



A XII-a Conferință Națională multidisciplinară – cu participare internațională
"Profesorul Dorin PAVEL – fondatorul hidroenergeticii românești",
SEBEȘ, 2012

EVALUAREA OMOGENITĂȚII AMESTECURILOR DE PULBERI Fe-Nb, Fe-Ti și Fe-V LA ELABORAREA OȚELURILOR SINTERIZATE MICROALIATE

Magdalena ORBAN

HOMOGENEITY OF Fe-Nb, Fe-Ti AND Fe-V POWDER MIXTURES EVALUATION AT MICROALLOYED SINTERED STEELS ELABORATION

The successful application of microalloying technique, used in the HSLA steels elaboration by classical metallurgy, to the sintered structural steels in order to improve their mechanical properties is determined, to a great extent, by the homogeneity of Fe-microalloying element (Nb, Ti, or V) powder mixtures. Therefore, its evaluation is of the maximum importance in the elaboration process control in order to obtain the desired strengthening effect. The possibility of application, for this purpose, of the statistical and experimental method, respectively, is analyzed in this paper, with the reference to Fe-Nb, Fe-Ti and Fe-V powder mixtures. Conclusions on factors affecting the homogeneity degree, of practical applicability, are drawn on this basis.

Cuvinte cheie: oțeluri sinterizate, microaliere, proprietăți mecanice
Keywords: sintered steels, micro, mechanical

1. Introducere

Condițiile de reciclabilitate, ca și recente directive ale Comunității Europene privind limitarea utilizării unor substanțe cu potențial nociv [1], au impus reducerea proporțiilor sau chiar eliminarea Cu și îndeosebi Ni din compoziția oțelurilor sinterizate - ca elemente greu reciclabile și nocive. În contextul eforturilor pentru îmbunătățirea

proprietăților mecanice ale acestor oțeluri spre a elimina efectele negative ale porozității și a le aduce la nivelul celor clasice, aceasta a determinat intensificarea cercetărilor privind înlocuirea Cu și Ni, deși cu efectele favorabile cunoscute [2], cu alte elemente mai ușor reciclabile și mai puțin nocive, dar și mai ieftine. Între cele mai vizate sunt Mn și Cr. Cu toate că privind diferite aspecte ale utilizării lor au fost întreprinse ample cercetări [3], fiind lansate pe piață chiar noi sortimente de pulberi aliate [4], nu s-a ajuns la generalizarea utilizării lor. Din contră, tot mai multe publicații se referă la îmbunătățirea proprietăților oțelurilor sinterizate prin efectul de întărire prin precipitare [5]. Mai mult, unele, de dată foarte recentă [6], se referă chiar la aplicarea, la oțelurile sinterizate, a tehnicii cunoscute de îmbunătățire a tenacității superaliajelor prin dispersie de oxizi (ODS) [2]. Aceste tendințe readuc în actualitate posibilitatea, avantajoasă sub aspect tehnico-economic, de îmbunătățire a proprietăților mecanice ale oțelurilor sinterizate prin microaliere - utilizată în metalurgia clasică la elaborarea oțelurilor slab aliate de înaltă rezistență (HSLA), propusă, de mai mulți ani, pe baza unor cercetări sistematice, de autoarea prezentei lucrări [7, 8]. Unul dintre impedimentele extinderii aplicării acestei tehnici a fost cel al dificultăților de omogenizare a elementelor de microaliere - EMA (Nb, Ti, V), adăugate sub formă pulverulentă în proporții mici, în amestec cu pulberea de Fe. Pentru surmontarea acestuia, autoarea a propus aplicarea tehnicii farmaceutice de omogenizare [9]. Cercetările prezentei lucrări au avut ca obiectiv, stabilirea unei metodici în acest scop, cu referire la amestecurile Fe-Nb, Fe-Ti și Fe-V adoptate în cercetările specificate [8].

2. Considerații teoretice privind evaluarea omogenității amestecurilor de pulberi

Aprecierea omogenității amestecurilor de pulberi se poate realiza statistic prin așa numita "deviație standard" față de valoarea medie a concentrației elementelor de aliere din amestec [9], stabilită pe baza numărului de particule dintr-o probă, sau pe baza determinării experimentale a concentrației lor efective în probă.

2.1. Evaluarea statistică a omogenității pe baza numărului de particule din probă

Un amestec mecanic alcătuit din doi componenți, care au particule de aceeași mărime și formă poate fi considerat perfect sau

“ideal”, dacă fiecare particulă a unui component este înconjurată de particule ale celuilalt component. În cazul amestecurilor de pulberi, această situație constituie însă o excepție. Ele au, de regulă, particulele dispuse la întâmplare, de forme geometrice și mărimi diferite.

