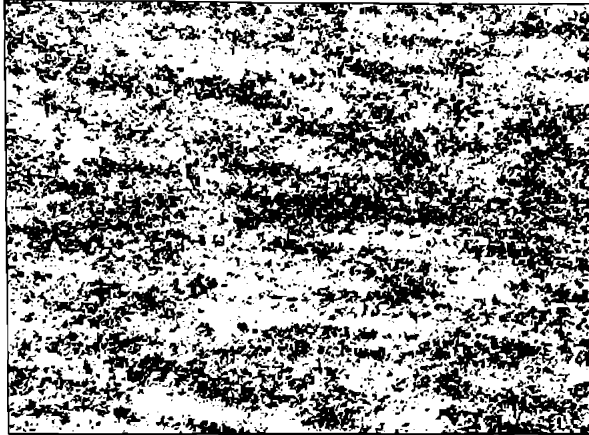
Anexa IV.4a. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată; 10% SiC; i=9; (MO 125x).



Anexa IV.4b. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată; 10% SiC; i=9; (MO 250x).



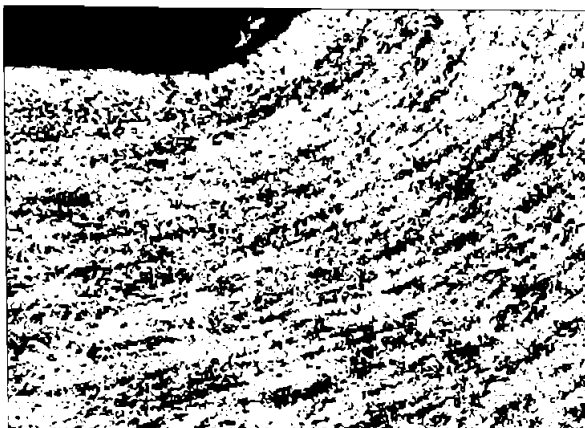
Anexa IV.4c. Secțiune transversală prin piesa extrudată; 10% SiC; i=9; (MO 250x).



Anexa IV.4d. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată, zona de la marginea piesei; 10% SiC, $i=4$, (MO 125x).



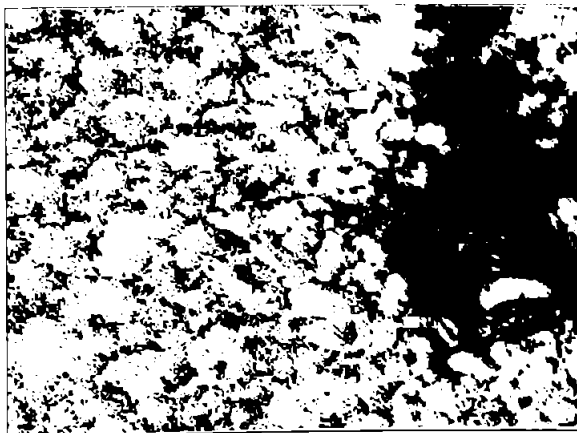
Anexa IV.4e. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată, zona din centrul piesei; 10% SiC, $i=4$, (MO 125x).



Anexa IV.4f. Secțiune longitudinală prin con. 10% SiC. $i=2.25$. (MO 125x)



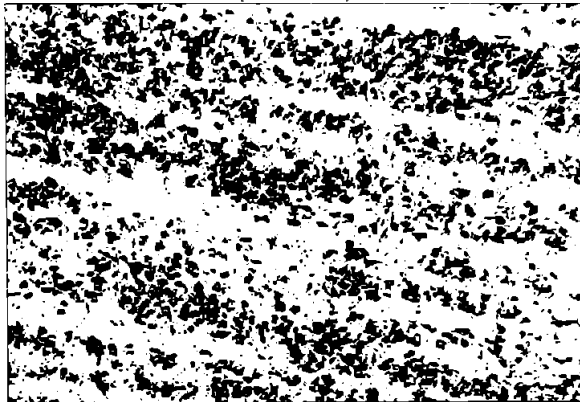
Anexa IV.4g Secțiune transversală prin piesa extrudată: 10% SiC. $i=2.25$. (MO 125x)



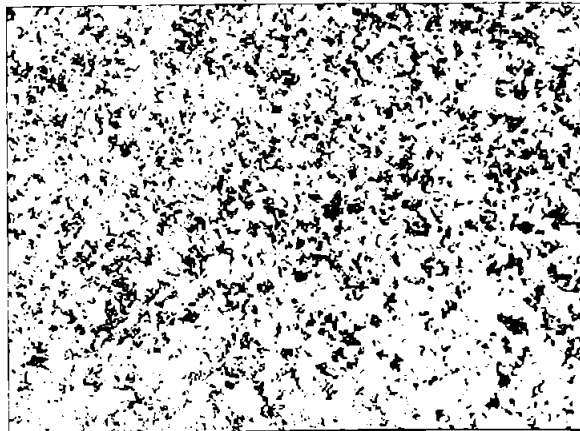
Anexa IV.4h. Secțiune prin piesa extrudată: $T=200^{\circ}\text{C}$: 10% SiC. $i=4$. (MO 125x)



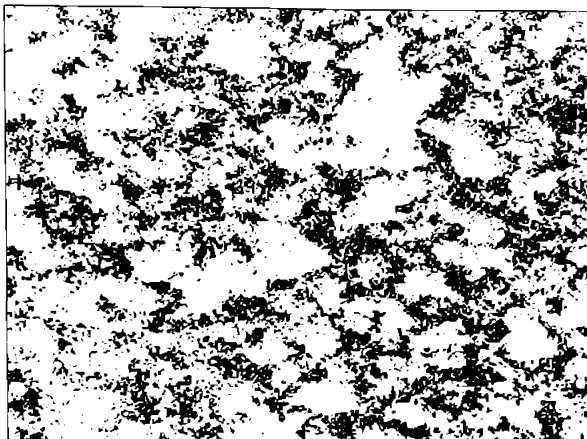
Anexa IV.5a Secțiune longitudinală prin piesa extrudată, zona de margine. 15% SiC: i=9: (MO 125x).



Anexa IV.5b. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată, zona din miez: 15% SiC: i=9: (MO 125x)



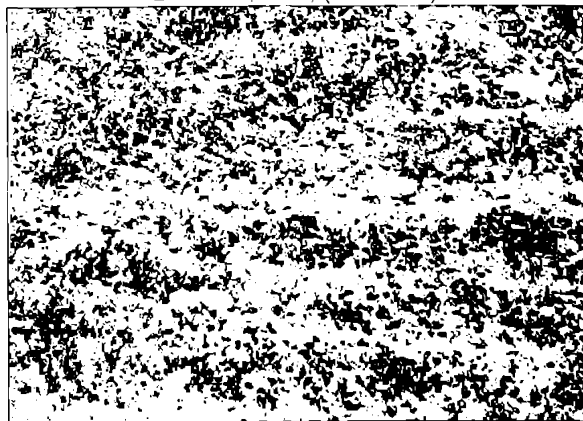
Anexa IV.5c. Secțiune transversală prin piesa extrudată: 15% SiC: i=9: (MO 125x)



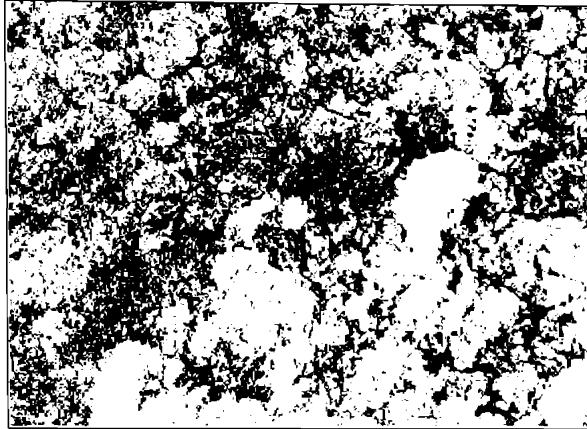
Anexa IV.5d. Secțiune transversală prin piesa extrudată; 15% SiC; $i=4$; (MO 125x).



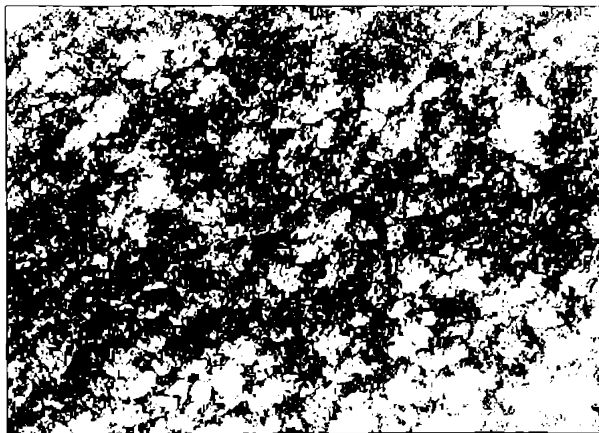
Anexa IV.5e. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată, zona de la margine; 20% SiC; $i = 9$; (MO 125x).



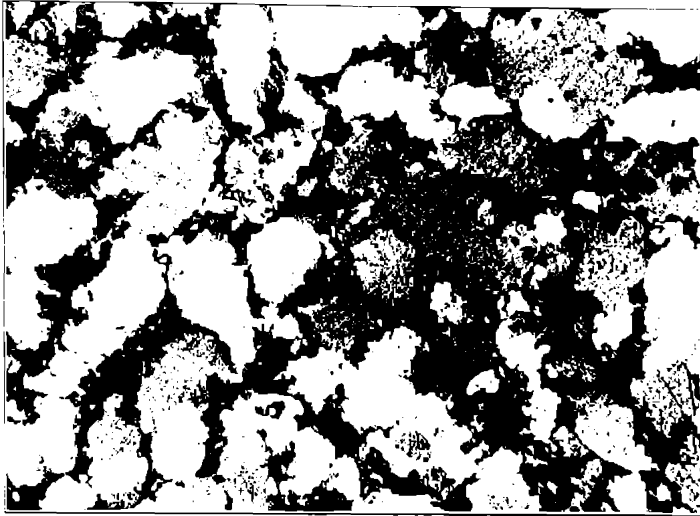
Anexa IV.5f. Secțiune longitudinală prin piesa extrudată, zona din centrul piesei; 200% SiC; $i = 9$; (MO 125x)



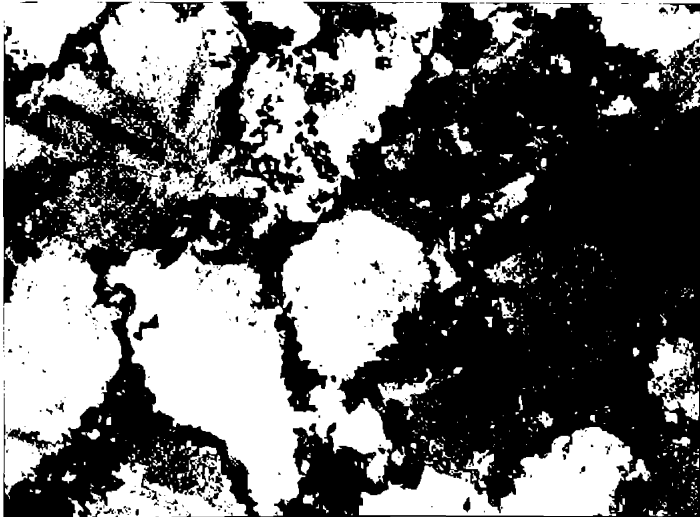
Anexa IV.6a. Microstructura după sinterizare a unui compozit cu 5% SiC(stare T1): structură grosolană cu separări de faze intermetalice, în interiorul grăunților (Reactiv Keller, MO 125x).



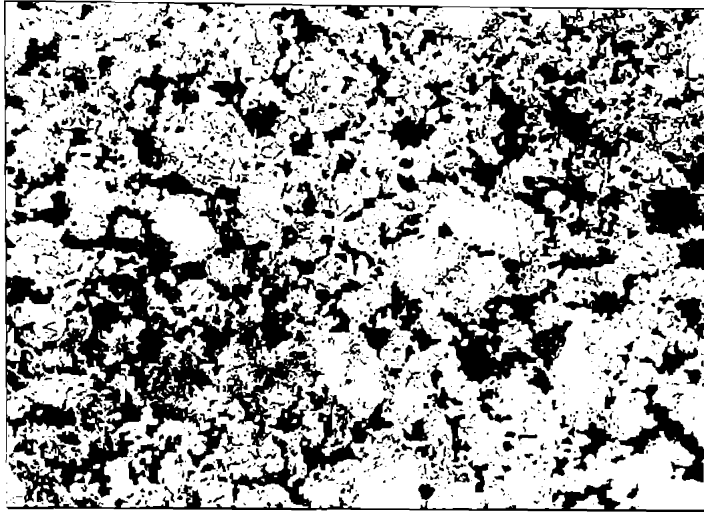
Anexa IV.6b. Microstructura după sinterizare a unui compozit cu 15% SiC(stare T1): structură fină cu separări de faze intermetalice în interiorul grăunților și pe rețeaua de particule ceramice (Reactiv Keller, MO 125x).



Anexa IV.7a. Microstructura după îmbătrânire a unui compozit cu 15% SiC (stare T6) structură fină cu precipitări fine, în interiorul grăunților, de faze intermetalice (Reactiv Keller, MO 125x).



Anexa IV.7b. Microstructura după îmbătrânire a unui compozit cu 15% SiC (stare T6), structură fină cu precipitări fine, în interiorul grăunților, de faze intermetalice (Reactiv Keller, MO 250x).



