UNIVERSITATEA TEHNICĂ "GH. ASACHI" IASI RECTORATUL

Vă facem cunoscut că în ziua de _____ la ora ____ în ____ va avea loc sustinerea publică a tezei de doctorat intitulată "CERCETĂRI ASUPRA PROPRIETĂȚILOR DE FRECARE INTERNĂ A UNOR ALIAJE METALICE CU MEMORIA FORMEI" elaborată de domnul ing. Nicanor Cimpoesu, în vederea conferirii titlului științific de doctor.

Comisia de doctorat este formată din:

- Conf. dr. ing. Ioniță Iulian presedinte Universitatea Tehnică "Gh. Asachi" Iași
- Prof. dr. ing. Hopulele Ion Universitatea Tehnică "Gh. Asachi" Iași
- Prof. dr. ing. Predescu Cristian Univestitatea Politehnica din București
- Prof.dr. Dumitru Luca Universitatea "Al. I. Cuza", Iași
- Prof. dr. ing. Stanciu Sergiu Universitatea Tehnică "Gh. Asachi" Iași

conducător stiințific

membru

membru

membru

Vă transmitem rezumatul tezei de doctorat, cu rugămintea de a ne comunica în scris aprecierile și observațiile dumneavoastră.

Cu această ocazie, vă invităm să participați la susținerea publică a tezei.

Rector, Prof.Dr.ing. Ion GIURMA

Mami

Secretar universitate, Ing. Cristina NAGIŢ

duay ..

MULŢUMIRI

La finalizarea lucrării doresc să aduc sincere și calde mulțumiri domnului profesor universitar doctor inginer ION HOPULELE, conducătorul științific al activității de doctorat, pentru inițierea și îndrumarea permanentă în domeniul lucrării.

Pentru sprijinul acordat în organizarea și conducerea cercetărilor doresc să mulțumesc pe această cale domnului profesor doctor inginer SERGIU STANCIU, domnului profesor doctor MARICEL AGOP și domnului profesor doctor inginer LEANDRU GHEORGHE BUJOREANU.

Mulțumiri deosebite aduc domnului decan, conferențiar doctor inginer IULIAN IONIȚĂ pentru sfaturile și sprijinul acordat în vederea susținerii finale a tezei de doctorat.

Mulţumiri pentru ajutorul acordat în realizarea experimentelor aduc domnului cercetător MARKUS MEYER, dşoarei. şef. lucr. CARMEN NEJNERU, domnului conf. dr. ing. RADU COMĂNECI, domnului prep. drd. ing. DRAGOŞ C. ACHIŢEI, doamnei prep. drd. ing. ROXANA G. ŞTEFĂNICĂ, dşoarei. prep. drd. ing. MANUELA PERJU, domnului prep. drd. inginer MIHAI AXINTE şi tuturor colegilor de a căror colaborare m-am bucurat pe parcursul tezei de doctorat.

Calde mulțumiri doresc să aduc soției și familiei care m-au susținut și care au fost alături de mine pe parcursul elaborării lucrării.

Mulțumesc pentru sprijinul financiar obținut prin grant PCE-IDEI 616, proiect 83/01.10.2007 Planul Național de Cercetare, Dezvoltare și Inovare

Autorul

CUPRINS

		Teză	Rezumat
INTRODU	CERE	1	1
CAPITOLU DOMENIU	JL I. STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR ÎN L ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI ȘI A CAPACITĂȚII		
DE DISIPA	RE A ENERGIEI MATERIALELOR METALICE	4	1
I.1	Clasificarea aliajelor cu memoria formei	4	1
I.2	Obținerea aliajelor cu memoria formei	5	2
I.3	Proprietăți caracteristice aliajelor cu memoria formei	9	2
I.4	Frecarea internă la materialele metalice	15	
I.4.1 I.4.2	Fenomenul de frecarea internă la aliajele cu memoria formei Efectele frecventei, compoziției, a procentului de hidrogen și a	18	3
	densității de granite asupra frecării interne la aliaiele cu		
	memoria formei	19	3
CAPITOLU	JL II. METODE ȘI ECHIPAMENTE DE INVESTIGARE A		
ALIAJELO	R CU MEMORIA FORMEI	31	4
II.1	Studiul materialelor prin microscopie electronică – SEM	31	4
II.1.1	Microscopul cu scanare de electroni – Generalități	32	
II.1.2	Interacțiunea electron / substanță - sursă de informații în SEM	35	
II.1.3	Crearea imaginii și pregătirea probelor pentru microscopul cu		
	scanare de electroni	37	
II.2	Studiul materialelor prin microanaliză chimică EDX	39	4
II.3	Studiul materialelor prin analiză chimică prin spectrometrie cu		
	scânteie	42	4
II.4	Echipament pentru încercarea la tracțiune	44	4
II.5	Analiza conductivității termice a materialelor	45	4
II.6	Analiza dilatometrică a materialelor	51	5
II.7	Analiza calorimetrică a materialelor utilizând un echipament		
	D.S.C.	55	5
II.8	Echipament de investigare a frecării interne tip: Dynamic		
	mechanic Analyzer - DMA 242	61	5
CAPITOLU	JL III. INVESTIGAREA MATERIALELOR UTILIZATE ÎN	6.0	_
TEZA		68	5
111.1	Turnarea aliajelor cu memoria formei pe bază de cupru	68	5
111.2	Analiza chimică prin spectrometrie optică cu scânteie	72	5
III.3	Analiza chimică prin difracție de raze x –EDAX	77	6
III.3.1	Analiza aliajului experimental CuZnAl 01	77	6
III.3.2	Analiza aliajului experimental CuZnAl 14	80	8
III.3.3	Analiza aliajului experimental CuZnAl 15	87	9
III.3.4	Analiza aliajului experimental CuMnAl	90	9
III.4	Conductivitatea materialelor investigate în teza de doctorat	93	11