Probabilitatea de a găsi, într-o probă prelevată din amestec, particulele unui anumit component (în cazul de față, EMA) într-o proporție cât mai apropiată de concentrația sa reală în amestec este direct proporțională cu numărul total al acestor particule din întregul amestec – deci cu concentrația sa. Ea și, implicit, acuratețea determinării este influențată și de mărimea probei și respectiv de numărul de prelevări de probe care se efectuează. În amestecurile ideale compoziția diferitelor probe luate la întâmplare va fi identică cu cea a amestecului, iar în cele reale variațiile în jurul unei valori medii a concentrației corespund așa numitei “deviații standard”.

Pentru un amestec format din doi componenți, cu proporția p din componentul A și q din componentul B ($p + q = 1$), dacă amestecul este statistic omogen deviația standard de la valoarea medie este dată de relația lui Lacey [9]:

$$S_h = \pm (p \cdot q / N)^{1/2} \quad (2.1)$$

în care N este numărul de particule din probă.

Pentru facilitarea comparației, se utilizează deviația standard relativă, exprimată în procente, în raport cu cantitatea de EMA, m_{EMA} :

$$S_r = \pm S_h / m_{EMA} \cdot 100 \text{ [%]} \quad (2.2)$$

Evident, cu cât valoarea deviației standard relative este mai apropiată de zero, cu atât omogenitatea amestecului este mai ridicată.

2.2. Evaluarea omogenității utilizând deviația standard prin analize experimentale de concentrație

În practică, este dificil de determinat numărul de particule dintr-o cantitate de amestec de pulberi, chiar și utilizând metodele moderne de analiză de imagine. Ținând seama însă că numărul de particule dintr-o probă este proporțional cu masa acesteia, la evaluarea omogenității amestecului de pulberi se poate lua în calcul cantitatea de pulberi din amestec corespunzătoare unei probe.

Gradul de omogenizare se apreciază, în acest caz, utilizând deviația standard experimentală care se calculează cu relația [9]:

$$S_{exp} = \pm \sqrt{\sum (x_i - x_m)^2 / n} \quad (2.3)$$

în care, pentru cazul considerat, x_i este concentrația elementului de

aliere determinată experimental/probă, x_m este concentrația medie a determinărilor iar n - numărul de determinări.

Deviația standard experimentală exprimă, de fapt, deviația standard de concentrație a amestecului. Și în acest caz se preferă utilizarea deviației standard experimentale relative, care facilitează compararea rezultatelor:

$$S_{\text{exp.r}} = \pm S_{\text{exp}} / x_m \cdot 100 [\%] \quad (2.4)$$

3. Condiții experimentale

Din cele de mai sus rezultă că pentru stabilirea experimentală a deviației standard este necesară determinarea efectivă a concentrației elementului de aliare, pentru un număr rezonabil de probe prelevate din amestec, prin analize chimice. În cazul EMA, la proporțiile lor mici, analizele chimice s-au dovedit însă neconcludente. Ca urmare, s-a recurs la evaluarea statistică a gradului de omogenizare cu referire la amestecuri de pulberi Fe – Nb, Fe - Ti și Fe -V, cu proporții ale EMA în limitele de (0,2 ÷ 1,0 % gr) stabilite experimental ca optime în aplicarea tehnicii microalierii la oțeluri sinterizate [8]. Drept sortimente de pulberi s-au adoptat pulberea neliată de Fe tip ASC 100.29 produsă de compania Höganäs Suedia, iar pentru EMA, pulberile de înaltă puritate tipurile: Nb: FW 92.91, Aldrich Catalog 7440-03-1 [8]; Ti: FW 49.90, Aldrich Catalog 7440-32-6 [8]; V: V006011, Goodfellow [8] ale căror caracteristici de interes sunt date în tabelul 1.

Cunoscând volumul ocupat de fiecare tip de pulbere într-o cantitate de 100 g amestec și diametrul mediu Fischer al particulelor, definit ca diametrul unei sfere de volum echivalent [2], deci aproximând, în acest mod, particulele ca fiind sferice, se poate efectua un calcul estimativ al numărului de particule de pulbere de fiecare tip din 100 g amestec și respectiv proporția lor, ceea ce permite aprecierea, gradului de omogenizare a amestecului. Se ține seama de faptul că gradul maxim de ocupare realizabil pentru particule sferice este de 0,74, corespunzător dispunerii lor într-un aranjament cubic cu fețe centrate [10]. Extinzând principiul de calcul pentru concentrațiile menționate și utilizând relația (2.2), s-au calculat deviațiile standard relative, pe baza cărora se poate evalua omogenitatea amestecurilor considerate.

