

4.1. Verificare tehnologiei de obținere aliaje/compozite HEA

4.1.1. Verificare tehnologie obținere aliaje HEA pentru role laminor.

Verificarea tehnologiei de laborator dezvoltată în proiect s-a realizat prin activități de demonstrare a reproductibilității proceselor de elaborare-turnare și tratament termic, precum și prin caracterizarea/testarea produselor rezultate. În cadrul raportului au fost prezentate parametrii tehnologici și caracteristicile produselor obținute în etapele anterioare de optimizare/definitivare tehnologie.

Experimentări de testare a reproductibilității la prelucrarea aliajelor cu entropie înaltă prin tratament termic.

Au fost realizate 5 experimentări paralele în condiții identice de pregătire, elaborare și turnare, într-un cuptor cu inducție în vid / atmosferă de argon, de tip Linn MFG – 30. Procesele de elaborare turnare au urmat întocmai desfășurarea fluxului tehnologic dezvoltat în etapele anterioare de dezvoltare tehnologică.

Eșantioanele rezultate au fost caracterizate din punct de vedere chimic, microstructural și mecanic.

Analiza chimică prin ICP-OES a evidențiat o variație redusă a compoziției elementare în aliajele elaborate.

Analiza optică a probelor elaborate-turnate au evidențiat o morfologie asemănătoare pentru probele HEA1,3,4 și 5, și o structură substanțial diferită a eșantionului HEA2, cu un număr crescut de faze, diferite de cele apărute în celelalte eșantioane.

Rezultatele de analiza microstructurală au fost confirmate de rezultatele de difracție de raze X unde proba HEA2 conține un număr mai ridicat de faze. Probele HEA1,3,4 și 5 au o structură monofazică de tip A2 (CVC). Prezența calcitului în proba HEA2 se poate datora interacțiunii șarjei de aliaj cu creuzetul de topire. De asemenea, incluziunile ceramice pot reprezenta substraturi pentru noi germeni de cristalizare pentru faze distincte de cele întâlnite în mod normal la turnarea aliajului. Analiza de microduritate Vickers realizată cu ajutorul micro-durimetrului optic a prezentat o variație relativ mică a microdurității pentru probele HEA1,3,4 și 5, în timp ce microduritatea probei HEA2 a avut o valoare mult mai mare.

Analizele efectuate au arătat că 4 dintre cele 5 probe au caracteristici asemănătoare, iar rezultatele diferite obținute pentru cea de-a 5-a probă se datorează unor procese accidentale în timpul elaborării materialului. În concluzie, se poate spune că *tehnologia de elaborare-turnare este reproductibilă și produsele obținute au caracteristicile așteptate.*

Experimentări de testare a reproductibilității la prelucrarea aliajelor cu entropie înaltă prin tratament termic.

Experimentele de tratament termic au fost realizate pe 5 eșantioane care au provenit din același lingou de aliaj $Al_{0,3}Cr_{1,5}Fe_{1,5}MnNi_{0,5}$. Acestea au fost obținute prin debitare,

la dimensiuni egale, din zona mediană a lingoului. Experimentele au urmat specificațiile din fluxul tehnologic elaborat anterior în etapele de dezvoltare și definitivare tehnologică.

Analiza de microscopie optică a evidențiat structuri similare pentru cele 5 eșantioane tratate termic, cu un număr redus de faze răspândite uniform în structura aliajului. Atacul dificil al probelor a generat nuanțe diferite în imaginile de microscopie optică.

Analiza de raze X a evidențiat același tip și număr de faze (tip B2-CVC și tip sigma) în toate cele 5 eșantioane tratate termic, cu diferențe ușoare de compoziție masică (între 60%gr la 70%gr pentru faza B2).

Determinările de microduritate au confirmat rezultatele obținute la caracterizarea prin celelalte metode, indicând valori apropiate, și corespunzătoare cu cele determinate în etapele anterioare de dezvoltare tehnologică.

În conformitate cu rezultatele apropiate obținute între cele 5 eșantioane tratate termic se poate afirma că *tehnologia la nivel laborator de tratament termic a aliajului cu entropie înaltă $Al_{0,3}Cr_{1,5}Fe_{1,5}MnNi_{0,5}$ este verificată cu succes.*

Au fost realizate **fișe tehnologie și produs pentru elaborarea-turnarea/tratamentul termic al aliajului HEA**, utilizat la realizarea de role laminor.

4.1.2. Verificare tehnologie obținere compozite HEA prin aliere mecanică/ presare/ sinterizare.

În cadrul raportului au fost prezentate etapele procesului, parametri tehnologici și caracteristicile produselor obținute în etapele anterioare de optimizare/definitivare tehnologie.

În această etapă a proiectului, au fost realizate câte 5 experimente pentru fiecare etapă tehnologică: aliere mecanică, presare și sinterizare; în condiții experimentale optimizate pentru verificarea tehnologiei de laborator de obținere compozite cu entropie înaltă prin metalurgia pulberilor.

Procesul de aliere mecanică s-a desfășurat pe o moară planetară de tip RETSCH-PM400, cu următorii parametri de lucru: timpul de aliere: 40 ore, ciclul de măcinare: 30 min și 10 min pauză și viteza de rotație a incintelor: 300 rot/min.

Distribuția granulometrică a pulberilor aliate obținute a evidențiat o plajă largă de dimensiuni cu o cantitate semnificativ mai mare pentru pulberile $<25\mu\text{m}$. Toate probele au avut o distribuție asemănătoare a pulberilor, cu deviația standard calculată de maxim 5,12. Rezultatele de la analiza granulometrică au fost confirmate și de analiza microstructurală. Analiza de raze X indică formarea de soluții solide CVC și CFC, împreună cu structuri ortorombice, tipice carburilor.

Compactizarea pulberilor s-a realizat pe o presă hidraulică UTTIS la o presiune de 10 tf/cm², cu un amestec de lubrefiant de 2% acid stearic. Valorile obținute pentru

caracteristicile fizice și dimensionale ale celor 5 eșantioane presate sunt foarte apropiate, cu o deviație standard foarte redusă.

Sinterizarea a avut loc într-un cuptor electric de tratament termic Nabertherm GmbH., cu următorii parametri de lucru: viteza de încălzire de 15°C/min, temperatura de menținere de 900°C, timpul de menținere de 60 min și răcirea în cuptor.

Analiza de microscopie optică arată o repartizare relativ omogenă a pulberilor în aliaj fără o diferență majoră între probele studiate. Rezultate asemănătoare au fost obținute și la determinările prin microscopie electronică (SEM), observându-se o cantitate relativ mare de pulberi cu dimensiuni mai mici de 10 μm. Analiza se raze X a identificat faze de tip CFC și ortorombice (caracteristice carburilor).

Caracteristicile dimensionale și fizice ale produselor sinterizate au fost asemănătoare pentru cele cinci eșantioane.

Rezultatele obținute pentru toate etapele tehnologice au evidențiat o reproductibilitate ridicată a proceselor și a caracteristicilor eșantioanelor obținute. Au fost realizate ***fise tehnologie/produs pentru obținerea compozitelor HEA*** prin metalurgia pulberilor.