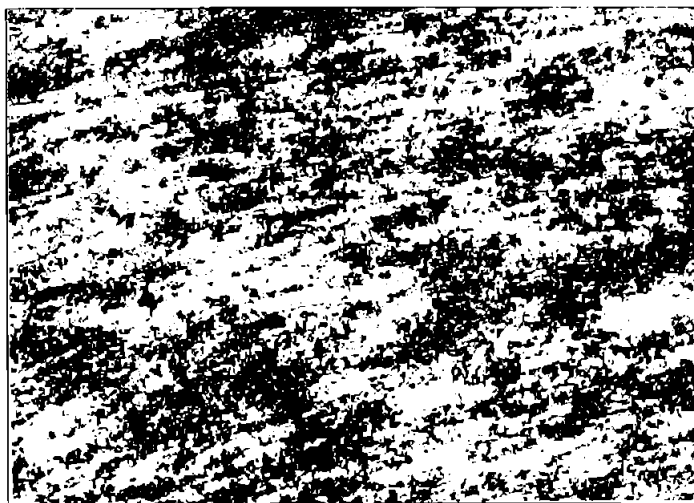
Anexa IV.8a. Microstructura unui compozit cu 10% SiC supus deformării la cald ($T=500^{\circ}\text{C}$) cu $i=2,2$ (Reactiv Keller, MO 125x).



Anexa IV.8b. Microstructura unui compozit cu 10% SiC supus deformării la cald ($T=500^{\circ}\text{C}$) cu $i=4$ (Reactiv Keller, MO 125x).



Anexa IV.8c Microstructura unui compozit cu 10% SiC supus deformării la cald ($T=500^{\circ}\text{C}$) cu $i=9$ (Reactiv Keller. MO 125x)



Anexa IV.8d Microstructura unui compozit cu 10% SiC supus deformării la rece ($T=350^{\circ}\text{C}$) cu $i=9$ (Reactiv Keller. MO 125x)

Capitolul V. Concluzii finale

V-1. Rezultate teoretice și experimentale

Cercetările efectuate în legătură cu producerea și prelucrarea mecano-termică a compozitelor având matrice metalică armată cu particule ceramice îndreptătesc concluzia că aceste materiale au bune perspective de utilizare pe scară largă în aplicații dintre cele mai diverse:

- Proprietățile mecanice obținute au valori superioare față de cele ale aliajelor corespunzătoare pe bază de aluminiu aflate în stare nearmată, mai ales în ceea ce privește duritatea și rezistența mecanică la rupere; Având în vedere că și elementele ceramice de armare au o greutate specifică redusă, apropiată de cea a aliajului metalic, materialele rezultate sunt atractive din punctul de vedere al utilizării în scopul reducerii masei totale a mașinilor și instalațiilor. Proprietățile mecanice se îmbunătățesc în mod considerabil în urma tratamentului termic de sinterizare, creșterile fiind în mod direct legate de proporția elementelor ceramice înglobate; Având în vedere că aliajul metalic ales ca matrice este durificabil, în urma tratamentului termic de îmbătrânire duritatea materialului variază similar aliajului nearmat, la durate de tratament mai scăzute, efectul maxim al durificării este însă în mod proporțional mai redus pe măsură ce proporția de armare crește;
- Alegerea corespunzătoare a compoziției și elementelor structurale ce caracterizează cele două componente, matricea metalică și particulele ceramice, precum și aplicarea unor transformări termomecanice corespunzătoare, permit în continuare lărgirea spectrului de proprietăți mecanice și fizico-chimice rezultate. Extinderea cercetărilor la compozite, având matrice din aliaje durificabile, pe a cărei linie se situează lucrarea de față, este în măsură să ofere noi materiale cu proprietăți superioare. De asemenea trebuie acordată atenție formei și dimensiunilor de particule ceramice, atât din punct de vedere al efectului micromecanic, cât și privitor la raportul dimensional cu particulele metalice folosite ca și materie primă, având în vedere că acesta influențează în mod direct distribuția elementelor de armare în matricea metalică. Aceste considerente limitează atât dimensiunile minime ale particulelor ceramice care se pot folosi, cât și proporția maximă de armare;
- Adoptarea unor tehnologii corespunzătoare și optimizarea operațiilor din itinerariul tehnologic permit realizarea unor soluții simple, bazate pe procedee de prelucrare clasice, apelând la utilaje deja existente, la costuri mult reduse. În acest sens studiile întreprinse au evidențiat posibilitatea producerii de compozite, prin modificarea corespunzătoare a parametrilor de proces. În cazul formării prin compactare au rezultat valori optime mai mari ale presiunii aplicate față de situația formării pulberii metalice, precum și condiții diferite de realizare a lubrifierii. Tratamentul termic de sinterizare suferă modificări reduse în sensul creșterii duratelor de menținere la temperatură, existând de asemenea posibilitatea creșterii temperaturii de tratament pe măsură ce proporția de armare este mai mare. Deși calitatea materialelor rezultate în urma sinterizării este bună, studiul durificării prin îmbătrânire a relevat influența importantă a unor factori care nu au fost luați în considerare în modelele de calcul, cum ar fi uniformitatea distribuției de particule sau gradul de compactitate al materialului produs
- Aplicarea unor procedee de deformare plastică permite atingerea unui grad de compactitate apropiat de 100%, precum și uniformizarea distribuției particulelor ceramice, cu efect de ameliorare a ductilității și tenacității, în general deficitare la această clasă de compozite. Ca urmare a deformării plastice rezultă un răspuns mult mai bun al materialului la durificarea prin precipitarea de faze intermetalice, însă gradele de deformare aplicate trebuie să fie ridicate. Efectul tehnico-economic al introducerii operațiilor de deformare plastică se manifestă la posibilitatea unei game

foarte largi de tipodimensiuni ale semifabricatelor, fapt care este de natură să simplifice tehnologiile de fabricare și să mărească atractivitatea compozitelor în diferite aplicații industriale, aplicându-se principiile tehnologice și de proiectare valabile pentru profilele din aliajele de aluminiu, la performanțe crescute;

V-2. Contribuții originale

V-2.1. Contribuții generale

În plan general cercetările teoretice și încercările experimentale au avut ca rezultat o tehnologie completă de producere, de deformare plastică și de tratament termic a unor materiale noi din clasa compozitelor având matrice din aliaj durificabil Al-Cu-Si-Mg și elemente de armare sub forma unor particule poligonale neregulate. Materialele produse au fost caracterizate din punctul de vedere a unor proprietăți mecanice importante, mai ales în ceea ce privește duritatea, rezultate fiind comparabile cu cele din bibliografie, pentru materiale similare, produse prin tehnologii asemănătoare. Ca urmare a modificării proporției de armare și unor transformări structurale realizabile prin tratament termic rezultă spectru larg de variație a acestor proprietăți.

V-2.2. Contribuții în plan tehnologic

Producerea materialelor compozite armate prin elemente ceramice, s-a bazat pe o nouă compoziție a matricii metalice, corespunzătoare unui aliaj complex al aluminiului, cu adaosuri de cupru, siliciu și magneziu, folosit în mod clasic la producerea prin sinterizare a unor piese din industria constructoare de mașini. În acest scop a fost pusă la punct o tehnologie simplă bazată pe procedee clasice, realizabilă fără dotări speciale, cu materii prime și materiale având costuri reduse și cu un grad mare de disponibilitate. Elaborarea acestei tehnologii a fost realizată prin optimizarea mai multor operații:

1. Având în vedere importanța amestecării mecanice asupra distribuției elementelor de armare, s-a folosit un model analitic adaptat pentru situația concretă, în scopul determinării raportului optim între dimensiunile particulelor metalice și a celor ceramice, determinându-se granulația optimă a ceramicii și limitele maxime ale proporției volumice de armare, pentru obținerea unei distribuții corespunzătoare. Valorile optimizate ale dimensiunilor de particule și a proporției de armare au fost verificate prin metode metalografice;
2. În ceea ce privește formarea prin compactare au fost analizate influențele exercitate de către particulele ceramice asupra gradului de compactitate realizat, datele obținute fiind sintetizate sub forma unei reprezentări grafice ce permite stabilirea presiunii necesare în funcție de procentul de armare cu ceramică. Au fost de asemenea stabilite condițiile tehnice și formele constructive specifice ale sculelor folosite pentru formarea prin compactare a amestecurilor de pulberi necesare producerii compozitelor studiate;
3. În cazul tratamentului termic de consolidare prin sinterizare s-au parcurs următoarele etape de cercetare:
 - alegerea procedurii de sinterizare și determinarea parametrilor optimi (durată și temperatura) pentru realizarea unor proprietăți mecanice superioare. Stabilirea parametrilor optimi pentru materialul compozit produs s-a făcut printr-o metodă mixtă, temperatura de sinterizare s-a determinat prin studii de analiză termică diferențială, iar durata de tratament s-a determinat prin studiu statistic. Analiza statistico-matematică s-a bazat pe un model experimental fracționar și prin metoda suprafeței de răspuns, aplicarea acestora în studiul materialelor reprezentând un element de noutate;

- a fost evidențiată în premieră influența favorabilă a unei viteze de încălzire ridicată la încălzirea în vederea sinterizării și s-au determinat valori optime ale duratei de sinterizare în funcție de procentul de armare;
- pentru materialele noi produse au fost confirmate informațiile din bibliografie, relativ la unele materiale asemănătoare, potrivit cărora prezența particulelor ceramice nu influențează semnificativ poziția punctelor critice de transformare;
- încercările experimentale s-au făcut cu ajutorul unei instalații de concepție și construcție proprie, care a permis variația și controlul precis al principalilor parametri care intervin în desfășurarea tratamentului termic;

Materialele produse au caracterizate complet din punctul de vedere la comportării la tratamentul termic de îmbătrânire, în funcție de procentul participării particulelor ceramice de armare. Astfel pe baza unei analize statistice complexe s-au determinat parametri optimi ai îmbătrânirii pentru fiecare categorie de compozit și s-a determinat un model numeric care descrie variația durității în funcție de cei doi parametri luați în studiu, durata de îmbătrânire și gradul de armare cu particule.

În ceea ce privește comportarea materialelor compozite la deformarea plastică au fost stabilite condițiile tehnice optime de realizare a extrudării, inclusiv lubrifierea și datele de proiectare specifice, în scopul menținerii integrității materialului și obținerii unei calități superioare a suprafețelor deformate.

V-2.3. Contribuții privind definirea și interpretarea transformărilor structurale

Investigațiile întreprinse asupra transformărilor fizico-structurale ce au loc în aceste materiale noi s-au concentrat în jurul elucidării influenței pe care o exercită particulele ceramice asupra comportării materialului în timpul tratamentelor termice și a deformărilor plastice.

În acest sens, având în vedere că pentru prescrierea corectă a parametrilor tehnologici este necesară cunoașterea cu precizie a poziției punctelor critice de transformare, s-au efectuat un număr mare de determinări prin analiză termică diferențială, rezultând o imagine completă a influenței particulelor ceramice asupra poziției acestor puncte critice, alți cele care intervin în tratamentele de sinterizare, cât și la durificarea prin precipitare din soluție solidă suprasaturată.

Analiza teoretică și experimentală efectuată, relativ la transformările care au loc la durificarea prin îmbătrânire, au permis formularea unor ipoteze noi legate de precipitarea fazelor intermediare și a celor stabile, subliniindu-se rolul tensiunilor interne de natură termică, produse de înglobarea particulelor ceramice, în accelerarea precipitării omogene a zonelor Guinier-Preston.

O altă ipoteză referitoare la reducerea efectului de durificare odată cu armarea, ca urmare a modificării raportului dintre fazele intermediare și stabile formate la îmbătrânire, a rezultat ca urmare a investigațiilor prin difracție cu raze X. Ca element de noutate difractogramele rezultate au fost analizate prin compararea cu spectrele etalon ale diferitelor faze, realizate prin simulare pe calculator. De asemenea, având în vedere concidența unor plane cristografice, la unele dintre fazele studiate a fost aplicată analiza cantitativă, asistată de calculator, a maximelor de difracție, pentru a determina formarea de faze noi.

Analiza metalografică a probelor de compozit au permis evaluarea efectului pe care deformarea plastică la cald o are asupra îmbunătățirii distribuției particulelor ceramice în interiorul matricei metalice, a noilor materiale produse. De asemenea analiza acestor structuri a permis aprecierea deformabilității la cald în funcție de gradul armării.

V-3. Direcții viitoare de cercetare

Studiile teoretice și experimentale întreprinse au relevat caracterul deosebit de complex al problematicii abordate, aspectele relative la producerea și prelucrarea mecano-termică a compozitelor metalice armate cu particule ceramice, urmând a fi aprofundată în continuare. Astfel s-au conturat câteva noi direcții de cercetare ce vor fi urmate în viitor:

- Extinderea sortimentului de materiale compozite produse, prin selecția altor aliaje ale aluminiului pentru formarea matricei metalice, precum și prin înglobarea unor particule ceramice cu alte compoziții, forme și dimensiuni. Aceasta se încadrează în tendința la nivel mondial de lărgire cantitativă a bazei de cercetare la un număr sporit de materiale noi;
- Continuarea încercărilor pentru caracterizarea materialelor produse, din punctul de vedere al proprietăților fizico-mecanice și tehnologice, cu accent pe cele care au valori remarcabile. Se consideră de interes deosebit aprofundarea cercetărilor pe direcțiile în care studiile preliminare întreprinse pînă în prezent au indicat un potențial deosebit sau cele importante din punctul de vedere al extinderii utilizării:
 - Rezistența la uzare;
 - Rezistența la oboseală mecanică și termică;
 - Rezistența la fluaj;
 - Tenacitatea și ductilitatea, mai ales în legătură cu distribuția particulelor ceramice de armare,
 - Deformabilitatea la cald și la rece prin diverse procedee;
 - Sudabilitatea, mai ales cea prin frecare;
- Perfecționarea tehnologiilor de producere, urmărindu-se cu consecvență aceleași principii, de a se apela la procedee asemănătoare celor clasice și enunțarea unor principii de proiectare tehnologică și funcțională asemănătoare celor pentru materialele clasice, în scopul sporirii atractivității pentru aplicațiile industriale;
- Aprofundarea studiului modificărilor structurale la materialele produse, mai ales în ceea ce privește transformările la îmbătrânire. În primă instanță se va urmări determinarea completă a diagramei C, a precipitării fazelor intermediare și a celor stabile, avînd în vedere că s-a stabilit cu certitudine în această lucrare că armarea cu particule ceramice produce modificări importante. Pe lîngă determinările cantitative de faze precipitate prin difracție de raze X, în măsura găsirii mijloacelor necesare, se va încerca o coroborare a rezultatelor cu studiile de metalografie prin microscopie optică, de transmisie și baleiaj;
- Analiza metalografică a distribuției de particule ceramice pe baza unui aparat matematic care să pună în evidență printr-un model de calcul influența pe care uniformitatea acestei distribuții o are asupra unor proprietăți mecanice importante.

