A XI-a Conferință Națională multidisciplinară – cu participare internațională,
"Profesorul Dorin PAVEL – fondatorul hidroenergeticii românești",
SEBEȘ, 2011

OBȚINEREA PULBERILOR Cu – Zn – Al PRIN PULVERIZARE DIN FAZĂ LICHIDĂ UTILIZATE PENTRU REALIZAREA MATERIALELOR CU MEMORIA FORMEI,

Paula CHILAT, Radu VASIU, Tiberiu CĂTUNEANU, Cristina GEAPANA

TECHNOLOGY OF OBTAINING ALLOYS Cu - Zn - Al THROUGH BY SPRAYING OF LIQUID PHASE FOR MAKING MATERIALS WITH SHAPE MEMORY

Alloys Cu – Zn – Al with shape memory are part of special class of suitable material, as they can transform heat directly into mechanical work. The known shape memory alloys, used alloys with the Cu presents some advantages such as lower cost price, compared with other alloy for example, high values of shape memory characteristics and capacity of this effect memory to form after a relatively short period of education. Shape memory alloys are characterized by a mechanical memory, memory that is due to thermoelastic behavior.

Keywords: shape memory alloys, alloys Cu - Zn Al
Cuvinte cheie: aliaje cu memorie a formei, aliaje Cu – Zn - Al

1. Introducere

Activitatea în domeniul pulberilor metalice cunoaşte o creştere în toate țările dezvoltate datorită noilor descoperiri tehnice şi tehnologice.

Un factor important al progresului ştiințific şi tehnologic al lumii în care trăim este descoperirea, cercetarea şi bineînțeles utilizarea

unor materiale avansate sau creşterea performanțelor materialelor deja cunoscute.

Elaborarea aliajelor prin pulverizarea din fază lichidă prezintă următoarele avantaje:

- aplicabil aliajelor cu temperatură de topire sub 2000 ^{0}C;
- productivitate ridicată;
- preț de cost relativ scăzut.

În cazul obținerii aliajelor Cu-Zn-Al prin acest procedeu, principalele probleme constau în dificultatea controlării oxidării datorită suprafeței mari de contact dintre pulberea obținută şi atmosfera înconjurătoare şi din acest motiv elaborarea se va face în vid sau atmosferă protectoare.

2. Prezentarea tehnologiei

Dintre procedeele de pulverizare din fază lichidă menționate în literatura de specialitate amintim:

- pulverizarea cu apă,
- pulverizarea cu gaz,
- pulverizarea centrifugală,
- pulverizarea cu ultrasunete,
- pulverizarea prin vibrații.

Pentru producerea aliajului Cu-Zn-Al sub formă de pulberi, acesta trebuie topit, degazat, dezintegrat prin pulverizare cu jeturi de argon sub presiune şi în cele din urmă solidificat.

■ Alegerea agregatului de topire

Pentru elaborarea aliajelor lichide, în vederea pulverizării s-a utilizat cuptorul cu inducție, deoarece acesta permite obținerea unui material metalic cu o compoziție omogenă, o adsorbție minimă de gaze în topitură şi o conducere sigură a procesului de elaborare. Totodată în cuptoarele cu inducție se produce o mişcare de agitare circulară a băii metalice, mişcare ce asigură un amestec intim a topiturii.

■ Pregătirea încărcăturii

Înaintea introducerii în agregatul de elaborare, încărcătura alcătuită din cupru electrolitic şi deseuri de cupru, zinc şi aluminiu a fost

supusă unui tratament de încălzire la temperatura de 400 ^{0}C timp de 4 ore pentru eliminarea umidității şi a electrolitului din încărcătură.

Calculul încărcăturii necesare pentru o şarjă:

Rețeta 1: 70 % Cu – 26 % Zn – 4 % Al

Rețeta 2: 79 % Cu – 15 % Zn – 6 % Al.

Cantitățile rezultate din calcul trebuie suplimentate în funcție de pierderile care au loc prin ardere la elaborarea metalelor respective.

■ Încărcarea cuptorului şi elaborarea

La stabilirea ordinii de încărcare a componenților încărcăturii în cuptorul cu inducție s-a ținut seama de proprietățile fizico-chimice ale acestora.

La introducerea aluminiului în cupru, se constată că se degajă o cantitate mare de căldură care atinge valoarea maximă, în cazul formării compusului intermetalic Cu_3Al. În acest caz, chiar dacă aluminiul este încărcat în stare solidă şi baia metalică de cupru a fost dezoxidată, supraîncălzirile locale pot ajunge la valori de 2000…3000 ^{0}C. S-au încărcat mai întâi deşeurile de cupru și aluminiu, iar după topire s-a adăugat zincul.

Pentru a se evita impurificarea topiturii aliajului de cupru cu incluziuni nemetalice solide sau gazoase şi pentru a preîntâmpina sau diminua pierderile de metale prin evaporare, baia metalică se acoperă cu un flux de protecție din sticlă măcinată, în proporție de 1-2 % din masa încărcăturii.