CAPITOLUL IV. CONTRIBUȚII EXPERIMENTALE ÎN ANALIZA		
ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI PE BAZĂ DE CUPRU DIN		
PUNCT DE VEDERE AL FRECĂRII INTERNE	98	11
IV.1 Analiza microstructurală și termică a aliajelor cu memoria		
formei investigate în teza de doctorat	98	11
IV.1.1 Analiza microstructurală, dilatometrică, calorimetrică și a		
comportamentului mecanic-dinamic a aliajului cu memoria		
formei CuZnAl14	99	12
IV.1.2 Analiza microstructurală, dilatometrică, calorimetrică și a		
comportamentului mecanic-dinamic a aliajului cu memoria		
formei CuZnAl01	122	26
IV.1.3 Analiza microstructurală, dilatometrică, calorimetrică și a		
comportamentului mecanic-dinamic a aliajului cu memoria		
formei CuMnAl01	132	27
IV.2 Instalație experimentală pentru analiza frecării interne a		•
materialelor metalice tip pendul de torsiune	151	36
IV.2.1 Principii de funcționare	151	36
IV.2.2 Echipament pendul de torsiune. Sisteme constructive	153	38
IV.2.3 Rezultate experimentale proprii realizate pe echipamentul de	1.65	10
analiza a frecarii interne tip pendul de torsiune	165	42
CAPITOLUL V. CONTRIBUTILTEORETICE ÎN ANALIZA		
FENOMENIII III DE FRECARE INTERNĂ A MATERIAI EL OR		
METALICE	173	46
V1 Generalități asupra modelării fenomenului de frecare internă	173	46
V 2 Anlicatii ale interpretării teoretice a rezultatelor experimentale	180	46
v.2 Apricu, in an interpretarin teorence a rezultateror experimentale	100	10
CAPITOLUL VI. APLICATII PRACTICE ALE ALIAJELOR CU		
MEMORIA FORMEI FOLOSIND CAPACITATEA DE DISIPARE A		
ENERGIEI MECANICE	185	49
CAPITOLUL VII. CONCLUZII FINALE, CONTRIBUȚII PROPRII ȘI		
DIRECȚII DE CERCETARE	205	52
LISTA LUCRĂRILOR PROPRII	211	57
BIBLIOGRAFIE	215	57
	220	
ANEXE	229	

INTRODUCERE

Teza de doctorat prezentată spre analiză este structurată în şapte capitole, fiind dezvoltată pe 228 de pagini pe baza unei ample bibliografii, 302 titluri bibliografice, dintre care 36 reprezintă contribuții proprii ale autorului prezentate în lucrări științifice, cărți sau brevete de invenție. Din cele 192 de figuri, 130 reprezintă rezultate experimentale, ce caracterizează aliajele analizate în teză și în principal proprietățile frecării interne a materialelor metalice cu memoria formei.

Experiența arată că oscilațiile libere ale unui corp se amortizează cu timpul. Făcând abstracție de contribuția mediului înconjurător la atenuarea oscilațiilor cauzele ei rezidă din interiorul solidului și poartă numele de frecare internă. Absorbția sunetului în solide, amortizarea oscilațiilor libere ale unui pendul de torsiune se datoresc tot frecării interne [Aczel O., Bozan C., 1974].

În timpul amortizării oscilațiilor libere, energia macroscopică, mecanică se transformă treptat ea fiind preluată de către sisteme microscopice de atomi sau chiar de atomi izolați dând naștere la o cantitate echivalentă de căldură, procesele de frecare internă fiind deci ireversibile.

Deși fenomenul de frecare internă la metale este de mult timp cunoscut constituind preocuparea unor fizicieni celebri încă de secolul trecut (J. C. Maxwell, W. Thomson-Kelvin, ş.a.) un studiu sistematic al lui dar și cercetarea cauzelor nu au fost întreprinse decât în ultimele trei decenii. Interesul crescând pentru studiul frecării interne a metalelor are multiple aspecte, în tehnică de exemplu se urmăresc comportări extreme ale metalelor: frecare internă foarte mare (capacitate ridicată de disipare, amortizarea vibrațiilor și a sunetelor) sau foarte mică (clopote, elemente rezonatoare, etc.).

Capacitatea de amortizare, care constă de fapt în disiparea energiei mecanice în energie termică - căldură, nu este un comportament caracteristic doar aliajelor cu memoria formei, toate materialele prezentând această proprietate. Cu toate acestea aliajele cu memoria formei prezintă o capacitate de amortizare cu mult mai mare decât a materialelor metalice standard. Acest fapt este legat de numeroasele interfețe date de transformarea martensitică: cele dintre austenită și martensită, între grăunți sau cele dintre diferite variante de martensită cât și granițele dintre plăcile identice de martensită [Van Humbeeck J., 1996].

Recent eforturile cercetărilor s-au extins către utilizarea aliajelor cu memoria formei în controlul și îmbunătățirea calității construcțiilor civile. Astfel proprietățile unice ale aliajelor cu memoria formei pot fi folosite în obținerea actuatorilor, disipatorilor de energie pasivi și a amortizoarelor pentru clădirile civile. Modele constructive pentru aplicațiile acestor materiale sunt separate de tipul de acțiune pe care o realizează, în acest sens, avem aliaje pentru obținerea de controlere pasive, semi-active sau active pentru structurile civile.

Integrate în structuri civile, aliajele cu memoria formei pot fi utilizate ca și componente pasive, semi-active sau active pentru a reduce efectele provocate de mediul înconjurător, cum ar fi cutremurele. La momentul actual majoritatea cercetărilor sunt încă la nivel de laborator doar o mică parte din aceste aplicații fiind implementate în practică.