Bibliografie

A. Lucrări originale

1. Carțiș, I., Nicoară, M. - Asupra producerii și utilizării materialelor compozite, "Zilele Academice Timișene", Timișoara, mai 1993;
2. Nicoară, M., Popescu, M. - Fenomene la interfața fibră – matrice în cazul materialelor compozite armate cu fibre, Conferința Internațională de Sudură și Control, organizată de ISIM Timișoara, Mai 1998
3. Nicoară, M. - Stadiul actual și perspective în producerea materialelor compozite cu matrice metalică armate cu particule ceramice, TMMC nr 26, pag. 277 – 285, Editura Tehnică, București, 1997;
4. Carțiș, I.; Nicoară, M.; Belgiu, G. - Contribuții privind optimizarea tehnologiei de producere a materialelor compozite cu matrice de aluminiu armate cu particule ceramice, Conferința **TEHNO'98**, Timișoara, mai 1998;
5. Carțiș, I., Nicoară, M., Răduță, A. - Effect of processing variables and reinforcement fraction on the hardness response of P/M produced AlCuSiMg/SiC_p metal matrix composites, Conferința **MATEHN'98**, Cluj-Napoca, septembrie 1998;
6. Carțiș, I., Nicoară, M. - Influența gradului de armare asupra tratamentului termic de îmbătrânire la compozitele Al-Mg-Cu / SiC_p, A IV-a Conferință Națională cu participare internațională, de tehnologii și metode moderne de proiectare în construcția de mașini, **IngMec'98**, Craiova, 16-17 octombrie 1998
7. Nicoară, M - Particle Reinforced Composites Based on Aluminium Alloy Matrix, **Workshop'98 Advanced Materials and Structures – AMS'98**, Timișoara, iunie 1998;

B. Periodice

1. Aikin, B. J. M., Courtney, T. H. - The Kinetics of Composite Particle Formation During Mechanical Alloying, *MT¹ A* vol 24A pp. 647;
2. Akwasi Ayensu, Langdon, Terence G. - The Inter-Relationship between Grain Boundary Sliding and Cavitation during Creep of Polycrystalline Copper, *MMT² A* vol. 27A pp. 1033;
3. Allison, J.E., Davis, L.C., Jones, J.W. - Metal Matrix Composites by Design, *ICCM-10³*, pp. II-345;
4. Alonso, A., Pamies, A., Narciso, J., Garcia-Cordovilla, C., Louis, E. - Evaluation of the wettability of aluminum alloys with SiC particles by means of pressure infiltration, *ICCM/9⁴*, vol. I, pp. 187;
5. Arsenault, R. J., Pillai, U.T.S. - The Bauschinger Effect in a SiC/Al Composite, *MMTA* vol. 27A pp 995;
6. Arsenault, R.J. - Interfaces in metal- and intermetallic-matrix composites, *Composites* vol. 25A pp.541;
7. Arsenault, R.J. - Relationship Between Strengthening Mechanism and Fracture Toughness of Discontinuous SiC/Al Composites, *Journal of Composites Technology & Research* vol. 10 pp. 140-145;
8. Arsenault, R.J. - The strengthening mechanism in discontinuous SiC/Al composites, *Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites*, *RISO 9⁵* pp. 279;
9. Arzi, E., Grahle, P. - Dispersion Strengthening of Disordered and Ordered Metallic Materials. From Dislocation Mechanisms to New Alloys, *Zeitschrift f. Metallkunde* 67 (1996) 11, pp. 874;
10. Axen, N., Hutchings, I.M. - Analysis of abrasive wear and friction behaviour of composites, *MST⁶* vol. 12, pp.757;
11. Azari, H.N., Murty, G.S., Upadhyaya, G.S. - High temperature deformation of rapidly solidified 7091 powder metallurgy aluminum alloy, *MST* vol. 9, pp.687;
12. Balch, D.K., Fitzgerald, T.J., Michaud, V.J., Mortensen, A., Shen, Y.L. Suresh, S. - Thermal Expansion of Metals Reinforced with Ceramic Particles and Microcellular Foams, *MMTA* vol. 27A pp. 3701;
13. Baloch, M.M., Bhadeshia, H.K.D.H - Directional recrystallisation in Inconel MA 6000 nickel base oxide dispersion strengthened superalloy, *MST* vol. 6, pp.1237;
14. Bandyopadhyay, S., Das, T., Munroe, P.R., Bell, T.J., Swain, M.V - Determination of Interface Modulus by Ultramicroindentation Technique in Al₂O₃ Particulate Reinforced 6061 Al Metal Matrix Composites, *ICCM-10*, pp. II-279;
15. Barata Marques, M.J.M., Martins, P.A.F. - Finite-element simulation of powder-metal forming, *Journal of Materials Processing Technology*, nr. 28/1991, pp.345-363;
16. Bardal, A., Hoier, R. - Interfaces in cast Al-SiC composites. Effect of alloying element and oxide layers, *Metal Matrix Composites - Processing - Microstructure and Properties*, *RISO 12⁷*, pag 205;

¹ METALLURGICAL TRANSACTIONS.

² METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS.

³ The Tenth International Conference on Composite Materials.

⁴ Proceedings of the Ninth International Conference on Composite Materials, Madrid, 12-16 July, 1993.

⁵ 9th Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science 1988.

⁶ Materials Science and Technology.

⁷ Proceedings of the 12th Riso International Symposium on Materials Science, 2-6 September 1991.

17. Barlow, C.Y. - Microstructural evolution during straining of discontinuously reinforced metal matrix composites, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag. 1;
18. Bayoumi, M.A., Ribes, H., Suery, M. - Aging characteristics of SiC-particle reinforced Al-Si alloys, *Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites*, RISO 9, pp. 291;
19. Begg, A.R. - *Metal Matrix Composites by Powder Metallurgy*, *Powder Metallurgy* vol. 36 pp.107,
20. Bhaduri, A., Gopinathan, V., Ramakrishnan, P., Miodownik, A.P. - Microstructural Changes in a Mechanically Alloyed Al₆Zn-2.5Mg-1.7Cu Alloy (7010) With and Without Particulate SiC Reinforcement, *MMTA* vol. 27A pp. 3719;
21. Bhagat, R.B., Amateau, M.F., House, M.B., Meinert, K.C., Nisson, P. - Elevated Temperature Strength, Aging Response and Creep of Aluminum Matrix Composites, *Journal of Composite Materials* vol.26, pp.1578, nr.11/1992;
22. Bieler, T.R., Mukherjee, A.K. - Threshold stresses and superplastic behavior of mechanically alloyed aluminium IN90211, *Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites*, RISO 9, pp. 297;
23. Bishop, J.E., Kinra, V.K. - Analysis of Elastothermodynamic Damping in Particle-Reinforced Metal-Matrix Composites, *MMTA* vol. 26A pp.2773;
24. Blucher, J.T. - Discussion of a liquid metal pressure infiltration process to produce metal matrix composites, *Journal of Materials Processing Technology*, 30 (1992), pp. 381-390;
25. Boey, F.Y.C., Khor, K.A., Sano, T., Murakoshi, Y. - High deformation consolidation PM processes for A8090 Al-Li alloy composite, *ICCM/9*, vol. I, pp. 897;
26. Bonnafé, J.P., Lebrun, J.L. - Residual stresses in matrix and reinforcement phases of SiC short fiber reinforced aluminium matrix composite. Application of X-ray diffraction to their determination., *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.229;
27. Bonollo, F., Ceschini, L., Garagnani, G.L., Palombarini, G., Zambon, A. - Discontinuously reinforced aluminium composite sliding against steel: study on wear behavior, *MST* vol. 10, pp.481;
28. Bonollo, F., Molinas, B., Tangerini, I., Zambon, A. - Diametral compression testing of metal matrix composites, *MST* vol. 10, pp.559;
29. Bonollo, F., Tiziani, A. - Evaluation of microstructural homogeneity in aluminium-matrix composites, *ECCM-7^a*, vol I, pag. 401;
30. Boothby, R.M., Hipsley, C.A. - Impact and chevron notch fracture toughness testing of particulate composites, *MST* vol. 10, pp.565;
31. Bourgeois, N., Derrien, K., Baptiste, D. - Observation and Modeling of Damage Evolution in Particulate Reinforced MMCs, *ICCM-10*, pp. II-241;
32. Bourgeois, N., Kryze, J., Baptiste, D., Francois, D. - Modelization of microstructure influence on the macroscopic properties of discontinuously reinforced MMCs, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.235;
33. Bowen, A.W., Ardakani, M., Humphreys, F.J. - The effect of particle size and volume fraction on deformation and recrystallisation textures in Al-SiC metal-matrix composites, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.241;
34. Broyles, S.E., Anderson, K.R., Groza, J.R., Gibeling, J.C. - Creep Deformation of Dispersion-Strengthened Copper, *MMTA* vol. 27A pp. 1217;
35. Brusethaug, S., Reiso, O. - Extrusion of SiC reinforced Al-alloys, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.247;
36. Bruun, N.K., Nielsen, K. - Corrosion resistance of fibre reinforced aluminium, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.257;
37. Bullough, R., Hartley, C.S. - Interaction of Dislocation with Residual Stresses in Particle Reinforced Composites, *ICCM-10*, pp. II-335;
38. Bushby, R.S., Scott, V.D. - Joining of particulate silicon carbide reinforced 2124 aluminum alloy by diffusion bonding, *MST* vol. 11, pp.753;
39. Bushby, R.S., Scott, V.D., Trumper, R.L. - Joining particulate-reinforced aluminium; (*ICCM/9*, pp. 279;
40. Carvalhinhos, H., Marcelo, T., Carvalho, M.H. - Geometrical Limitation to the Homogenous Mixing of Metal and Ceramic powders on Fabricating Al Matrix/SiC Composites, *ICCM-10*, pp. III-3;
41. Chambers, A.R. - The machinability of light alloy MMCs, *Composites* vol. 27A (1996) pp.143-147;
42. Chandra, T., Dake, Y. - High-temperature deformation behavior and microstructural investigation of silicon carbide particulate reinforced aluminium composite, *ICCM-8*, pp. 21-F-1;
43. Chen, E.Y., Meshii, M. - Challenges Involving the Application of Discontinuous Reinforced Aluminum metal Matrix Composites in Unified Life Cycle Engineering, *ICCM-10*, pp. I-553;

* Seventh European Conference on Composite Materials.