4. Rezultate și discuții

Rezultatele obținute prin calcul și caracteristicile menționate ale pulberilor adoptate, sunt sintetizate în tabelul 1. O primă constatare

Tabelul 1

Amestec Fe+EMA [%]	Densitate aparentă EMA [g/cm ³]	Volum în 100g amestec Fe+EMA [cm ³]	Diametru Fischer particulă EMA [μm]	Volum particulă EMA [cm ³]	Număr particule în 100gr amestec x 10 ⁶	Deviația standard relativă ±S _r [%]
Fe	2,65	27,924	90,0	3,81 . 10 ⁻⁷	73,29	0
Ti	1,23	0,120	51,5	7,15 . 10 ⁻⁸	1,68	1,72
		0,240			3,36	0,86
		0,360			5,04	0,57
		0,481			6,73	0,42
		0,601			8,41	0,34
Nb	1,97	0,075	15,0	1,77 . 10 ⁻⁹	42,30	0,34
		0,150			84,70	0,17
		0,224			126,50	0,11
		0,300			169,40	0,08
		0,370			209,00	0,07
V	1,79	0,083	45,0	4,77 . 10 ⁻⁸	1,74	1,69
		0,165			3,46	0,85
		0,248			5,20	0,56
		0,330			6,92	0,42
		0,413			8,66	0,33

care rezultă din tabel este că dimensiunile particulelor constituie un factor esențial pentru procesul de omogenizare, reflectat prin deviația standard relativă și respectiv cu densitatea aparentă a pulberii EMA în raport cu cea a pulberii de Fe. În cazul Ti, care are particule cu diametrul Fischer mai mare decât celelalte două EMA, rezultă un raport de ~ 7:100 față de numărul particulelor de Fe din amestec (1 particulă de Ti la 14 particule de Fe), în timp ce pentru Nb, raportul este de ~ 116:100 (cca. 1 particulă de Nb la 1 particulă de Fe), iar în cazul amestecurilor cu V, raportul este de ~ 12:100 (1 particulă de V la 8 particule de Fe), intermediar între primele, ca urmare a granulației pulberii de V intermediare între cea a pulberilor de Ti și Nb. Se remarcă, de asemenea, dependența deviației standard relative de numărul N al particulelor din probă, proporțional cu concentrația EMA în amestec, dar și cu dimensiunile particulelor și densitatea EMA.

5. Concluzii

■ Metoda analizată permite evaluarea omogenității amestecurilor de pulberi pe baza deviației standard relative determinate prin măsurători experimentale și calcule analitice simple, acuratețea rezultatelor fiind cu atât mai ridicată cu cât cantitatea de pulbere din proba prelevată experimental din masa de amestec este mai mare.

■ Gradul de omogenizare realizabil este cu atât mai ridicat cu cât concentrația pulberii de EMA în amestec este mai ridicată, granulația sa este mai fină și densitățile aparente ale pulberilor de bază, de Fe, respectiv de EMA, sunt mai apropiate.

BIBLIOGRAFIE

- [1] * * * Directive 2008/98/EC of the European Parliament and of the Council of 19 November 2008 on waste and repealing certain Directives, Official Journal of the European Union, L 212/3/22.11.2008, EN.
- [2] * * * ASM Handbook, Vol. 7, *Powder Metal Technology and Applications*, ASM, 1998, 1238 pag.
- [3] Whittaker, D., *Developments in the Production of Structural PM Components*, International Powder Metallurgy Directory 2010-2011, 14th Edition, Inovar Communication Ltd., 2010, pag. 57-65.
- [4] Bueno, S., et al., *Lean Cr-Containing Powders for Obtaining High Performance PM Steel Grades*, Proceedings of EuroPM 2011 Congress, EPMA, 2011, Vol. 1, pag. 35-40.
- [5] Danninger, H., Gierl, C., Mitrovic, N., *Magnetic and Mechanical Properties of Sintered Fe-Co-Mo/W Precipitation Hardened Alloys*, Proceedings of the EuroPM 2011 Congress, EPMA.2011, Ed., Vol. 1, pag. 285-290.
- [6] Kubena, I., Fournier, B., Kruml, T., *Effect of microstructure on low cycle fatigue properties of ODS steels*, Journal of Nuclear Materials, In Press, Accepted Manuscript, Available online 23 February 2012.
- [7] Orban, M., Palfalvi, A., *On the Microalloying of Sintered Steels for Structural Parts*, Proceedings of The 27 th Israel Conference on Mechanical Engineering, May 19 – 20 1998, Technion City, Haifa, Israel, pag. 626 – 628.
- [8] Orban, M., *Cercetări privind influența unor elemente de microaliere în oțelurile de construcție sinterizate*, Teză de Doctorat, Universitatea Tehnică din Cluj-Napoca, 2003, 248 pag.
- [9] Leucuța, S., *Tehnologie farmaceutică industrială*, Editura Dacia, Cluj-Napoca, 2001, pag.153.
- [10] Colan, H. ș.a., *Studiul metalelor*, Editura didactică și pedagogică, București, 1983, 340 pag.

Conf.Dr.Ing. Magdalena ORBAN
Universitatea Tehnică din Cluj -Napoca, membru AGIR