CAPITOLUL I. STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR ÎN DOMENIUL ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI ȘI A CAPACITĂȚII DE DISIPARE A ENERGIEI MATERIALELOR METALICE

I.1 Clasificarea aliajelor cu memoria formei

Aliajele cu memoria formei (cu denumirea prescurtată AMF) au o serie de proprietăți mult deosebite față de materialele metalice obișnuite. Dintre acestea, caracteristică este capacitatea de a-și schimba forma geometrică la trecerea de la o temperatură scăzută la una

ridicată. În anumite condiții schimbarea de formă poate fi reversibilă, astfel încât materialul poate memora două forme geometrice respectiv atât forma de temperatură înaltă (forma caldă) cât și forma de temperatură joasă (forma rece) - aceste transformări se realizează ca urmare a unui efect de memoria formei (prin acest efect materialul poate executa și un lucru mecanic în timpul trecerii de la forma rece la forma caldă)[Stanciu S., ș.a., 2009a].

Nr. crt	Aliaje exotice	Aliaje nobile	Aliaje feroase	Aliaje pe bază de Cu	Aliaje pe bază de Ni-Ti	Aliaje pe bază de Ni-Mn-Ga
1	Au-Cu-Al	Ti-Ta	Fe-Mn-Cr- Ni-Si	Cu-Zn-Al	Ni-Ti-Cr	Ni-Mn-Ga
2	Au-Cd	Ni-Ti-V	Fe-Cu-C	Cu-Al-Ag	Ni-Ti-Fe- Nd	Ni-Mn- Cu-GA
3	Ni-Mn-In	Ni-Ti-Pd	Fe-Mn	CU-Zn-Al- Zr	Ni-Ti-Hg	Ni-Mn- Ga-Ti
4	Co-Ni-Ga-Al	Ni-Ti-W	Ni-Fe-Ga-Ge	Cu-Al-Ni	Ni-Ti-Nb	
5	Co-Ni-Ga	Ni-Ti-Ta		Cu-Mn-Al		-
6	Co-Al		_	CU-Al-Be		
7				Cu-Mn-Al- Ni		

Tabel I.1 Clasificarea aliajelor cu memoria formei

Cu toate că aceste aliaje sunt cercetate la nivel fundamental de câteva zeci de ani și proprietățile lor sunt cunoscute în mare parte, interesul aplicativ nu s-a manifestat decât în țările puternic dezvoltate tehnologic, numărul brevetelor de invenție aplicate depășind 15000 [Fremand M., 1996]. Acest lucru se datorează atât dificultăților legate de obținere, cât și necesității folosirii unor laboratoare de studiu ultramoderne. În plus, proprietățile acestor aliaje depășesc încă posibilitățile de aplicare. O clasificare a materialelor metalice cu memoria formei poate fi realizată în funcție de elementele chimice pe care le posedă (tabel I.1).

I.2 Obținerea aliajelor cu memoria formei

Având în vedere complexitatea și particularitățile proceselor de obținere a aliajelor cu memoria formei, pentru studiul parametrilor de prelucrare metalurgică este necesară utilizarea unei game largi de metode de investigare ce implică utilizarea unor aparate și instalații specializate, precum și proiectarea și executarea unor dispozitive și instalații experimentale necesare simulării cât mai exacte a condițiilor reale de prelucrare metalurgică.

În funcție de faza tehnologică specifică procesului de obținere a A.M.F.- urilor s-a încercat să se determine modul și ponderea cu care diferiți factori influențează prelucrabilitatea metalurgică și implicit caracteristicile fizico-mecanice și cele de memorie ale aliajelor.

I.3 Proprietăți caracteristice aliajelor cu memoria formei

Aliajele cu memoria formei au drept caracteristică principală capacitatea de a-și schimba forma geometrică odată cu variația temperaturii. În anumite condiții schimbarea de formă poate fi reversibilă, astfel încât materialul poate memora două forme geometrice respectiv atât forma de la temperatura înaltă cât și forma de la temperatura joasă (forma rece).

Toate aceste transformări se realizează datorită efectului de memoria formei [Wayman C.M., ş.a., 1990].

Efectul de memoria formei stă și la baza realizării unui lucru mecanic în timpul schimbării formei materialului.

Memoria este o proprietate al cărei efect poate fi măsurat în funcție de domeniul utilizat (la calculator, memoria se măsoară în biți). Caracterizând memoria formei pentru materiale s-a considerat că putem să o măsurăm prin deformația relativă în procente care reprezintă diferența dintre deformația materialului între două limite de temperatură M_s și M_f (A_s și A_f).

I.4.1 Fenomenul de frecare internă la aliajele cu memoria formei

În ultima decadă specialiștii din domeniul materialelor inteligente, cu precădere cei ce studiază aliajele cu memoria formei au observat o nouă proprietate a acestora care nu a fost investigată sau aplicată până în aceste momente. Această proprietate, capacitatea de disipare a energiei mecanice, este denumită de specialiști și frecare internă mare. Aliajele cu memoria formei, în special cele pe bază de cupru prezintă o frecare internă ridicată, comparativ cu alte materiale metalice, mai ales în domeniul temperaturilor de transformare [Stanciu S., 2009a]. În continuare sunt prezentate câteva rezultate din studiile de actualitate realizate pe aliaje cu memoria formei cu privire la frecarea internă. Comportamentul frecării interne clasic este reprezentat printr-un vârf de frecare internă în același timp cu un minim al modulului de elasticitate care au loc în domeniul de temperatură de transformare de frecare internă în stare martensitică. Pentru un material care trece printr-o transformare de fază cu coexistența a două faze pe un anume domeniu de temperatură valoarea totală a vârfului de frecare internă rezultă din trei contribuții, după cum este prezentat în ecuația I.1 [Van Humbeeck J., (1996)].

 $IF_{tot}=IF_{tr}+IF_{PT}+IF_{int}$ (I.1) unde IF_{int} reprezintă partea intrinsecă de amortizare a două faze care coexistă, IF_{tr} este contribuția frecării interne de trecere, de tranziție, dintre faze și apare doar la variația temperaturii, fiind în legătură cu transformările cinetice, și IF_{PT} contribuția frecării interne diferită de cea datorată transformării de fază, caracteristic având faptul că nu depinde de temperatură și apare doar în timpul transformării structurale a aliajului.