44. Chou, M.C., Chao, C.G. - Effect of Magnesium on Aging Behavior of Al-Zn-Mg-Cu/Al₂O₃ Metal Matrix Composites, MMTA vol. 27A pp. 2005;
45. Cintho, E.M., Ramanathan, L.V. - Effect of Aging on a Aqueous Corrosion Behavior of SiC Particles Reinforced Al Base MMCs, ICCM-10, pp. II-199;
46. Colon, K.T., Wilkinson, D.S. - Effect of Microstructural Inhomogeneity on the Strength of Particulate Metal Matrix Composites ICCM-10, pp. II-433;
47. Cong, X., Bathias, C. - Mechanical properties of Al₂O₃/Al composites, ICCM/9, vol. I, pp. 141;
48. Corbin, S.F., Wilkinson, D.S. - The onset in a SiCp reinforced Al alloy, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties, RISO 12, pag.283;
49. Couper, M.J., Xia, K. - Development of microsphere reinforced metal matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.291;
50. Da Silva, R., Caldemaison, D., Bretheau, T. - Micromechanical behavior of Al/SiC composite materials subjected to plastic deformation: an in situ study, Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, RISO 9, pp. 333;
51. Dahotre, N.B., McCay, M.H., McCay, T. D., Gopinathan, S. - Pulse laser processing of a SiC/Al-alloy metal matrix composite. J.Mater.Res., vol. 6 pp.515;
52. Das, T., Bandyopadhyay, S., Blairs, S. - On thermal studies of SiC and Al₂O₃ particulate reinforced aluminium metal matrix composites, ICCM/9, vol. I, pp. 436;
53. Dashwood, R.J., Sheppard, T. - Effect of consolidation temperature on mechanical properties of rapidly solidified Al-7Mg-1Zr alloy, MST vol. 9, pp.679, august-93
54. Davidson, D.L. - Fatigue and fracture toughness of aluminum reinforced with SiC and alumina particles, Composites vol. 24 pp.249;
55. Davis, L. C., Allison, J. E. - Residual Stress and Their Effects on Deformation in Particle-Reinforced Metal Matrix Composites, MT A vol 24A pp.2467;
56. DeMestral, B., Eggeler, G., Klam, H.J. - On the Influence of Grain Morphology on Creep Deformation and Damage Mechanism in Directionally Solidified and Oxide Dispersion Strengthened Superalloys, MMTA vol. 27A pp. 879;
57. Derby, B. - Thermal cycling of metal matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag. 31;
58. Derby, B., Lawrence, C.W., Mummery, P.M. - Characterization of Damage in Metal Matrix Composites Using Line Focus Acoustic Microscopy, ICCM-10, pp. II-225;
59. Ding, G.L., Yu, J.K., Li, H.L., Hu, R., Shang, B.L., Mao, Z.Y., Ding, G.M. - SiCp/Al composites fabricated by spray co-deposition, ICCM/9, vol. I, pp. 839;
60. Dionne, S., Lo, S.H.J. - A comparative study on the microstructure and tensile properties of heat treated particulate silicon carbide reinforced 6061 aluminum composites, ICCM-8, pp. 21-B-1;
61. Doel, T.J.A., Bowen, P. - Effect of particle size and matrix aging condition on toughness of particle reinforced aluminum based metal matrix composites, MST vol. 12, pp. 586;
62. Doesburg, J., Lo, S.H.J., Carpenter, G.J.C. - Adhesive Bonding of Al₂O₃/6061 Aluminum Metal-Matrix Composites, ICCM-10, pp. II-177;
63. Doremus, P., Geindreau, C., Martin, A., Debove, L., Lecot, R., Dao, M. - High Pressure Triaxial Cell for Metal Powder, Powder Metallurgy vol. 39 pp.285;
64. Downes, T.J., King, J.E. - The effect of microstructure on the fracture toughness of a metal-matrix composite, Composites vol. 24 pp.277;
65. Downes, T.J., King, J.E. - The effect of SiC particle size on the fracture toughness of a metal matrix composite, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.305;
66. Downes, T.J., Pragnell, P.B., King, J.E. - Mechanism of fracture in discontinuous metal matrix composites, ICCM/9, vol. I, pp. 665;
67. Dutta, I., Harper, C.P., Dutta, G. - Role of Al₂O₃ Particulate Reinforcements on Precipitation in 2014 Al-Matrix Composites, MMTA vol. 25A pp.1591;
68. Dyos, K.L., Shollock, B.A., Flower, H.M. - The Effect of Particulate SiC Reinforcement on 2124 Al Alloy, ICCM-10, pp. II-441;
69. Eilyin, F., Chingshen, L. - Effect of reinforcing particles on fatigue crack growth in a metal matrix composite, ICCM-10, pp. II-565;
70. Elomari, S., Boukhili, R., Skibo, M.D., Masounave, J. - Thermomechanical studies of prestrained Al₂O₃/Al metal matrix composite, ICCM-10, pp. II-369;
71. Embury, J.D., Newell, J., Tao, S. - Damage accumulation in an Al-SiC composite, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.317;
72. Emeyanov, A.A., Furman, E.L., Conacova, I.P., Beloglazov, V.A. - Microstructure and mechanical properties of porous cast aluminium composite, Advanced Composite Materials vol. 3, pp.1-5;

73. Esmaeili, A.H., Chawla, K.K., Darye, A.K., Vasudevan, A.K., Mei, Q. - Structure / properties correlations in cast silicon carbide / Aluminum 2014 composite, ICCM-8, pp. 17-F-1;
74. Evangelista, E., Forcellese, A., De Sanctis, A. M., Wang, Y. Z. - On the Optimization Studies of Forging of 359/SiC/20p. ICCM-10., pp. III-17;
75. Feest, E.A. - Interfacial phenomena in metal-matrix composites, Composites vol. 25 pp. 75, februarie-93
76. Ferry, M., Krauklis, P., Crosky, A., - Recrystallisation behavior in a cold deformed aluminium composite reinforced with alumina particles, ICCM-8, pp. 17-G-1;
77. Ferry, M., Munroe, P., Crosky, A., Chandra, T. - A study of the recrystallization behavior of a deformed aluminium composite reinforced with alumina particles, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.337;
78. Ferry, M., Munroe, P.R. - Hot working behavior of Al-Al₂O₃ particulate reinforced metal matrix composite, MST vol. 11, pp.633;
79. Ferry, M., Munroe, P.R. - Microstructure and kinetics of recrystallisation of hot deformed Al-Al₂O₃ particulate reinforced metal matrix composite, MST vol. 11, pp.735;
80. Finol, M., Shen, Y.L., Needleman, A., Suresh, S. - Micromechanical Modeling of Reinforcement Fracture in Particle-Reinforced Metal-Matrix Composites, MMTA vol. 25A pp. 2403;
81. Fitzpatrick, M.E., Downes, T.J., Hutchings, M.T., King, J.E., Knowles, D.M. - The effect of thermal residual stress fields on fatigue crack growth in a Al/SiCp metal matrix composites, ICCM/9, vol. I, pp. 642;
82. Filicraft, S.M., Moreton, R., Peel, C.J. - Effects of thermomechanical processing on the mechanical properties of a silicon carbide particulate reinforced aluminium alloy, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.343;
83. Foo, K.S., Banks, W.M., Craven, A.J., Hendry, A. - Interface Characterization of an SiC particulate/6061 aluminum alloy composite, Composites vol. 25A pp.677;
84. Friend, C.M. - Toughness in metal matrix composites, MST vol. 5, pp.1;
85. From, Peter S., Pyrz, Ryszard - 3D Interparticle Spacing and Radii Distribution of Spherical Inclusions Evaluated from Planar Sections, ICCM-10, pp. I-519;
86. Fukunaga, H., Tsuchitori, I. - MMCs Fabricated by Reaction Squeeze Casting and its Application, ICCM-10., pp. III-69;
87. Furnes, J.A.G., Clyne, T.W. - Thermal cycling creep of short fibre MMCs - measurement and modelling of the strain cycle, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.349;
88. Gaofeng, Q., Donglang, Ch. - Studies on the strengthening mechanism of DRMMCs, ICCM-10, pp. II-521;
89. Garcia-Cordovilla, C., Louis, E., Parnies, A., Alonso, A., Narciso, J. - Fabrication of aluminium alloys/ceramic particulates composites by means of a comocasting technique, microstructure and mechanical properties, ICCM/9, vol. I, pp. 787;
90. Gavrilov, Dmitri, Vinogradov, Oleg, Shaw, William J. D. - Computer Simulation of Mechanical Alloying in a Shaker Ball Mill, ICCM-10, pp. III-10;
91. Gehanno, H., Brechet, Y.J.M. - Effect of particle distribution on internal stresses in a fibre-reinforced composite: an analytical approach, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.355;
92. Gethin, D.T., Ariffin, A.K., Lewis, R.W. - Compaction and ejection of green powder compacts, Powder Metallurgy vol. 37 pp.43;
93. Gindhar, R., Surappa - Effect of ageing on impact fracture behavior of 2024Al-Al₂O₃ composites made by casting route, ICCM/9, vol. I, pp. 219;
94. Goni, J., Elxobernia, S., Coleto, J., Estevas, A., Irigoyen, R. - Optimization of AS9U3 recycled/SiCp composites for automotive applications, Seventh European Conference on Composite Materials ECCM-7, vol I, pag. 473;
95. Goni, J.A., Garcia-Romero, A., Estevas-Guilmain, A. - Study on the processing parameters of short fibre reinforced aluminium composites by squeeze casting, ICCM/9, vol. I, pp. 877
96. Gonzalez-Doncel, Gaspar, Sherby, Oleg D. - Tensile Ductility and Fracture of Superplastic Aluminum-SiC Composites Under Thermal Cycling Condition, MMTA vol. 27A pp. 2593;
97. Greasley, A. - Creep of dispersion reinforced aluminum based metal matrix composite, MST vol. 11, pp.163;
98. Guojun, H., Jialan, Sh., Zhuping, D. - In-situ investigation on the evolution of failure processes of a SiCp/2124Al metal-matrix composite under tensile deformation, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 247;

99. Habel, U., Christenson, Ch.M., Allison, J.E., Jones, J.W. - Fatigue behavior of a 2080 Al/SiC composite, ICCM-10, pp. II-597;
100. Hamann, R., Fougères, R. - A model for the microplastic strains of particulate reinforced metal matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.373;
101. Han, B.Q., Chan, K.C., Yue, T.M., Lau, W.S. - High-Strain-Rate Superplasticity of SiCp/8090 Aluminum Composite, ICCM-10, pp. II-91;
102. Han, N.L., Wang, Z.G., Sun, L., Ma, Z.Y. - Effects of SiCp on Low Cycle Fatigue Behavior of SiCp/Al Composite at Elevated Temperature, ICCM-10, pp. II-417;
103. Harris, S.J., Dinsdale, K., Gao, Y., Noble, B. - Influence of heat treatment of the monotonic and fatigue properties of aluminium alloy composites, Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, RISO 9, pp. 373;
104. He, Zongyan - The new auto-soak techniques for making aluminium matrix non-long fibre composites, ICCM-8, pp. 17-P-1;
105. Higashi, K., - Introduction to high strain rate superplasticity, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 393;
106. Hong, S.H., Chung, K.H. - The role of SiC reinforcement on high temperature creep of SiC/2124Al metal matrix composites, ICCM-10, pp. II-637;
107. Hoover, W. R. - Die casting of DURALCAN composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.365;
108. Hsu, F.Y., Wang, G.X., Klaar, H.J., Pirwitz, F. - Investigation of the Reaction Zone Between TiAl and Mo, MMTA vol. 27A pp.2285;
109. Hu, C., Baker, T.N. - AA6061 Al-SiCp Surface MMC's Produced by Laser Processing - A Comparison of the Preplacement and Injection Techniques for Introducing SiCp, ICCM-10, pp. II-183;
110. Hu, C., Xin, H., Baker, T.N. - Formation of continuous surface Al-SiCp metal matrix composite by overlapping laser tracks on AA6061 alloy, MST vol. 12, pp.227;
111. Huda, D., El Baradie, M.A., Hashmi, M.S.J. - Development of a hardness model for MMCs (Al/Al₂O₃), Journal of Materials Processing Technology, nr. 44/1994 , pp.81-90;
112. Huda, D., El Baradie, M.A., Hashmi, S.J. - Analytical study for stress analysis of Metal Matrix Composites, Journal of Materials Processing Technology, 45 (1994), pp. 429-434;
113. Humphreys, F.J. - Deformation and annealing in discontinuously reinforced metal-matrix composites, Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, RISO 9, pp. 51;
114. Humphreys, F.J., Basu, A., Djazeb, M.R. - The microstructure and strength of particulate metal-matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag. 51;
115. Humphreys, F.J., Miller, W.S., Djazeb, M.R. - Microstructural development during thermomechanical processing of particulate metal-matrix composites, MST vol. 6, pp.1157;
116. Hung, N.P., Boey, F.Y.C., Khor, K.A., Oh, C.A., Lee, H.F. - Machinability of Cast and Powder-Formed Aluminium Alloys Reinforced With SiC Particles, Journal of Materials Processing Technology, 48 (1995), pp. 291-297;
117. Hung, N.P., Leong, K.W. - Electrical discharge machining of cast metal matrix composites, Journal of Materials Processing Technology, 44 (1994), pp. 229-236;
118. Hutchings, I.M. - Tribological properties of metal matrix composites, MST vol. 10, pp.513, iunie-94
119. Imai, T., Kojima, S., Tochigi, I., L'Esperance, G., Hong, B., Jiang, D. - High strain rate superplasticity of discontinuous fiber reinforced aluminium alloy composites, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 1214;
120. Imai, T., L'Esperance, G., Hong, B., Kojima, S. - Thermomechanical Processing of Superplastic AlN Particulate Reinforced Aluminum Alloy Composites, ICCM-10, pp. III-23;
121. Ioannidis, E.K., Marshall, G.J., Sheppard, T. - Microstructure and properties of extruded Al-6Mg-3Cr alloy prepared from rapidly solidified powder, MST vol. 5, pp.56;
122. Ioannidis, E.K., Sheppard, T. - Influence of powder metallurgical processing on production and properties of rapidly solidified Al-5Cr-2Zr, Al-6.43Cr-1.67Zr, Al-4Cr-1Fe extrudates, MST vol. 6, pp 749;
123. Ioannidis, E.K., Sheppard, T. - Microstructural characteristics of three RS aluminium alloys: Al-4Cr-1Fe, Al-6.43Cr-1.67Zr, and Al-5Cr-2Zr, MST vol. 6, pp.529;
124. Irons, G.A., Owusu-Boahen, K. - Settling and Clustering of Silicon Carbide Particles in Aluminum Metal Matrix Composites, MMTB vol. 26B pp.961;
125. Iwasaki H., Mori, T. - Cavitation in a superplastic Si₃N₄/Al-Mg-Si composite at high strain rates, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 394;