■ Turnarea aliajului

Pentru a evita solidificarea metalului topit iar turnarea să aibă loc în condiții optime, s-au efectuat următoarele operații pregătitoare:

- s-a verificat şi reparat căptuşeala refractară a pâlniei de turnare;
- pâlnia de turnare şi duza de scurgere a acesteia, cu diametrul de 5 mm, au fost încălzite la 700...800 ^{0}C cu ajutorul unui arzător cu gaze naturale;
- turnul de pulverizare s-a curățat de resturile rămase de la pulverizările anterioare.

Înainte de turnare, s-a îndepărtat toată cantitatea de zgură de la suprafața băii metalice precum şi resturile căzute pe suprafața superioară a cuptorului, care ar putea duce la obturarea orificiului de scurgere a pâlniei de turnare. Când temperatura aliajului a atins 1200 ^{0}C,

măsurată cu pirometrul optic, s-a basculat cuptorul şi metalul lichid s-a turnat în pâlnia de turnare (figura 1).

Fig. 1 Turnarea aliajului

■ Pulverizarea aliajului

Verificarea duzelor de pulverizare în ceea ce priveşte uniformitatea jetului de fluid care le străbate şi punctul de întâlnire s-a realizat în scopul pulverizării aliajului lichid în condiții optime.

Pentru obținerea de pulberi sferice cu un grad redus de oxidare, înainte de turnarea aliajului în pâlnie, se deschide robinetul de admisie, astfel încât gazul inert (argon) să pătrundă în dispozitivul de pulverizare.

Mărimea granulelor este influențată în mod direct de presiunea de pulverizare, astfel cu o presiune de pulverizare mică se obțin pulberi sferice cu diametrul mare, iar prin creşterea presiunii scad dimensiunile granulometrice.

Fig. 2 Pulverizarea aliajului

Această etapă pregătitoare este urmată de pulverizarea aliajului lichid (figura 2).

Presiunea la care s-a făcut pulverizarea a fost de 50 bar.

Pe tot parcursul pulverizării, s-a urmărit ca nivelul apei de răcire de la baza turnului de pulverizare să fie cel corespunzător.

■ Decantarea şi uscarea

- *Decantarea*

După 15 minute de la terminarea operației de pulverizare se deschide robinetul de evacuare a apei de răcire din turnul de pulverizare pentru trecerea în totalitate a acesteia în rezervorul tampon.

Apoi se fixează containerul de captare sub orificiul de evacuare a şlamului şi se deschide clapeta turnului de pulverizare.

Şlamul compus din pulbere de aliaj şi apă, preluat în containerul de captare, se goleşte într-un container de decantare unde are loc separarea întregii cantități de apă.

- *Uscarea*

Pulberea umedă din containerul de decantare se aşează în tăvi din tablă de oțel inoxidabil şi se introduce în cuptorul de uscare cu protecție de argon. Uscarea se face la temperatura de 180...200 ^{0}C în timp de 4...8 ore.

3. Caracterizarea pulberilor de Cu-Zn-Al obținute

■ Caracterizarea din punct de vedere chimic

- Caracterizare calitativă

Componenții aliajului s-au evidențiat prin realizarea spectrelor de difracție a razelor X, utilizând radiația CuKα. În spectrul de difracție au apărut reflexele zincului şi aluminiului (figura 3 şi figura 4).

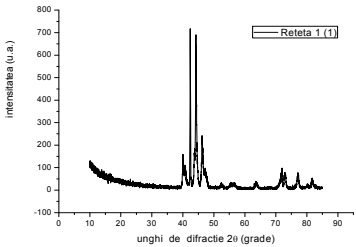

Fig. 3 Difractograma rețetei 1

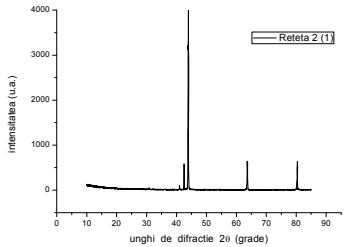

Fig. 4 Difractograma rețetei 2

- Caracterizare cantitativă

Materialele prezentate s-au caracterizat prin controlul compoziției chimice, cu determinarea celor trei componenți cupru, zinc şi aluminiu pentru aflarea compoziției exacte a eşantioanelor.

Probele s-au pregătit urmărind procedura recomandată de standarde. S-au luat în lucru probe cântărite cu exactitate în pahare de laborator. Materialul s-a dizolvat complet şi relativ uşor în acid azotic diluat şi s-au adus la volume constante. S-au determinat, pe mai multe probe paralele, concentrația celor trei componenți.

Rezultatele analizei cantitative pentru cele două rețete sunt:

Rețeta 1: 69,4 % Cu – 27 % Zn – 3,6 % Al
Rețeta 2: 73,9 % Cu – 19,2 % Zn – 6,9 % Al

■ **Caracterizarea din punct de vedere tehnologic**

- Mărimea granulelor şi repartiția granulometrică

Determinarea mărimii granulelor şi repariția acestora (tabelul 1) s-a efectuat prin intermediul analizei de cernere alegând un set de site standardizate de >450 μm, 450-300 μm, 300-200 μm şi <200 μm.