Contribuția frecării interne de tranziție, IF_{tr} , are cel mai important aport la formarea vârfului ("peak-ului") de frecare internă pentru frecvențe joase (aprox. 1Hz). Această parte a frecării interne este dependentă de parametrii externi cum ar fi amplitudinea solicitării, frecvența și viteza de încălzire/răcire [Segu C., ș.a., 2004].

I.4.2 Efectele frecvenței, compoziției, a procentului de hidrogen și a densității de granițe asupra frecării interne la aliajele cu memoria formei

În urma unui studiu sistematic al frecării interne (FI) pe trei aliaje tip $Ti_{50}Ni_{50-x}$ Cu_x cu x=10,16,20 s-a analizat natura vârfului ("peak-ului") evident, dar și a altor vârfuri de FI ce apar pe un domeniu de temperatură stabilit [Koster W., ș.a., 1954]. Concluzionând, putem spune că frecarea internă a trei tipuri de aliaje cu memoria formei din sistemul Ti-Ni-Cu, tratate termic prin călire de punere în soluție, a fost sistematic studiată ca o funcție de frecvență (0,2-20Hz) și în general sub condiții de răcire-încălzire pas cu pas, iar rezultatele au arătat trei vârfuri de frecare internă pentru primele două aliaje de la temperatură înaltă la joasă [Fan G., 2006]. Primul vârf este vârful transient din timpul transformării B₂-B₁₉, iar al doilea este vârful extins care variază clar cu frecvența. Al treilea vârf, foarte mic de fapt, a fost pus pe seama transformării martensitice a precipitatelor $Ti_2(Ni,Cu)$ -H.

CAPITOLUL II. METODE ȘI ECHIPAMENTE DE INVESTIGARE A ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI

Aliajele cu memoria formei au proprietăți speciale datorate transformărilor, în special transformarea martensitică, pe care le suferă la modificarea temperaturii. Din această cauză există metode de investigare caracteristice care privesc proprietățile vizate, cum ar fi dilatometria, calorimetria, studiul comportamentului dinamic, conductivitatea etc., care se pot aplica utilizând echipamente specifice, de ultimă generație, dar trebuie urmărite și metodele clasice de investigare a unui material metalic cum ar fi microscopia (optică și electronică), analiza chimică (spectrometrie și analiză de raze x prin dispersia energiei), comportamentul la tragere etc., datorită comportamentului materialului în ansamblu, datorat interacțiunii tuturor acestor proprietăți. În continuare sunt prezentate câteva aspecte teoretice ale metodelor și echipamentelor folosite în analizele realizate în cadrul tezei de doctorat.

II.1 Studiul materialelor prin microscopie electronică – SEM

Deoarece la baza tuturor proprietăților materialelor metalice stă microstructura acestora, cunoștințele de microscopie sunt de nelipsit în analiza aliajelor cu memoria formei. Datorită necesității de puteri de mărire din ce în ce mai mari, s-a apelat la utilizarea unui microscop cu scanare de electroni, aflat în dotarea laboratoarelor Facultății de Știința și Ingineria Materialelor, în analiza aliajelor cu memoria formei investigate în teza de doctorat.

II.2 Studiul materialelor prin microanaliză chimică EDS

Microscopia electronică cu scanare (SEM), precum și micro analiza calitativă și cantitativă se poate realiza cu un sistem SEM-EDX model VEGA II LSH TESCAN. Microscopul electronic cu scanare de electroni are cuplat un detector EDX tip QUANTAX - Bruker. Microscopul este controlat integral prin computer si dispune de un flux de electroni generat de un filament din wolfram.

II.3 Studiul materialelor prin analiză chimică prin spectrometrie cu scânteie

Spectometru Foundry Master – model 01J0013, Alimentare 220 VAC, 50/60 Hz, dimensiuni: 368 x 625 x 889 mm, P= 600 W lucru/500 W- standby, reductor de argon: 99,999 % puritate, sistem optic, pompă vid,software,internet.

II.4 Echipament pentru încercarea la tracțiune

Maşina pentru încercarea la tracțiune / compresiune INSTRON 3382 USA Capacitate de încărcare 100 kN, viteza maximă: 500 mm/min, viteza minimă: 5x10⁻³ mm/min, forța maximă la viteza maximă: 50 kN, viteza maximă la forță maximă: 250 mm/min, viteza de revenire: 600 mm/min, Bluehill® Lite Software, incinta climatică INSTRON -70°C ... + 350°C, dispozitiv de flexiune INSTRON în 3 puncte, 100kN, dispozitiv de compresiune [http://www.instron.us].

II.5 Analiza conductivității termice a materialelor

Conductivitatea termică este mărimea fizică prin care se caracterizează capacitatea unui material de a transmite căldura atunci când este supus unei diferențe de temperatură.

În general, materialele cu conductivitate termică mare au în același timp și o conductivitatea electrică mare, și invers. De exemplu, metalele, buni conductori de electricitate sunt și buni conductori termici, iar sticla, materialele plastice, gazele conduc foarte puțin atât căldura cât și electricitatea.

II.6 Analiza dilatometrică a materialelor

Dilatarea corpurilor: fenomenul de creștere a dimensiunilor corpurilor la încălzire este numit dilatare termică. Dacă se consideră creșterea unei singure dimensiuni a corpului se vorbește despre dilatare liniară caracterizată prin coeficientul de dilatare liniară.

II.7 Analiza calorimetrică a materialelor utilizând un echipament D.S.C.

Deoarece cantitatea de căldură pe care o poate primi sau ceda un corp este o formă de energie, ca unitate pentru măsurarea ei în sistemul internațional [SI] se folosește joulul. Cantitatea de căldură de 1 joule este echivalentă cu lucrul mecanic efectuat de 1 newton pe distanța de 1 metru, adică $1J = 1N \times 1m$.