126. Jensen, P.S., Kahl, W. - Particulate reinforced aluminium MMC's produced by spray deposition, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.405;
127. Jiang, J., Collado, C., Keeley, D., Dodd, B. - Room temperature formability of particle-reinforced metal matrix composites: forging, extrusion and deep drawing, *Composites vol. 26* pp. 789;
128. Jiang, J., Dodd, B. - Workability of aluminum-based metal-matrix composites in cold compression, *Composites vol. 26* pp. 63;
129. Jiang, J.Q., Tan, R.S., Ma, A.B. - Dry sliding wear behaviour of Al₂O₃-Al composites produced by centrifugal force infiltration, *MST vol. 12*, pp.483;
130. Johannesson, B., Ogin, S.L. - Analysis and measurement of thermally induced mean stresses in a metal matrix composite, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 303;
131. Jokinen, A., Rauta, V., Virta, J., Makipaa, M., Hannula, S.-P. - Erosion Behavior of Aluminium Alloy Matrix Composites, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 179;
132. Justice, I., Anderson, P., Davis, G.R., Derby, B., Elliot, J.C. - X-ray microtomographic studies of aluminium alloy matrix composites, *Seventh European Conference on Composite Materials ECCM-7, vol 1*, pag. 407;
133. Juul Jensen, D., Liu, Y.L., Hansen, N. - Hot extrusion of Al-SiC texture and microstructure, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.417;
134. Kamat, S.V., Manoharan, M. - Work Hardening Behavior of Alumina Particulate Reinforced 2024 Aluminum Alloy Matrix Composites, *Journal of Composite Materials vol.27*, pp.1714, nr.18/1993;
135. Kanetake, N., Choh, T. - Microscopic fracture in particle dispersed aluminium matrix composite under plastic straining, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 634;
136. Kanetake, N., Ozaki, M., Choh, T. - Degradation in mechanical properties by forging of particle reinforced aluminium matrix composites, *MST vol. 11*, pp.357;
137. Kanetake, N., Saiki, H., Choh, T., Improvement in Mechanical Properties of Aluminum Matrix Composite by Compressive Deformation, *ICCM-10*, pp. II-107;
138. Kang, C.G., Kang, S.S. - Effect of Extrusion on Fiber Orientation and Breakage of Alumina Short Fiber Composites, *Journal of Composite Materials vol.28*, pp.155, nr.2/1994;
139. Kang, C.G., Ku, G.S. - An Experimental Investigation on Infiltration Limit and the Mechanical Properties of Al₂O₃ Short Fiber Reinforced Metal Matrix Composites Fabricated by Squeeze Casting, *Journal of Composite Materials vol.29*, pp.444;
140. Kang, Ch.G., Koh, B.-Ch., Kim, J., Kim, K.-H. - Hot extrusion of Al₂O₃ whisker reinforced aluminium matrix composites and their mechanical properties, *ICCM-8*, pp. 17-1-1;
141. Karnezis, P.A., Durrant, G., Cantor, B., Palmiere, E.J. - Mechanical properties and microstructure of twin roll cast Al-7Si/SiCp MMCs, *MST vol. 11*, pp.741;
142. Kawashima, K., Watanabe, M., Fuji, I., Gorni, F. - Ultrasonic measurement of anisotropic elastic constants of alumina/aluminium composites, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 227;
143. Kawashima, K., Yuasa, I., Ito, T., Watanabe, M., Fuji, I. - Spall damage of alumina/aluminium composites, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 234;
144. Kennedy, A.R., Lockyer, S.A., McCartney, D.G., Wood, J.V. - The Microstructure and Mechanical Properties of Homogeneous Cast MMCs, *ICCM-10*, pp. II-457;
145. Khor, K.A. - Production of fine metal and ceramic powders by the plasma melt and rapid solidification (PMRS) process, *Journal of Materials Processing Technology*, 39 (1992), pp. 267-281;
146. Khor, K.A., Yuan, Z.H., Boey, F.Y.C., Murakoshi, Y., Sano, T. - Preparation of Al-Li/SiCp Composite Powder by a Plasma Spray Atomisation (PSA), *Journal of Materials Processing Technology*, 48 (1995), pp. 541-548;
147. Kiehn, J., Koehler, C., Kainer, K.U. - Stress relaxation behavior of thermally cycled short fiber reinforced Mg alloys, *ICCM-10*, pp. II-661;
148. Kim, K.B., Yoon, E.P. - Effect of SiO₂ content in Al₂O₃ on interfacial bonding strength of aluminium/Al₂O₃ composite, *MST vol. 11*, pp.629;
149. Kim, K.-T., Lee, C.-H. - Effect of Heat Treatment and Ni-P coating for SiC particulate on Mechanical behaviors of SiCp/2024 Al Alloy Composites, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 163;
150. Kinra, V.K. - Elastohemodynamic Damping in Metal-Matrix Composites, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 311;
151. Knowles, D.M., King, J.E. - Influence of macroscopic residual stress fields on fatigue crack growth measurement in SiC particulate reinforced 8090 aluminum alloy, *MST vol. 7*, pp.1015;
152. Kobashi, M., Nishimura, Sh., Okayama, N., Choh, T. - Fabrication of in situ particulate composite by injecting N₂ gas into molten aluminium, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 809;
153. Koksharov, I.I., Burov, A.E. - Crack Resistance of Structural Elements of Al-B Composite under Tension, *ICCM/9, vol. 1*, pp. 171;
154. Kolsgaard, A., Bruselhaug, S. - Fluidity of aluminum alloy AlSi7Mg-SiC particulate composite melts, *MST vol. 10*, pp.545;

155. Krajewski, P. E., Allison, J. E., Jones, J. W. - The Influence of Matrix Microstructure and Particle Reinforcement on the Creep Behavior of 2219 Aluminum, *MT A* vol 24A pp.2731;
156. Kusche, W.-M., Keller, R.-M., Grahle, P., Mason, R., Arzi, E. - Mechanism of Powder Milling Investigated by X-ray Diffraction and Quantitative Metallography, *Zeitschrift f. Metallkunde*, 86 (1995), pp. 804;
157. Last, H.R., Garret, R.K. - Mechanical Behavior and Properties of Mechanically Alloyed Aluminum Alloys, *MMTA* vol. 27A pp. 737;
158. Lavernia, E.J., Perez, R.J., Zhang, J. - Damping Behavior of Discontinuously Reinforced Al Alloy Metal-Matrix Composites, *MMTA* vol. 26A pp. 2803;
159. Lee, H.F., Boey, F., Khor, K.A., Tan, M.J., Gan, J., Loh, N.L., - The production of aluminium alloy composites using a cold isostatic press and extrusion approach, *Journal of Materials Processing Technology*, 29 (1992), pp. 245-253;
160. Lee, J.-H. - Acoustic emission characterization of fracture processes of SiC/Al composites, *ICCM/9*, vol. 1, pp. 625;
161. Lee, R.S., Chen, G.A., Hwang, B.H. - Thermal and grinding induced residual stresses in a silicon carbide particle-reinforced aluminum metal matrix composite. *Composites* vol. 26 pp. 425;
162. Legzdins, C.F., Meech, J.A., Samarasekera I.V. - Application of an Expert System to Design Metal Matrix Composites, *ICCM-10*, pp. II-301;
163. Lei, M., Ledbetter, H. - Elastic Constants of SiCp/Al: Measurement and Modeling, *MMTA* vol. 26A pp. 2833;
164. Levin, M., Karlsson, B. - Influence of SiC particulate distribution and prestraining on fatigue crack growth in aluminum AA-6061SiC composite material, *MST* vol. 7, pp.596;
165. Levin, R., Karlsson, B. - Fatigue behavior of a Saffil-reinforced aluminum alloy (AA6061), *Composites* vol. 24 pp.289;
166. Li, B.J., Chao, C.G. - Mechanical Properties and 95grd Aging Characteristics of Zircon-Reinforced Zn-4Al-3Cu Alloy, *MMTA* vol. 27A pp. 809;
167. Li, D.M., Bakker, A. - Temperature and Strain Rate Dependence of the Portevin-Le Chatelier Effect in a Rapidly Solidified Al Alloy, *MMTA* vol. 26A pp. 2873;
168. Li, E. K. H., Funkenbusch, P.D. - Hot Isostatic Pressing (HIP) of Powder Mixtures and Composites: Packing, Densification, and Microstructure Effects, *MT A* vol 24A pp.1345;
169. Li, H., Wang, J., Ding, G., Hu, R., Shang, B. - SiCp/Al metal composites using atomization and co-deposition, *ICCM/9*, vol. 1, pp. 839;
170. Li, H.X., Lo, J., Xiao, X. R. - Tensile Properties of Al₂O₃ Particulate Reinforced 6061Al Composite at Liquid Nitrogen Temperature, *ICCM-10*, pp. II-353;
171. Li, Y., Jones, H. - Structure and mechanical properties of rapidly solidified magnesium based Mg-Al-Zn-RE alloys consolidated by extrusion, *MST* vol. 12, pp.981;
172. Li, Z., Fearis, W., North, T.H. - Particulate segregation and mechanical properties in transient liquid phase bonded metal matrix composite material, *MST* vol. 11, pp.363;
173. Lianxi, H., Shoujing, L., Wencan, H., Wang, Z.R. - Development of the technique of extrusion directly following infiltration for the manufacturing of metal-matrix composite, *Journal of Materials Processing Technology* nr.49/1995 pp.287-294;
174. Liceaga, J.F., Tsakiroopoulos, P., Irigoyen, R., Zalaya, A., Goni, J. - Microstructure - property studies in rheocast SiCp reinforced MMCs based on recycled aluminium alloy matrices, *ICCM/9*, vol. 1, pp. 430;
175. Lieblich, M., Caruana, G., Martin, L., Adeva, P., Gonzales-Doncel, G., Torralba, M. - Extrusion of 2024 aluminium alloy powder reinforced with SiCp, *ICCM/9*, vol. 1, pp. 795;
176. Lim, T., Lee, C.S., Kim, Y.H., Han, K.S. - Mechanical properties at elevated temperatures and wear behavior of aluminum matrix composite materials, *ICCM-8*, pp. 20-E-1;
177. Lin, C.Y., McShane, H.B., Rawlings, R.D. - Structure and properties of functionally gradient aluminium alloy 2124/SiC composites, *MST* vol. 10, pp.659;
178. Liu, D. S., Lewandowski, J. J. - The Effects of Superimposed Hydrostatic Pressure on Deformation and Fracture: Part I. Monolithic 6061 Aluminum, *MT A* vol 24A pp.601;
179. Liu, X.C., Bathias, C. - Fatigue damage development in Al₂O₃/Al composite, *Composites* vol. 24 pp.283;
180. Liu, Y.B., Lim, S.C., Lu, L., Lai, M.O. - Fabrication of metal-matrix particulate composites using powder metallurgy techniques, *ICCM/9*, vol. 1, pp. 770;
181. Liu, Y.L., Hansen, N., Jensen, D.J. - Effect of dispersion parameters and cold deformation on recrystallisation of Al-SiC composites, *MST* vol. 7, pp.271;
182. Liu, Y.L., Hansen, N., Juul Jensen, D. - Thermomechanical processing of Al-SiC composites - microstructure and texture, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties: RISO* 12, pag.67;

183. Lloyd, D.J. - Factors influencing the properties of particulate reinforced composites produced by molten metal mixing, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.81;
184. Lloyd, D.J., Burke, H., Farahbakhsh, B. - Temperature dependence of modulus in particle reinforced composites, *MST* vol. 10, pp.257;
185. Looney, L.A., Monaghan, J.M., O'Reilly, P., Taplin, D.M.R. - The turning of an Al/SiC metal-matrix composite, *Journal of Materials Processing Technology* nr.33/1992 pp.453-468;
186. Lorentzen, T., Liholt, H., Liu, Y.L. - Generation and relaxation of thermal stresses in metal matrix composites, *ICCM-10*, pp. II-629;
187. Lorentzen, T., Liu, Y.L., Liholt, H. - Relaxation of thermal induced internal stresses in metal matrix composites, *ICCM/9*, vol. I, pp. 371;
188. Lou, B.Y., Huang, J.C. - Failure Characteristics of 6061/Al₂O₃/15p and 2014/Al₂O₃/15p Composites as a Function of Loading Rate, *MMTA* vol. 27A pp. 3095;
189. Lu, J., Miegge, B., Flavenot, J.-F., Thery, S. - Study on the Effect of the Surface Treatment on the Residual Stress Gradient in Silicon Carbide (SiC) Reinforced Aluminum Metal Matrix Composites, *Journal of Composites Technology & Research* vol.12 pp. 232-238;
190. Lu, L., Lai, M.O. - Mechanical Properties and Microstructure of Layered Al-4.5Cu%/10%TiB₂ Composite, *ICCM-10*, pp. II-123;
191. Lu, L., Lai, M.O., Zhang, S. - Fabrication of Ni₃Al Intermetallic Compound Using Mechanical Alloying Technique, *Journal of Materials Processing Technology*, 48 (1995), pp. 683-690;
192. Lukasak, D.A., Koss, D.A. - Microstructural influences on fatigue crack initiation in a model particulate-reinforced aluminum alloy MMC, *Composites* vol. 24 pp.263;
193. Luster, J.W., Thumann, M., Baumann, R. - Mechanical properties of aluminum alloy 6061-Al₂O₃ composites, *MST* vol. 8, pp.853;
194. Ma, Z.Y., Bi, J., Lu, Y.X., Luo, M., Gao, Y.X. - Effect of SiC particulate size on properties and fracture behavior of SiC/2024Al composites, *ICCM/9*, vol. I, pp. 448;
195. Ma, Z.Y., Liang, Y.N., Zhang, Y.Z., Lu, Y.X., Bi, J. - Sliding wear behavior of SiC particle reinforced 2024 aluminium alloy composites, *MST* vol. 12, pp.751;
196. Mabuchi, M., Iwasaki, H., Higashi, K. - Cavitation and Fracture in High Strain Rate Superplastic Si₃N₄/Al Composites, *ICCM-10*, pp. II-83;
197. Marino, F., Antonione, C., Battezzati, L., Riontino, G. - A Study of New Al-Based Alloys Obtained by Rapid Solidification, *Materials Engineering* vol. 1, pp.1093-1098;
198. Massadier, V., Maire, E., Cheng, B., Fougères, R., Merle, P. - Elastic modulus of an aluminium-based metal matrix composite reinforced with alpha-alumina platelets: experimental and theoretical study, *ICCM/9*, vol. I, pp. 409;
199. Masuda, C., Tanaka, Y., Yamamoto, M., Fukazawa, M. - Fatigue crack propagation mechanism for SiC whisker or SiC particle reinforced aluminum matrix composites, *Advanced Composite Materials* vol. 4, pp.319-339;
200. Matsuda, A., Wan, C.C., Yang, J.M., Kao, W.H. - Rapid Solidification of a Mg-Si-Ag Alloy, *MMTA* vol. 27A pp. 1363;
201. Maurice, D., Courtney, T.H. - Model of Mechanical Alloying: Part II. Development of Computational Modeling Programs, *MMTA* vol. 26A pp. 2431;
202. Maurice, D., Courtney, T.H. - Model of Mechanical Alloying: Part III Application of Computational Programs, *MMTA* vol. 26A pp. 2637;
203. Mayer, P. - Effect of strain rate on mechanical properties of aluminium-silicon carbide composites, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.515;
204. McNealley, T.R., McMahon, M.E. - An Investigation by Interactive Electron Backscatter Pattern Analysis of Processing and Superplasticity in an Aluminum-Magnesium Alloy, *MMTA* vol. 27A pp.2253;
205. McQuen, H.J., Konopleva, E.V., Myshlyaev, M., Qin, Q. - Effect of Matrix Alloy 6061, 7075, A356 on Hot Workability of Particle Composite, *ICCM-10*, pp. II-423;
206. Meinen, K.C., Bhagal, R.B., Martukanitz, R.P., Amaleau, M.F. - High pressure infiltration casting and laser processing of SiCw/Al composites, *ICCM/9*, vol. I, pp. 897;
207. Merle, P., Dafir, D., Reyhani Deyed, S.M. - Study on the influence of the reinforcement on precipitation kinetics in a 6061/SiCp composite, *ICCM/9*, vol. I, pp. 401;
208. Midling, O.T., Grong, O., Camping, M. - A first report on the microstructural integrity and mechanical performance of friction welded Al-SiC composites, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.529;
209. Misra, M.S. - Metal Matrix Composites - recent advances, *ICCM-8*, pp. 18-A-1;
210. Mohanty, P.S., Samuel, F.H., Gruzleski, J.E. - Studies on Addition of Inclusion to Molten Aluminum Using a Novel Technique, *MMTB* vol. 26B pp.103;