Tabelul 1

Clasa granulometrică [μm]	> 450 μm	450-300 μm	300-200 μm	< 200μm
Ponderea fracției granulometrice, rețeta 1 [%]	83,3	10,15	5,57	6,48
Ponderea fracției granulometrice, rețeta 2 [%]	90,29	4,05	2,96	2,70

- Densitatea aparentă de umplere, (g/cm^3)

Calculul densității aparente s-a făcut prin raportul între masa pulberii rezultate (în grame) care umple un recipient cu volumul de 25 cm^3.

Masa pulberii rezultată după cântărire este M_1 = 71,05 g şi M_2 = 58,93 g;

Rezultă că densitatea aparentă calculată cu formula:

$$\rho = \frac{M}{V} \; [g / cm^3]$$

este:

- pentru M_1, densitatea ρ_1 = 2,84 g/cm^3;
- pentru M_2, densitatea ρ_2 = 2,35 g/cm^3.

- Compactitatea de umplere sau densitatea relativă de umplere, (%)

Arătă cât din volumul ocupat aparent de o pulbere este efectiv umplut de materialul acestei pulberi.

Se exprimă prin raportul dintre densitatea aparentă de umplere ρ_a în g/cm^3 şi densitatea reală a materialului pulberii (ρ_m în g/cm^3):

- densitatea reală a pulberii de CuZnAl este: ρ_{m1} = 8,21 g/cm^3 şi ρ_{m2} = 8,28 g/cm^3;

- densitatea aparentă de umplere este: ρ_1 = 2.84 g/cm^3 şi ρ_2 = 2,35 g/cm^3;

Conform formulei:

$$C_u = \frac{\rho_a}{\rho_m} \cdot 100 \quad [\%]$$

rezultă că compactitatea de umplere este:

Pentru rețeta 1: $C_{u1} = \frac{2.84}{8.21} \cdot 100 = 34{,}59$ [%]

Pentru rețeta 2: $C_{u2} = \frac{2.35}{8.28} \cdot 100 = 28.38$ [%]

- Porozitatea de umplere, (%)

Porozitatea de umplere reprezintă cota parte ocupată de goluri (pori) dintr-un volum total aparent ocupat de pulbere putând fi determinat cu relația:

$$P_u = 100 - C_u \quad [\%]$$

Rețeta 1 : P_{u1} = 100 – 34,59 = 65,41 %
Rețeta 2 : P_{u2} = 100 – 28,38 = 71,62 %

- Fluiditatea sau capacitatea (viteza) de curgere

Viteza de curgere este determinată prin măsurarea timpului, în secunde, în care o cantitate de pulbere de 50 g, a trecut printr-un orificiu calibrat de o anumită dimensiune, al pâlniei standardizate conform ISO 4490-2000 Metoda Hall.

Pentru determinarea vitezei de curgere s-au făcut câte 3 măsurări pentru fiecare rețetă obținută în urma pulverizării din fază lichidă, după cum se poate observa din tabelul 2.

Tabelul 2

Rețeta	Cantitatea de pulbere [g]	Viteza de curgere [s]		
Rețeta 1	50	47	48	48
Rețeta 2	50	49	48	49

4. Concluzii

■ Avantajele acestui procedeu (aplicabil în general aliajelor cu temperatura de topire sub 2000 ^{0}C) şi anume: productivitate foarte ridicată şi pret de cost relativ scăzut pentru pulberea elaborată, au dus la alegerea acestei soluții care a avut la bază şi ideea realizarii unor materiale cu caracteristici superioare celor obținute prin tehnologia clasică şi eliminării unor neajunsuri pe care le ridică elaborarea clasică.

■ Lipsa însă în literatura de specialitate a unor precizări referitoare la această posibilitate de elaborare prin pulverizare din fază lichidă, nu ne permite deocamdată să estimăm rezultate certe ale aplicării procedeului la aliajele Cu-Zn-Al.

■ Din experiența acumulată, considerăm că reuşita constă în determinarea prin experimentări a parametrilor şi condițiilor specifice procedeului, ținând cont de reactivitatea elementelor componente.

BIBLIOGRAFIE

[1] Bujoreanu, L.Gh., Dia, V., Mărginean, Șt., *Tehnologie și utilaje de obținere a unor aliaje cu memoria formei*, vol.II, Editura Fundația Metalurgică Română, București, 1999.
[2] Bacinschi, Z.D., *Materiale inteligente*, Editura Ştiințifică Fundația Metalurgia Română, Bucureşti, 2001.
[3] Călugaru, G., Bujoreanu, L.Gh., Stanciu, S., Hopulele, I., Căliman, R., Turcu, O.L., Apachitei, I., *Memoria formei. Fenomene și aplicații în știința materialelor*, Editura ”Plumb”, Bacău, 1995.

Ing. Paula CHILAT
Ing. Radu VASIU
CSP I, Director General, membru AGIR
Ing. Tiberiu CĂTUNEANU
membru AGIR
Ing. Cristina GEAPANA
S.C. ICPT TEHNOMAG CUG S.A Cluj-Napoca