II.8 Echipament de investigare a frecării interne tip: Dynamic mechanic Analyzer - DMA 242

Analiza mecanicii dinamice (ADM) oferă informații despre proprietățile mecanice ale unei mostre aflate într-o oscilație minoră, de obicei sinusoidală, în funcție de timp și temperatură, supunându-se unei mici forțe oscilatoare, de obicei sinusoidale.

CAPITOLUL III. INVESTIGAREA MATERIALELOR UTILIZATE ÎN TEZĂ

Materialele cu memoria formei analizate în literatura de specialitate sunt diverse și caracteristice aplicațiilor propuse [Bujoreanu L.G., 2002]. În investigarea fenomenului de frecare internă a unor materiale cu memoria formei s-a optat pentru o serie de aliaje, pe bază de cupru, în vederea valorificării proprietăților materialelor metalice în același timp.

III.1 Turnarea aliajelor cu memoria formei pe bază de cupru

Deoarece studiul se bazează pe aliaje cu memoria formei din sistemul cupru-aluminiu este important să fie prezentată tehnologia de obținere a acestora prin turnare clasică. Materialele cu memoria formei investigate sunt obținute la Facultatea de Știința și Ingineria Materialelor din Iași în laboratoarele proprii de obținere a aliajelor neferoase. Aliajele cu memoria formei Cu-Zn-Al sunt aliaje ce derivă din alamele obișnuite. Compoziția chimică a AMF-urilor Cu-Zn-Al se stabilește ținând seama de diagrama de echilibru și de variația punctelor critice cu concentrația elementelor de aliere.

III.2 Analiza chimică prin spectrometrie optică cu scânteie

Aliajele investigate în teza de doctorat au fost inițial analizate prin spectroscopie cu scânteie pentru a li se determina compoziția chimică. Echipamentul are în funcție de bazele pe care le deține câteva încercări acreditate acestea ar fi analiza spectrochimică a oțelurilor slab aliate; analiza spectrochimică a aliajelor cu baza Ni;- analiza spectrochimică a aliajelor cu baza Cu; analiza spectrochimică a aliajelor cu baza Al;- analiza spectrochimică a aliajelor cu baza Ti [http://www.oxford-instruments.com]. Din cele patru aliaje investigate, cele care prezintă procente considerabile de elemente chimice diferite de cele de bază sunt aliajele CuZnAl 14 și CuMnAl, fapt care atrage atenția asupra lor, defectele punctiforme fiind o soluție pentru obținerea unui vârf de frecare internă.

Compozițiile chimice, prezentate în procente de masă, obținute sunt centralizate în tabelul III.1 [Cimpoeşu N., ş.a., 2008a], buletinele de analiză fiind prezentate în anexa I.

III.3 Analiza chimică prin difracție de raze X – EDAX

Datorită strânsei legături dintre compoziția chimică și mărimea frecării interne, s-au mai realizat și teste de analiză a aliajelor la diferite scări de mărire.

Analiza chimică realizată cu ajutorul acestui echipament are avantajul de a investiga arii reduse ca dimensiune, de la 1-2 mm la 1-10 μ m, rezultatele obținute fiind cu caracter parțial, referindu-se doar la zonele selectate și nu la material în totalitate.

III.3.1 Analiza aliajului experimental CuZnAl 01

Aliajul CuZnAl 01 este primul din aliajele cu memoria formei din setul propus spre realizare în vederea analizei fenomenului de frecare internă și a reprezentat o bază de pornire în studiile efectuate [Nejneru C., ș.a. 2009; Butnaciu D., 2009]. Aliajul este analizat din punct de vedere chimic în stare turnată și căruia i s-a aplicat un tratament termic de omogenizare prin încălzire la 700 °C, menținere 10 minute și răcire lentă cu cuptorul.



Figura III.1 Spectrul energiilor elementelor determinate în aliajul experimental CuZnAl 01 în stare turnată

În figura III.1 este prezentat spectrul energiilor elementelor chimice determinate, apariția a două peak-uri de energii fiind caracteristice tipurilor de legături pe care acestea le posedă.

Element	D.	Zn	A I	s ;	<u>е</u> ;	Pb	As	Ag	Mn	Fe	iz :	S:	ۍ ت	ບິ	Sn	Mg
chimic/aliaj	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
	75,5	18,3	6,07	0,02	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,025	0,015	0,003	0,001	0,015	0°00	0,001
C171 A1 01	75,3	18,4	6,05	0,02	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,023	0,015	0,003	0,001	0,015	0,010	0,001
	75,7	20,0	6,04	0,02	0,003	0,005	0,011	0,002	0,007	0,027	0,015	0,003	0,001	0,015	0 [°] 00	0,001
	75,5	18,2	6,05	0,02	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,025	0,015	0,003	0,001	0,015	0,01	0,001
	68,6	12,7	4,25	0,15	0,410	2,54	0,20	0,22	0,16	4,31	1,200	1,14	0,698	1,41	1,77	0,129
C17nA114	68,4	13,3	5,74	0,15	0,493	1,94	0,20	0,16	0,13	3,73	0,915	1,63	0,555	66'0	1,34	0,168
	67,5	13,8	4,55	0,15	0,368	2,61	0,19	0,21	0,146	4,11	1,230	1,30	0,689	1,27	1,59	0,134
	68,1	13,2	4,85	0,15	0,424	2,36	0,20	0,19	0,145	4,05	1,120	1,36	0,647	1,22	1,57	0,144
	75,5	18,3	6,07	0,002	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,03	0,005	0,003	0,001	0,015	0,01	0,001
Cu Zu Al	75,3	18,4	6,05	0,002	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,03	0,005	0,003	0,001	0,015	0,01	0,001
	75,7	18,0	6,04	0,002	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,02	0,005	0,003	0,001	0,015	0,01	0,001
15-1	75,5	18,2	6,05	0,002	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,03	0,005	0,003	0,001	0,015	0,01	0,001
CuZnAl	75,3	18,3	6,04	0,002	0,003	0,005	0,011	0,002	0,007	0,028	0,005	0,026	0,001	0,015	0,010	0,001
15.7	75,3	18,5	5,97	0,003	0,003	0,005	0,012	0,002	0,007	0,028	0,005	0,031	0,001	0,015	0,011	0,001
10-1	75,3	18,5	5,97	0,002	0,003	0,005	0,011	0,003	0,008	0,025	0,005	0,024	0,001	0,015	0 [°] 00	0,001
	75,3	18,5	6,00	0,002	0,003	0,005	0,011	0,002	0,007	0,027	0,005	0,027	0,001	0,015	0,010	0,001
	86,1	0,0075	8,30	0,015	0,003	0,008	0,017	0,002	4,8	0,51	0,005	0,082	0'0	0,01	0,013	0,005
CuMmAL 01	85,1	0,0075	9,32	0,015	0,003	0,007	0,017	0,002	4,8	0,50	0,005	0,084	0,06	0,01	0,012	0,005
	85,3	0,0155	9,08	0,015	0,003	0,012	0,017	0,002	4,8	0,51	0,005	0,082	0,06	0,01	0,013	0,005
	85,5	0,0075	8,90	0,015	0,003	0,009	0,017	0,002	4,8	0,51	0,005	0,083	0,06	0,01	0,013	0,005