211. Monteiro Baptista, A.P., Pinto, A.M. - Tribological properties of sintered and forged aluminium composites, ICCM/9, vol. I, pp. 510;
212. Monteiro, Baptista A., Paolo, Davim J. - Drilling aluminium matrix composites, ICCM-10, pp. III-75;
213. Morimoto, H., Iwamura, H., Jyono, K. - Powder-forging of SiC particulate reinforced aluminum alloy composites, ICCM-8, pp. 17-L-1;
214. Mortensen, A. - Solidification processing of reinforced metals, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.101;
215. Mortensen, A., Flemings, M.C. - Solidification of Binary Hypoeutectic Alloy Matrix Composite Castings, MMTA vol. 27A pp. 595;
216. Mukhopadhyay, A.K., Flower, H.M., Sheppard, T. - Development of mechanical properties in AA 8090 alloy produced by extrusion processing, MST vol. 6, pp.611;
217. Mummery, P.M., Derby, B. - Fracture in particulate reinforced metal matrix composites: crack propagation, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.535;
218. Mummery, P.M., Derby, B. - Damage and accumulation in metal matrix composites, ICCM/9, vol. I, pp. 424;
219. Murali, K., Weng, G. J. - Theoretical Calculation of Anisotropic Creep and Stress-Strain Behavior for a Class of Metal-Matrix Composites, MT A vol 24A pp.1879;
220. Murphy, A.M., Clyne, T.W. - The Effect of Initial Porosity and Particle Clustering on the Tensile Failure of Cast Particulate MMCs, ICCM-10, pp. II-35;
221. Narciso, J., Alonso, A., Garcia-Cordovilla, C., Pamies, A., Louis, E. - Reactivity and wettability of thermally oxidized and unoxidized SiC particulates with aluminium, and its effects on composite fabrication, ICCM/9, vol. I, pp. 779;
222. Nguyen Thanh, L., Suery, M. - Compressive behaviour of partially remelted A356 alloys reinforced with SiC particles, MST vol. 10, pp.894;
223. Ni, X., MacLean, M.S., Baker, T.N. - Design aspects of processing of aluminium 6061 based metal matrix composites via powder metallurgy, MST vol. 10, pp.453;
224. Nicolaou, P.D., Semialin, S.L., Goetz, R.L. - An Experimental and Theoretical Investigation of Rapid Consolidation of Continuously Reinforced, Metal-Matrix Composites, MMTA vol. 27A pp. 1719;
225. Nieh, T.G., Wadsworth, J. - Effect of grain size, interface, and interphases on superplasticity in ceramic and metal matrix composites, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 423;
226. Nielsen, J.A., Bille, K. - Revealing microstructure of MMC's, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.551;
227. O'Rourke, J., Scott, V.D., Phillips, M.G. - Effect of reinforcement type on matrix precipitation in aluminium alloy composites, ICCM/9, vol. I, pp. 319;
228. Osman, T.M., Lewandowski, J.J. - Enhanced fracture resistance in layered discontinuously reinforced aluminum, MST vol. 12, pp.1001;
229. Öveçoğlu, M.L., Suryanarayana, W.D., Nix C. - Identification of Precipitate Phases in a Mechanically Alloyed Rapidly Solidified Al-Fe-Ce Alloy, MMTA vol. 27A pp. 1033;
230. Padmanabhan, K.A., Schlipf, J. - Model for grain boundary sliding and its relevance to optimal structural superplasticity Part 1 - Theory, MST vol. 12, pp.391;
231. Padmanabhan, K.A., Schlipf, J. - Model for grain boundary sliding and its relevance to optimal structural superplasticity Part 2 - Evidence for cooperative grain/interphase formation, MST vol. 12, pp.392;
232. Padmanabhan, K.A., Schlipf, J. - Model for grain boundary sliding and its relevance to optimal structural superplasticity Part 3 - Effect of flow localisation and specimen thickness on superplasticity in alloy Supral 100, MST vol. 12, pp.393;
233. Padmanabhan, K.A., Schlipf, J. - Model for grain boundary sliding and its relevance to optimal structural superplasticity Part 4 - Experimental verification, MST vol. 12, pp.394;
234. Pageau, G., Vaziri, R., Poursartip, A. - impact response of particle-reinforced metal-matrix composites, ICCM-8, pp. 20-D-1;
235. Pan, J., Li, C., Yang, D.M., Yin, X., F. - A study about the mechanism of ultrasonic liquid infiltration for SiCp/Al composites, ICCM/9, vol. I, pp. 801;
236. Pandey, A.B., Mishra, R.S., Mahajan, Y.R. - Effect of a Solid Solution on the Steady-State Creep Behavior of an Aluminium Matrix Composites, MMTA vol. 27A pp. 459;
237. Pandey, A.B., Mishra, R.S., Mahajan, Y.R., Chalurvedi, M.C. - Effect of different reinforcements on the creep behavior of aluminium matrix composites, ICCM-10, pp. II-637;
238. Parral, Noel - Metal Matrix Composites Evolution and Prospects, ICCM-10, pp. I-23;

239. Peng, X.-D., Qian, H.-Ch., Xiao, X. - The manufacturing of Al/Al₂O₃ composites by spraying-oxidation process, ICCM/9, vol. I, pp. 883;
240. Pickard, S.M., Derby, B. - Thermal cycle creep of Al/SiC particulate composite, Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, RISO 9, pp. 447;
241. Pitchumani, R., Liaw, P.K., Yao, S.C., Hsu, D.K., Jeong, H. - An Eddy Current Technique for the Measurement of Constituent Volume Fraction in a Three-Phase Metal-Matrix Composite, Journal of Composite Materials vol.28, pp.1742, nr.18/1994;
242. Plumtree, A., Mummery, P. - Accumulation of Damage in Aluminum MMCs, ICCM-10, pp. II-257;
243. Ponzi, C. - Metal matrix composite fabrication processes for high performance aerospace structures, Composite Manufacturing, No.1/1992 pp.32;
244. Poudens, A., Bretheau, T., Bacroix, B. - Texture development in metal matrix composites after extrusion and subsequent annealing, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.595;
245. Powers, B.M., Winson, J.R., Hall, I.W., Nardone, V. - High Strain Rate Mechanical Properties of Silicon Carbide Reinforced Aluminum Matrix Composites, ICCM-10, pp. II-317;
246. Prangnell, P.B., Stobbs, W.M. - The effect of internal stresses on precipitation behavior in particulate reinforced Al matrix MMCs, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.603;
247. Qin, S., Gupta, M., Loh, W.C. - Effect of reinforced types on the failure mechanisms of metal matrix composites: an experimental and theoretical study, Seventh European Conference on Composite Materials ECCM-7, vol I, pag. 425;
248. Quanlin, J. - A superplastic constitutive relation of particle reinforced metal composite, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 411;
249. Radhakrishna Bhal, B.V., Mahajan, Y.R., Roshan, H.M., Prasad, Y.V.R.K. - Processing map for working of 6061 Al-10vol.-%Al₂O₃ metal matrix composite, MST vol. 11, pp.167, februarie-95
250. Ramanathan, L.V., Nunes, P.C.R. - Effect of liquid metal processing parameters on microstructure and properties of alumina reinforced Al base MMC, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.611;
251. Ramani, G., Pillai, R.M., Pai, B.C., Ramamohan, T.R. - Factors affecting the stability of non-wetting dispersoids suspensions in metallic melts, Composites vol. 22 pp.143;
252. Rauh, R., Winkler, P.-J., Sahm, P.R. - Aluminium based particulate composites for aerospace applications produced by different processes, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.623;
253. Ravi Kumar, N.V., Dwarakadasa, E.S. - Mechanical behavior of Al-Zn-Mg/SiC composites at ambient and elevated temperatures, ICCM-10, pp. II-669;
254. Reeves, A.J., Stobbs, W.M., Clyne, T.W. - The effect of interfacial reactions on the mechanical behavior of Ti reinforced with SiC and TiB₂ particles, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.631;
255. Ribes, H., Da Silva, R., Suery, M., Bretheau, T. - Effect of interfacial oxide layer in Al-SiC particle composites on bond strength and mechanical behaviour, MST vol. 6, pp.621;
256. Roberts, S.M., Wilhers, P.J., Barnes, S., Pragnell, P.B. - Forging of 'H' Sections from Aluminium Metal Matrix Composite Bars, Modelled using the Finite Element Method, Journal of Materials Processing Technology, 45 (1994), pp. 421-428;
257. Rodriguez, J., Navarro, C., Llorca, J. - Tensile properties of metal-matrix composites at high strain rate and elevated temperatures, ICCM/9, vol. I, pp. 533;
258. Roebuck, B., Lord, J.D. - Plane strain fracture toughness test procedure for particulate metal matrix composites, MST vol. 6, pp.1199;
259. Rozak, G.A., Lewandowski, J.J., Wallace, J.F. - Effect of Casting Conditions and Deformation Processing on A356 Aluminum and A356-20 Vol% SiC Composites, Journal of Composite Materials vol.26, pp.2076, nr.14/1992;
260. Rydin, R. W., Maunce, D., Courtney, T. H. - Milling Dynamics: Part I. Altnor Dynamics: Results of a Cinematographic Study, MTA vol 24A pp.175;
261. Sabathier, V., Edwards, G.R., Cross, C.E. - Kinetic Study of Low-Temperature Transient Liquid Phase Joining of an Aluminum-SiC Composite, MMTA vol. 25A pp. 2705;
262. Sagar, P.K., Banerjee, D., Muraleedharan, K., Prasad, Y.V.R.K. - High-Temperature Deformation Processing of Ti-24Al-20Nb, MMTA vol. 27A pp. 2593;
263. Salvo, L., Suery, M., Towle, D., Friend, C.M. - Age-hardening behavior of liquid-processed 6061 alloy reinforced with particulates and short fibers, Composites vol. 27A (1996) pp.1201;

264. Samuel, A.M., Liu, H., Samuel, F.H. - Effect of Melt Cleanliness on the Properties of an Al-10 Wt Pct Si-10 Vol Pct SiC(p) Composite, MTA vol 24A pp.1631;
265. Samuel, A.M., Samuel, F.H. - The Reduced Pressure Test as a Measuring Tool in the evaluation of Porosity/Hydrogen Content in Al-7 Wt pct Si-10Vol pct SiC(p) Metal Matrix Composite, MT A vol 24A pp1857;
266. Sandstrom, R., Arman, A. - ALUSELECT-MMC property database for aluminium matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.637;
267. Sarkar, J., Prasad, Y.V.R.K., Surappa, M.K. - The constitutive flow behavior of 6061Al-SiCp composites at elevated temperature, ICCM/9, vol. 1, pp. 240;
268. Schroder, J., Kainer, K.U. - Processing, properties and application of P/M magnesium-SiCp-composites, ICCM/9, vol. 1, pp. 340;
269. Schulte, K., Minoshima, K. - Mechanism of fracture and failure in metal matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.123;
270. Sekine, H., Chen, R. - A combined microstructure strengthening analysis of SiCp/Al metal matrix composites, Composites vol. 26 pp. 183;
271. Seshan, S., Kaneko, J. - Advanced materials through mechanical alloying - a retrospective review, Advanced Composite Materials vol. 2, pp.153-170;
272. Shahani, R.A., Clyne, T.W. - The effect of reinforcement shape on recrystallization in MMCs, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.655;
273. Shercliff, H.R., Ashby, M.F. - Design with metal matrix composites, MST vol. 10, pp.443, iunie-94
274. Sherif El-Eskandarany, M. - Syntesis of Nanocrystalline Titanium Carbide Alloy Powder by Mechanical Solid State Reaction, MMTA vol. 27A pp. 2375;
275. Sherif El-Eskandarany, M. - Thermally Assisted and Mechanically Driven Solid-State Reactions for Formation of Amorphous Al₃₃Ta₆₇ Powders, MMTA vol. 27A pp. 3267;
276. Shi, N., Arsenaull, R. J. - Influence of Thermally Induced Plasticity on the Bauschinger Effect as SiC/Al Composites, MT A vol 24A pp1879;
277. Shibata, Sh., Taya, M., Mori, T., Mura, T. - Dislocation punching from spherical inclusion with isotropic eigenstrains, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.661;
278. Shyong, J.H., Sheu, T.S. - The Compression of Microstructure and Mechanical Behavior of Casting and Powder Processing of SiCp Reinforced Metal Matrx Composites, ICCM-10, pp. II-409;
279. Singh, J., Alpas, A.T. - High-Temperature Wear and Deformation Process in Metal Matrix Composites, MMTA vol. 27A pp. 3135;
280. Singh, Preet M., Lewandowski, John J. - Effect of Heat Treatment and Reinforcement Size on Reinforcement Fracture during Tension Testing of a Discontinuously Reinforced Aluminum Alloy, MT A 24A pp.2531;
281. Song, J.L., Lim, T., Han, K.S. - Fatigue crack propagation behavior of hybrid metal matrix composites, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 834;
282. Song, S.G., Shi, N., Gray III, G.T., Roberts, J.A. - Reinforcement Shape Effects on the Fracture Behavior and Ductility of Particulate-Reinforced 6061-Al Matrix Composites, MMTA vol. 27A pp. 3739;
283. Song, S.G., Vaidya, R. U., Zurek, A.K., Gray III, G.T. - Stacking Faults in SiC Particles and Their Effect on the Fracture Behavior of a 15 Vol Pct SiC/6061-Al Matrix Composite, MMTA vol. 26A pp. 2431;
284. Song, Y., Baker, T.N. - Accelerated aging processes in ceramic reinforced AA 6061 composites, MST vol. 10, pp.407;
285. Sorensen, N. - Effects of clustering on the creep properties of whisker reinforced aluminium, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.667;
286. Stahlberg, U., Keife, H. - A powder compaction model and its application to extrusion, Journal of Materials Processing Technology, nr.30/1992 , pp.143-157;
287. Starink, M.J., Jooris, V., Van Mourik, P. - Precipitation in a solid-quenched, particle-reinforced Al-Si-Cu-Mg alloy; phase identification and kinetics, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.675;
288. Stone, I.C., Tsakirooulos, P. - Characterisation of spatial distribution of reinforcement in powder metallurgy route Al/SiCp metal matrix composites Part 1 - Techniques based on microstructure, MST vol. 11, pp.213;
289. Stone, I.C., Tsakirooulos, P. - Characterisation of spatial distribution of reinforcement in powder metallurgy route Al/SiCp metal matrix composites Part 2 - Techniques based on local energy dispersive X-ray analysis, MST vol. 11, pp.225;
290. Stone, I.C., Tsakirooulos, P. - The spatial distribution of reinforcement in PM Al/SiCp MMCs and its effect on their processing and properties, ICCM/9, vol. 1, pp. 271;

291. Stone, I.C., Tsakiroopoulos, P. - Spatial Distribution of Reinforcement in PM Al-4Cu/SiCp MMCs: Computer Simulation and Characterisation by EDX analysis, ICCM-10, pp. II-465;
292. Styles, C.M., Sinclair, I., Gregson, P.J., Filcroft, S.M. - Effect of microstructure on thermomechanically processed 2124-SiCp metal matrix composite, MST vol. 10, pp.475;
293. Sugamata, M., Kaneko, J., Ryu, S. - Properties of SiCw/SiCp/Al duplex composites prepared by mechanical alloying and powder metallurgy process, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 1024;
294. Sun, L., Li, S., Zhu, Z., Wang, Z.G. - Dependence of Fracture Behaviors on SiCp Size of Al Matrix Composites, ICCM-10, pp. II-295;
295. Sundarajan, S., Giridhar, R., Mahadevan, R. - Thermal aging behavior of Al-Si-SiCp composites, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 1221;
296. Sundararajan, S., Mahadevan, R., Dwarakadasa, E.S. - Particulate metal matrix composite material development for I.C. Engine piston application, ICCM-10, pp. II-689;
297. Sutherland, T.J., Hoffman, P.B., Gibeling, J.C. - The influence of SiC Particulates on Fatigue Crack Propagation in a Rapidly Solidified Al-Fe-V-Si Alloy, MMTA vol. 25A pp. 2453;
298. Syu, D.G.C., Ghosh, A.K. - Stress-State Dependence of Strain-Hardening Behavior in 2014 Al/15 Vol Pct Al₂O₃ Composite, MMTA vol. 25A pp.2049;
299. Syu, D.G.C., Ghosh, A.K. - Forging Limits for an Aluminum Matrix Composite. Part I. Experimental Results. Part II. Analysis, MMTA vol. 25A pp.2049;
300. T.J. Doel, M.H. Loretto, P. Bowen - Mechanical Properties of aluminum-based particulate metal-matrix composites, Composites vol. 24 pp.271;
301. Tan M.J., Zhang X., Sano, T., Murakoshi, Y. - Extrusion of brittle composites, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 273;
302. Tan M.J., Zhang X., Sano, T., Murakoshi, Y. - Heat treatments in aluminium-lithium composites extrusion, Journal of Materials Processing Technology, Nr. 48 (1995) pp. 747-755
303. Tanaka, Y., Masuda, C. - Notched strength of SiC whisker reinforced aluminium composites, Seventh European Conference on Composite Materials ECCM-7, vol I, pag. 523;
304. Taya, M. - Modeling of physical properties of metallic and ceramic composites: generalized Eshelby model, Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, RISO 9, pp. 201;
305. Taya, M., Dunn, M., Lilholt, H. - Long term properties of metal matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.149;
306. Teodosiu, C., Ribes, H., Suery, M. - Calculation of residual stresses in particle-reinforced metal matrix composites, Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, RISO 9, pp. 485;
307. Tezanos, F.J., Goni, J., Fernandez, A., Foruria, C. - Forging process of metal matrix composites reinforced with particles, ICCM/9, vol. I, pp. 839;
308. Thakapur, A., Kashyap, B.P., Malik, M.K. - Deformation Behavior of an Al-3.37 Wt Pct Li Alloy, MMTA vol. 27A pp.2275;
309. Thomas, M.P., King, J.E. - Effect of thermal and mechanical processing on tensile properties of powder formed 2124 aluminum and 2124 Al-SiCp metal matrix composite, MST vol. 9, pp.742;
310. Tiainen, T. - Mechanical alloying in the fabrication of metal matrix composites, Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties; RISO 12, pag.689;
311. Towle, D., M., Friend, C. - The effect of processing variables and reinforcement type on the magnitude of reinforcement-matrix-binder interaction in age hardening aluminium alloy based MMCs processed by the preform infiltration route, ICCM/9, vol. I, pp. 762;
312. Towle, D., Salvo, L., Suery, M., Friend, C. - The effect of processing and reinforcement parameters on the age-hardening response of liquid processed 6061-based composites, ICCM/9, vol. I, pp. 755;
313. Townley, N.J., Holden, T.M., Clarke, P., Boyd, J.D., Lloyd, D.J. - Residual stresses in particulate reinforced metal matrix composites, ICCM-10, pp. II-385;
314. Tran, D.V., Lewis, R.W., Gethin, D.T., Ariffin, A.K. - Numerical Modeling of Powder Compaction Processes: Displacement Based Finite Element Method, Powder Metallurgy vol. 36 pp.257;
315. Trespaile-Barrau, P., Suery, M. - Microstructural and mechanical characterization of aluminum matrix composites reinforced with Ni and NiP coated SiC particle via liquid processing, MST vol. 10, pp.497;
316. Tsai, H.W., Wang, W.L., Zhang, G.D. - Interfacial reaction and its effect on the mechanical property of SiCp/Al composites, ICCM-8, pp. 19-C-1;
317. Tsai, S.W. - Rules of Composites Design: A Review, ICCM/9, vol. I, pp. 113;

318. Tsukamoto, H., Choi, B.H., Wakashima, K. - Diffusional relaxation model for dynamic stress-strain behavior of discontinuously reinforced metal matrix composites, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.701;
319. Tvergaard, V. - On the numerical modelling of metal matrix composites, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.173;
320. Urena, A., Gomez de Salazar, J.M. - Diffusion bonding of discontinuous silicon carbide/aluminium alloy (SiCp/Al) metal matrix composite, *ICCM/9*, vol. I, pp. 379;
321. Varma, S.K., Ponce, J., Solis, M., Andrews, S., Salas, D. - The Control Grain Size and Distribution of Particles in a (6061 Alloy)/(Al₂O₃)p Composite by Solutionizing Treatment, *MMTA* vol. 27A pp. 2033;
322. Vecchio, K. S., Gray III, G. T. - Shock-Loading Response of 6061-T6 Aluminum Metal-Matrix Composites, *MMTA* vol. 26A pp. 1995;
323. Vedani, M., Gariboldi, E., Silva, G., Di Gregorio, C. - Influence of interface properties on mechanical behaviour of particle reinforced metal matrix composite, *MST* vol. 10, pp.132;
324. Viguera, C., Sainz, B., Bernardo, J.M. - Development of basic technologies for the production of metal matrix composites, *ICCM/9*, vol. I, pp. 387;
325. Wagener, H.W., Wolf, J. - Forming Parameters and Mechanical Properties of Cold Extruded MMCs of Aluminum Alloy Matrix, *ICCM-10*, pp. II-67;
326. Wang, A.G., Hutchings, I.M. - Wear of alumina fibre-aluminium metal matrix composites by two-body abrasion, *MST* vol. 5, pp.71;
327. Wang, B., Janowski, G.M., Patterson, B.R. - SiC Particle Cracking in Powder Metallurgy Processed Aluminum Matrix Composite Materials, *MMTA* vol. 26A pp.2457;
328. Wang, F.-G., Zhang, B., Xu, S.-Zh., Liu, Sh.-Zh., Zhang, J.-Sh., Zhang, Y.-G., Lu, J.-S. - Study on interfaces and properties of aluminum alloy composite reinforced with metal fibres, *ICCM-8*, pp. 18-C-1;
329. Wang, W.F. - Rolling Compaction, Magnetic Properties, and Microstructural Development During Sintering of Fe-Si, *Powder Metallurgy* vol. 38 pp.289;
330. Wang, Zh., Chen, Tzi-Kang, Lloyd, D.J. - Stress Distribution in Particulate-Reinforced Metal-Matrix Composites Subjected to External Load, *MT A* vol 24A pp.197;
331. Wang, Zh., Han, N., Liu, P. - Fatigue behavior of discontinuously reinforced aluminium matrix composites, *PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials*, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 848;
332. Wei, G., Zhewei, F., Gaiying, Y., Shaoming, Zh., Likai, Sh. - Fracture Characteristics of particle reinforced aluminium alloy metal matrix composites, *PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials*, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 243;
333. Wei, L., Huang, J.C. - Influence of heat treatment and hot working on fracture toughness of cast aluminum base composites, *MST* vol. 9, pp.841;
334. Weimin, S., Pengxing, L., Geyang, L. - A TEM study on the interface of SiC(p) / Al-Li composites, *ICCM-8*, pp. 19-K-1;
335. Weissenbek, E., Boehm, H.J., Rammersdorfer, F.G. - Microgeometrical Effects on the Elastoplastic Behavior of Particle Reinforced MMCs, *ICCM/9*, vol. I, pp. 295;
336. Wenger, W., Dickinson, G.R., McIlhagger, R., Miller, P.P. - The surface-finish characteristics of composite components, *Journal of Materials Processing Technology*, nr.33/1992, pp.439-452;
337. Whitehouse, A.F., Clyne, T.W. - Damage Monitoring During Isothermal Creep of MMCs Using Poisson Ratio Measurement, *ICCM-10*, pp. II-249;
338. Whitehouse, A.F., Clyne, T.W. - Effect of reinforcement content and shape on cavitation and failure in metal-matrix composites, *Composites* vol. 24 pp.257;
339. Whitehouse, A.F., Clyne, T.W. - Effect of test condition on cavitation and failure during tensile loading of discontinuous metal matrix composites, *MST* vol. 10, pp.468;
340. Whitehouse, A.F., Shahani, R.A., Clyne, T.W. - Cavitation during tensile deformation of powder route particle-reinforced aluminium, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.741;
341. Withers, P.J., Lorenzen, T., Pedersen, O.B. - The effect of internal stresses on deformation at room temperature, *Metal Matrix Composites - Processing, Microstructure and Properties*; RISO 12, pag.189;
342. Witulski, T., Heussen, J.M.M., Winkelman, A., Hirt, G., Kopp, R. - Near Net Shape Forming of Particulate Reinforced Al-Alloys by Isothermal Forming Compared to Semi Solid Forming, *Journal of Materials Processing Technology*, 45 (1994), pp. 415-420;
343. Xia, X., McQueen, H.J. - Crack Propagation and Microstructure in Hot Torsion and Cold Bending Particulate Aluminum Matrix Composites, *ICCM-10*, pp. II-233;
344. Xia, X., Sakans, P., McQueen, H.J. - Hot deformation, dynamic recovery, and recrystallisation behavior of aluminum 6061-SiCp composite, *MST* vol. 10, pp.487;