Tabel III.1 Compozițiile chimice ale aliajelor investigate în teza de doctorat determinate cu ajutorul unui echipament Foundry Master

Analiza chimică, calitativă și cantitativă a aliajului este prezentată în tabelul III.2, alături de celelalte date înregistrate cum sunt numărul atomic a elementelor, seria de electroni analizată sau eroarea maximă înregistrată pentru aceste elemente.

Tabel III.2 Analiza chimică a aliajului CuZnAl 01

AN	series	Net	[wt.%]	[norm.	[norm.	Error in
				wt.%]	at.%]	%
6	K-series	1605	3,310917	0,308415	14,12143	0,68667
8	K-series	602	1,624274	0,623046	5,20074	0,45232
13	K-series	6295	5,340992	6,336956	10,14063	0,311646
29	K-series	148903	68,90522	73,85314	55,54865	1,734839
30	K-series	34203	18,13487	18,12117	14,20734	0,480848
73	L-series	4061	2,759362	0,757276	0,781204	0,367411
		Sum:	100,0756	100	100	
	AN 6 8 13 29 30 73	ANseries6K-series8K-series13K-series29K-series30K-series73L-series	AN series Net 6 K-series 1605 8 K-series 602 13 K-series 6295 29 K-series 148903 30 K-series 34203 73 L-series 4061 Sum: Sum: Sum:	ANseriesNet[wt.%]6K-series16053,3109178K-series6021,62427413K-series62955,34099229K-series14890368,9052230K-series3420318,1348773L-series40612,759362Sum:100,0756	AN series Net [wt.%] [norm. wt.%] 6 K-series 1605 3,310917 0,308415 8 K-series 602 1,624274 0,623046 13 K-series 6295 5,340992 6,336956 29 K-series 148903 68,90522 73,85314 30 K-series 34203 18,13487 18,12117 73 L-series 4061 2,759362 0,757276 Sum: 100,0756 100	AN series Net [wt.%] [norm. wt.%] [norm. at.%] 6 K-series 1605 3,310917 0,308415 14,12143 8 K-series 602 1,624274 0,623046 5,20074 13 K-series 6295 5,340992 6,336956 10,14063 29 K-series 148903 68,90522 73,85314 55,54865 30 K-series 34203 18,13487 18,12117 14,20734 73 L-series 4061 2,759362 0,757276 0,781204 Sum: 100,0756 100 100

III.3.2 Analiza aliajului experimental CuZnAl 14

Aliajul CuZnAl 14 a fost propus și obținut cu un scop precis de a conține și alte elemente de aliere, pe lângă elementele de bază. Este cunoscut din literatura de specialitate [Hsieh S.H., ş.a., 2005; Mallik U.S., 2008] dependența capacității de disipare a aliajelor de numărul de elemente de aliere, proporții mici de elemente, care, deși nu influențează efectul de memoria formei, ajută la disiparea energiei mecanice în energie termică crescând numărul de centre de disipare. Analiza aliajului s-a realizat pentru două stări ale acestuia, turnată și deformată, în vederea stabilirii variației compoziției chimice în timpul procesului de deformare. Din analiza aliajului în stare turnată, se observă apariția unor elemente chimice, în proporții reduse, pe lângă materialele de bază cum ar fi plumb, nichel, cobalt sau fier [Nejneru C., ş.a., 2009a].

Distribuția elementelor pe o linie s-a realizat pe distanța de 600 µm și cuprinde mai mulți grăunți și mai multe granițe dintre aceștia. Rezultatele obținute relevă o omogenitate a aliajului cu mici variații pe limitele dintre grăunți, neliniarități ce duc la modificarea comportamentului din punct de vedere al capacității de disipare.



Figura III.2 Distribuția elementelor de bază a aliajului CuZnAl 14 în stare turnatăa) micrografia zonei analizate b) distribuția calitativă și cantitativă a elementelor analizate

La analiza distribuției elementelor principale prin modul Mapare sunt puse în evidență elementele de aliere determinate prin analiză cantitativă EDX, și anume multitudinea de puncte negre de pe imaginile de distribuție ce par să urmărească limitele dintre grăunți.

III.3.3 Analiza aliajului experimental CuZnAl 15

Un alt aliaj, din sistemul cupru-zinc-aluminiu, notat cu 15 a fost analizat în teză motiv pentru care a fost studiat și prin microanaliza chimică.

În tabelul III.3 sunt prezentate proporțiile de masă și atomice ale elementelor componente aliajului CuZnAl 15 și erorile posibile aferente calculate prin modul matematic ZBF.