345. Xia, X., Sakaris, P., McQueen, H.J. - Hot deformation and recrystallization behavior of a SiCp/6061 Al composite, ICCM/9, vol. 1, pp. 157;
346. Xu, X.X., King, J.E. - Tensile properties of as fabricated, aged, and stretched SiC whisker and particle reinforced 2009 aluminium alloy, MST vol. 12, pp.911;
347. Xu, Y., Zhang, L. - Mechanical properties and microstructure of tortoise shell, Composites vol. 26 pp. 315;
348. Yu, D., Bandyopadhyay, Mouritz, A.P., Munroe, P.R. - Deformation and recrystallization of SiC particulate reinforced 6061 aluminium metal matrix composites, ICCM/9, vol. 1, pp. 340;
349. Yu, S.Y., Ishii, H., Chuang, T. H. - Corrosive Wear of SiC Whisker- and Particulate-Reinforced 6061 Aluminium Alloy Composites, MMTA vol. 27A pp. 2593;
350. Yue, T.M., Dai, Y. - Wire electrical discharge machining of Al₂O₃ particle and short fibre reinforced aluminium based composites, MST vol. 12, pp.483;
351. Zhang, L.N., Wang, S.Q., Zhu, M.F., Wang, N., Wang, S.D. - The extrusion behavior of Zn-20% Al alloy in the semi-solid state, Journal of Materials Processing Technology, nr. 44/1994 , pp.91-98;
352. Zhang, X., Tan, M.J., Liew, K.M. - Thermal cycling effect of P/M aluminium-lithium metal matrix composite reinforced by silicon carbide particulate, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 617;
353. Zhang, Z., Emmet, B., Long, S., Flower, H.M. - Characterisation and direct comparison of different cast MMC fabrication processes, PROGRESS IN ADVANCED MATERIALS AND MECHANICS - Proceedings of the International Conference on Advanced Materials, August 12-15, 1996, Beijing, China, pp. 280;
354. Zhang, Z., Flower, H.M. - A method for temperature measurement during MMC fabrication, ICCM/9, vol. 1, pp. 913;
355. Zhang, Z., Long, S., Flower, H.M. - Light alloy composite production by liquid metal infiltration, Composites vol. 24 pp. 381;
356. Zhao, X., Jiang, J.X., Xiong, D.G., Yang, G. - Interfacial reaction and reaction kinetics between silicon carbide and aluminium, ICCM/9, vol. 1, pp. 697;
357. Zhao, Z., Yingkun, X., Wenduo, W., Zhuangqiu, H. - Effect of matrix microstructure on mechanical properties of 2124 aluminum alloy-SiC particle composite, MST vol. 7, pp.592;
358. Zhao, H., Zhao, Ch., Jin, X. - Short fatigue crack propagation mechanism in SiC/Al 2024 composites, ICCM-10, pp. II-559;
359. Zhong, W. M., L'Esperance, G., Suery, M. - Interfacial Reactions in Al-Mg (5083)/SiCp Composites during Fabrication and Remelting, MMTA vol. 28A pp. 2440;

C. Publicații

1. Carțiș, I. – Tratamente termice, Editura Facla, Timișoara, 1982;
2. Kammer, C. - Aluminium - Taschenbuch, Band 1: Grundlagen und Werkstoffe, 15. Auflage, Aluminium - Verlag, Aluminium - Zentrale Düsseldorf, 1995;
3. Kohtz, D. - Wärmebehandlungen Metalischer Werkstoffe, VDI Verlag, Düsseldorf, 1994;
4. Montgomery, D.C. - Design and Analysis of Experiments, Third Edition, John Wiley & Sons Publishing House;
5. Novikov, I. - Theory of Heat Treatment of Metals, Mir Publishers – Moscow, 1978;
6. Gădea, S., Petrescu, M. – Metalurgie fizică, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1983;
7. Schatt, W. - Sintervorgänge, Grundlagen, VDI Verlag, Düsseldorf, 1992;
8. Schumann, h. – Metallographie, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1991;
9. Shojiro, O. – Mechanical Properties of Metallic Composites, Marcel Dekker, Inc., New York – Basel Hong Kong, 1994;
10. Tapalagă, I., Berce, P., Achimaș, Gh. - Extrudarea metalelor la rece, Editura Dacia, Cluj-Napoca, 1986;
11. Trușculescu, M. – Studiul metalelor, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1971.

Cuprins

Introducere.....	2
Capitolul I. Tendințe actuale și perspective în producerea și utilizarea materialelor compozite cu matrice de aluminiu armate cu particule ceramice	
I-1. Materiale compozite.....	6
I-2. Materiale compozite cu matrice metalică.....	7
I-3. Materiale compozite pe bază de aluminiu.....	8
I-4. Materiale compozite armate cu particule.....	10
I-5. Proprietățile compozitelor metalice armate cu particule ceramice.....	11
I-5.1. Considerații generale.....	11
I-1.2. Factorii de influență ai proprietăților fizico-mecanice.....	12
I-1.1.1. Influența itinerariului de producere.....	12
I-1.1.2. Influența nivelului de armare cu particule.....	14
I-1.1.1.1. Modulul lui Young.....	14
I-1.1.1.2. Rezistența la uzare.....	15
I-1.1.1.3. Coeficientul de dilatație termică liniară (α).....	15
I-1.1.3. Influența aliajului matricei.....	16
I-1.1.4. Influența mărimii particulelor.....	16
I-1.1.5. Influența distribuției elementelor de armare.....	17
I-1.3. Mecanismul durificării prin dizlocații.....	17
I-1.4. Rezistența mecanică la curgere.....	19
I-1.1.1. Principalele modele pentru rezistență.....	21
I-1.1.2. Tensiunile interne.....	21
I-1.1.3. Dizlocațiile reziduale.....	22
I-1.1.4. Durificarea prin particule.....	23
I-1.1.5. Durificarea prin grăunți și subgrăunți.....	24
I-1.1.6. Ecrisarea compozitelor cu matrice metalică.....	25
I-1.1.7. Aditivitatea efectelor de durificare.....	25
I-1.5. Rezistența mecanică la rupere.....	26
I-1.6. Plasticitatea la rece.....	28
I-1.7. Plasticitatea la cald.....	30
I-1.1.1. Tranziția la rece.....	31
I-1.1.2. Superplasticitatea compozitelor armate cu particule.....	32
I-1.8. Tenacitatea.....	33
I-1.8.1. Factorii de influență ai tenacității.....	33
I-1.8.1.1. Proprietățile elementelor de armare.....	33
I-1.1.1.2. Microstructura matricei.....	35
I-1.1.1.3. Metoda de obținere.....	36
I-1.1.2. Definirea și măsurarea tenacității.....	36
I-1.1.2.1. Tenacitatea la rupere.....	36
I-1.1.1.2. Încercarea la încovoiere prin șoc.....	38
I-1.1.1.3. Relația între E și K_{IC}	40
I-1.9. Rezistența mecanică la oboseală.....	40
I-1.1.1. Inițierea fisurii de oboseală.....	41
I-1.1.2. Creșterea microfisurilor de oboseală.....	42
I-1.1.2.1. Factorii de influență ai rezistenței la oboseală.....	42
I-1.1.1.2. Mecanismul ruperii.....	43
I-1.1.3. Pragul de oboseală pentru fisuri.....	45

I-1.10. Fluajul compozitelor armate cu particule	46
I-1.10.1. Considerații generale	46
I-1.1.2. Influența granulației matricei metalice	47
I-1.1.3. Efectul interacțiunii dizlocație-particulă	48
I-1.1.1.1. Tensiunea de prag	48
I-1.1.1.2. Fluajul prin dizlocații	48
I-1.1.1.3. Modele de explicare a fluajului prin dizlocații	50
I-1.1.1.4. Fluajul difuziv	52
I-1.1.4. Concluzii	53
I-1.11. Recristalizarea și creșterea grăunților	54
 CAPITOLUL II. Contribuții privind rolul tratamentul termic de sinterizare la producerea materialelor compozite pe bază de aluminiu armate cu particule ceramice	
II-1. Stabilirea obiectivelor	58
II-2. Itinerariul tehnologic de producere	59
II-2.1. Alegerea procedurii de elaborare	59
II-2.2. Materiale folosite	61
II-2.2.1. Pulberile metalice	61
II-2.2.1.1. Caracteristici fizico-chimice	61
II-2.2.1.2. Proprietăți tehnologice	63
II-2.2.1.3. Tratamente termice aplicate	63
II-2.2.2. Pulberea ceramică	64
II-3. Influența parametrilor amestecării mecanice asupra proprietăților structurale	66
II-3.1. Considerații generale	66
II-3.2. Parametri fizici și cinematici ai amestecării mecanice	66
II-3.3. Influența parametrilor geometrici ai pulberilor	66
II-3.4. Rezultate experimentale	71
II-3.5. Concluzii	71
II-4. Formarea prin compactare a amestecului de pulberi	72
II-4.1. Considerații generale	72
II-4.2. Influența parametrilor tehnologici și a compoziției asupra compactității semifabricatului	73
II-4.3. Procedura experimentală	75
II-4.3.1. Determinarea gradului de compactare	75
II-4.3.2. Alegerea utilajului și construcția sculelor de formare	76
II-4.4. Rezultate experimentale și concluzii	78
II-5. Tratamentele termice de sinterizare	79
II-5.1. Transformări structurale și fenomene fizico-chimice fundamentale	79
II-5.1.1. Generalități	79
II-5.1.2. Sinterizarea în fază lichidă	80
II-5.1.3. Sinterizarea supersolidus în fază lichidă	81
II-5.1.4. Influența particulelor ceramice	82
II-5.2. Fazele tehnologice ale sinterizării	83
II-5.3. Arderea lubrifiantului	83
II-5.4. Sinterizarea	84
II-5.4.1. Alegerea temperaturii de sinterizare	85
II-5.4.1.1. Condiții experimentale	87
II-5.4.1.2. Deplasarea punctelor critice de transformare	87
II-5.4.2. Alegerea vitezei de încălzire	90
II-5.4.3. Alegerea duratei de sinterizare	90

II-5.5. Concepția utilajului pentru tratamentul de sinterizare	91
II-5.6. Optimizarea parametrilor de tratament termic	91
II-5.6.1. Considerații generale	91
II-5.6.2. Modelul statistico-matematic	93
II-5.6.3. Proiectarea experimentului și condițiile experimentale	93
II-5.6.4. Analiza prin regresie multiplă a rezultatelor	95
II-5.6.5. Analiza varianței	96
II-5.6.6. Analiza suprafețelor de răspuns a durității	98
II-5.7. Interpretarea rezultatelor experimentale și concluzii	99
Anexa II	102

Capitolul III. Contribuții privind tehnologia de tratament termic a compozitelor pe bază de aluminiu armate cu particule ceramice

III-1. Influența parametrilor tehnologici ai îmbătrînirii și a elementelor structurale asupra proprietăților mecanice	128
III-1.1. Transformări structurale în matricea metalică a materialelor compozite	128
III-1.1.1. Principii generale	128
III-1.1.2. Transformări structurale la îmbătrînire	128
III-1.1.2.1. Tipuri de precipitate	128
III-1.1.2.2. Precipitarea continuă și discontinuă	130
III-1.1.3. Stadiile transformării la durificarea prin precipitare	133
III-1.1.3.1. Formarea zonelor Guinier-Preston (GP)	133
III-1.1.3.2. Precipitarea fazelor intermediare și a fazelor stabile	136
III-1.1.3.3. Cinetica și succesiunea precipitării la îmbătrînire	138
III-1.1.4. Efectul de durificare la îmbătrînire	140
III-1.1.4.1. Principalele tipuri de mecanisme	140
III-1.1.4.2. Efectul formării diferitelor tipuri de precipitate	141
III-1.1.4.3. Efectul duratei și temperaturii asupra proprietăților mecanice	143
III-1.2. Influența particulelor asupra transformărilor structurale	144
III-1.2.1. Condiții experimentale	145
III-1.2.2. Deplasarea punctelor critice de transformare	145
III-1.2.3. Analiza fazelor precipitate la îmbătrînire	146
III-1.2.4. Concluzii	149
III-1.3. Influența particulelor ceramice asupra parametrilor îmbătrînirii	150
III-2. Cercetări experimentale privind influența parametrilor structurali și de tratament termic asupra proprietăților mecanice	151
III-2.1. Considerații generale	151
III-2.2. Procedura experimentală	151
III-2.3. Rezultate experimentale	152
III-2.4. Analiza statistică a rezultatelor obținute	153
III-2.4.1. Considerații generale	153
III-2.4.2. Modelul liniar general	157
III-2.4.3. Alegerea modelului de regresie liniară	161
III-2.4.4. Analiza de varianță	166
III-2.4.5. Ecuația de regresie liniară multiplă	168
III-2.4.6. Analiza valorilor reziduale	170
III-2.5. Interpretarea modelului statistico-matematic	175
III-2.5.1. Metodologia experimentală și de calcul	175
III-2.5.2. Influența gradului de armare	175
III-2.5.3. Influența duratei de îmbătrînire	175

III-2.5.4. Influențele reciproce ale factorilor independenți	176
III-3. Concluzii	177
III-3.1. Parametri tehnologici ai îmbătrînirii.....	177
III-3.2. Considerații finale	177
Anexa III	179
Capitolul IV. Modalități de modificare a structurii și proprietăților la compozitele metalice armate cu particule ceramice prin prelucrări mecano-termice	
IV-1. Considerații generale	193
IV-2. Condiții experimentale	194
IV-2.1. Stabilirea procedurii și caracteristicile sculei pentru deformare.....	194
IV-2.2. Parametri tehnologici ai extrudării.....	195
IV-2.2.1. Condiții tehnice.....	195
IV-2.2.2. Temperatura de extrudare.....	197
IV-2.2.3. Viteza de deformare.....	197
IV-3. Rezultate experimentale	198
IV-3.1. Calitatea suprafețelor rezultate	198
IV-3.2. Distribuția particulelor ceramice	198
IV-3.3. Structura matricei metalice	199
IV-4. Concluzii	200
Anexa III	201
Capitolul V. Concluzii finale	
V-1. Rezultate teoretice și experimentale	203
V-2. Contribuții originale	204
V-2.1. Contribuții generale	204
V-2.2. Contribuții în plan tehnologic	204
V-2.3. Contribuții privind definirea și interpretarea transformărilor structurale	205
V-3. Direcții viitoare de cercetare.....	206
Bibliografie	207
Cuprins	221