Tabel III.3	Analiza	chimică d	ı aliaiului	CuZnAl 15
10000 111.0	111100000000000000000000000000000000000	011111100010		CULLINIT IC

Element	AN	series	Net	[wt.%]	[norm.	[norm.	Error in
					wt.%]	at.%]	%
Cupru	29	K-series	74448	69,62894	73,95523	68,64632	1,752002
Zinc	30	K-series	17392	18,75784	19,92333	17,97161	0,507781
Aluminiu	13	K-series	3323	5,763342	6,121439	13,38207	0,350657
			Sum:	94,15012	100	100	

III.3.4 Analiza aliajului experimental CuMnAl

Aliajele Cu-Al-Mn suferă o transformare martensitică indusă termic asemănătoare cu cea din Cu-Al-Ni, însă frecarea internă este mult mai mare [Xu H.M., ş.a., 1990]. Aliajul cu memoria formei CuMnAl prezintă o structură și o compoziție chimică omogenă, fiind însă un material care se comportă deosebit în urma tratamentelor termo-mecanice speciale, cum ar fi tracțiunea sau torsiunea acestora comportament urmărit și analizat în capitolul IV al tezei de doctorat.



Figura III.3 Maparea elementelor componente ale aliajului cu memoria formei a) microscopia zonei investigate; b) distribuția tuturor elementelor; c) distribuția cuprului;d) distribuția manganului; e) distribuția aluminiului

aT a	3	702	34	471	314	171	932	275	307	425			аТ		163	702	34	471	314	171	932	275	307	325
Delt	0.246	0,245	0,245	0,244	0,242	0,245	0,242	0,243	0,239	0,162			Delt	ပ္	0,236	0,255	0,235	0,244	0,242	0,245	0,262	0,243	0,239	0,162
cu memo T0 (°C)	18.9429	18,98393	18,9086	18,87282	18,88837	18,88137	19,04996	18,76061	18,78723	20,52169		1114	T0 (°C)		18,8429	18,78393	18,5086	18,67282	18,78837	18,48137	19,34996	18,56061	18,87716	19,94167
talic, aliaj Ambient ,°C	18.34314	18,51145	18,29252	18,18066	18,16663	18,0558	18,56276	17,9908	18,01064	19,42069		ormei CuZnA	Ambient	(ບ ູ)	18,34314	18,51145	18,29252	18,18066	18,16663	18,0558	18,56276	17,9908	18,01064	19,42069
aterial me DeltaV /m//	2.31576	2,310991	2,30813	2,300262	2,279997	2,307177	2,284765	2,289534	2,252102	1,526117		u memoria fo	DeltaV	(mV)	2,31586	2,310971	2,31813	2,302262	2,269997	2,347178	2,285767	2,289510	2,452103	1,526127
VMax	2739.565	2739,435	2739,37	2739,389	2739,532	2739,858	2739,813	2738,938	2739,047	2750,244		etalic, aliaj c	VMax	(mV)	2739,665	2739,485	2739,379	2739,378	2739,692	2739,758	2739,413	2738,398	2739,029	2750,347
vo (mV)	2737.249	2737,124	2737,062	2737,089	2737,252	2737,551	2737,528	2736,649	2736,795	2748,718		ui material m	V0 (mV)		2736,249	2736,124	2735,062	2736,089	2739,252	2737,551	2737,528	2737,649	2737,795	2739,718
naucuvua istivitate	7975588	17921288	8152971	07748315	07841477	07604072	97332454	38163342	38052895	8457253	1	rmică aun	istivitate	ermică	9975567	38921245	38452971	07548315	37641477	07604072	07342454	98263342	38252895	38557253
Rez	0.99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99		itate te	Rez	Ę	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99	0,99
1/m	258.1334	258,7469	258,8513	260,2047	261,1895	261,5333	262,4113	263,48	266,246	415,7768		le conductiv	1/m		258,1334	258,7469	258,8513	260,2047	261,1895	261,5333	262,4114	263,4792	266,2476	415,6968
tivitatea		. —		-	G	ლ	<u>о</u>		റ	4		oeficienți a	tivitatea	(W/mK)	e	-		റ	م	e	െ		2	4
Conduc termică	13.2303	13,2832	13,2944	13,4155	13,5031	13,5347	13,6083	13,7087	13,9555	28,6365	2	icipalilor c	Conduc	termică	13,2345	13,2822	13,2938	13,4154	13,5030	13,5347	13,6083	13,6027	13,9556	28,6365
Efusivitate	6647.9	6662,115	6665,119	6697,573	6720,993	6729,414	6749,035	6775,69	6840,988	10086		erminarea prin	Efusivitate	(Ws ^{1/2} /m ² K)	6652,9	6647,115	6670,119	6685,573	6735,344	6732,414	6649,035	6575,69	6740,988	10007
AI 01	TC92	TC92	TC92		I.9 Dete		sor	TC92																
CuZn.	80	თ	~	9	ي	4	6	ო	2	-	-	Tabel II		Sen	∞	თ	-	9	ي	4	9	ო	~	

Cercetări asupra proprietăților de frecare internă a unor aliaje metalice cu memoria formei

Determinările de compoziție chimică, distribuțiile de elemente cât și compozițiile chimice în anumite puncte participă la buna înțelegere a comportamentului acestor aliaje și în special a manifestării frecării interne.

III.4 Conductivitatea materialelor investigate în teza de doctorat

Conductivitatea a fost determinată cu ajutorul unui echipament TCi aflat în dotarea laboratoarelor Facultății de Știința și Ingineria Materialelor Iași.

Aliajele investigate în teza de doctorat (CuZnAl 01, CuZnAl 14, CuZnAl 15 și CuMnAl) au fost investigate cu privire la proprietățile lor de conductivitate termică datorită multitudinii de aplicații practice a acestor aliaje și datorită faptului că mecanismele lor sunt acționate termic. Deși, comparativ cu metalele pure cu coeficienți de conducție foarte ridicați, aceste aliaje au un coeficient redus, aproximativ 13,5 [W/mK] pentru CuZnAl și 22 [W/mK] pentru CuMnAl, ele sunt considerate bune materiale pentru aplicații electrice.

CAPITOLUL IV. CONTRIBUȚII EXPERIMENTALE ÎN ANALIZA ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI PE BAZĂ DE CUPRU DIN PUNCT DE VEDERE AL FRECĂRII INTERNE

IV.1 Analiza microstructurală și termică a aliajelor cu memoria formei investigate în teza de doctorat

Aliajele analizate în cadrul tezei de doctorat și prezentate din punct de vedere al unor proprietăți, cum ar fi compoziția chimică, conductivitatea sau omogenitatea, în capitolul anterior, au fost investigate în continuare, sub trei forme ale acestora: turnată și omogenizată, deformată și călită și sub formă de probă trasă după laminare din punct de vedere termic, la varierea temperaturii și a gradului de deformare aplicat.

Materialele au fost analizate prin microscopie electronică (SEM), dilatometrie (DIL), calorimetrie cu scanare diferențială (DSC) și prin analiza comportamentului mecanicodinamic (DMA).

Prin microscopie electronică s-a urmărit variația de structură a aliajului pentru diferite stări de deformare, dimensiunea fizică a grăunților și variantelor de martensită care se formează, caracteristici ce influențează proprietatea de frecare internă a unui material.

Prin dilatometrie se stabilește domeniul de temperaturi de transformare în stare solidă ce se manifestă în aliajele cu memoria formei, arie în care conform [De Jonghe, 1975] vom obține valori mai ridicate, apariția unor vârfuri, ale frecării interne. Cunoașterea domeniilor de transformare ce apar într-un aliaj cu memoria formei are o mare importanță în primul rând pentru aplicațiile în care pot fi folosite aceste materiale dar și pentru acest studiu în vederea concentrării asupra domeniilor de investigare a vârfurilor de frecare internă.

Prin calorimetrie diferențială se determină cu precizie punctele de transformare, temperaturile de început și sfârșit de transformare martensitică, pe domeniul determinat cu ajutorul dilatometriei. Este urmărită de asemenea și deplasarea domeniului de temperaturi de transformare, implicit apariția vârfului de frecare internă, cu modificarea stării materialului de la turnată la deformată și trasă (tracțiune). Prin analiza comportamentului dinamic a materialului s-a urmărit cu exactitate evoluția frecării interne, a modulului de elasticitate dinamic cât și a modulului de elasticitate static cu variația temperaturii.

Tratamentul termic de omogenizare aplicat probelor turnate a urmărit, pe lângă uniformizarea compoziției chimice și obținerea unor structuri martensitice moi, impuse de necesitatea imprimării formei reci. Prin urmare, după încălzire la 800°C și menținere timp de 6 h, s-a aplicat o răcire în apă, în scopul limitării formării fazei γ_2 fragilă și obținerii unui material cu o plasticitate îmbunătățită [Rios-Jara D., Guenin G., (1987); Rios-Jara D.,

Guenin G., (1987a)]. Acest lucru este esențial pentru imprimarea formei. În plus prin aplicarea tratamentului termic primar, probele turnate din aliajele experimentale au fost aduse toate în aceeași stare inițială.

Parametrii tehnologici ai tratamentelor termice primare aplicate aliajelor cu memorie depind de tipul și compoziția aliajului. În tabelul IV.1 sunt prezentați parametrii principali ai tratamentului termic primar la câteva aliaje cu memoria formei reprezentative [Stanciu S., 2009b]. Tratamentele termice secundare sunt incluse în cadrul prelucrărilor termomecanice de obținere a formei și de inducere a efectului de memorie în dublu sens [Miyazaki S., ș.a., 1986].

Nr. crt.	Aliajul	Temperatura de menținere, °C	Timpul de menținere, h.	Modul de răcire	Referință bibliografică
1.	Cu-13,7%Al- 4,0%-Ni	1000	24	-răcire lentă odată cu cuptorul	[Ienciu M., ş.a., 1985; Kato H., 1994]
2.	Cu-14,6Zn- 6,1Al (%at.)	850	0,3	-răcire în apă cu gheață	[Patoor E., ş.a., 1987]
3.	Ti-49,2% at. Ni	1000	1	-răcire în apă cu gheață	[Călugăru G., ş.a., 1995; Bujoreanu L.G., 1997]
4.	Fe-30%Mn- 4%Si	1000	1	-răcire în ulei siliconic la 100°C cu revenire la 200°C	[Bujoreanu L.G., 1997]

Tabelul IV.1 Parametrii tratamentului termic primar la unele A.M.F-uri reprezentative

Tratamentele termice necesare au fost aplicate într-un cuptor electric LBS 6/04 (cu rezistențe electrice în tuburi QUARTZ) aflat în dotarea laboratoarelor de la facultatea de Știința și Ingineria Materialelor Iași. În continuare sunt prezentate rezultatele testelor reprezentative realizate pe aliajele investigate în teza de doctorat.

IV.1.1 Analiza microstructurală, dilatometrică, calorimetrică și a comportamentului mecanic-dinamic a aliajului cu memoria formei CuZnAl14

În prima parte a studiului sunt prezentate rezultatele obținute pe aliajul Cu-Zn-Al 14, în faza de analiză în forma turnată și tratată prin omogenizare. Tratamentul de omogenizare sa realizat prin încălzirea probei la 700°C, menținere 4 ore și răcire în apă. Recent Koeda și alții au investigat proprietățile de amortizare ale aliajului cu memoria formei CuZnAl și au raportat un nivel ridicat de amortizare a acestora [Koeda N., ş.a., 2005].

Formarea martensitei are loc pornind din fază β monocristalină prin transformarea de fază ce produce un număr de domenii martensitice, fiecare cu indici diferiți ai planelor habitale, dar echivalenți cristalografic, domenii care vor apărea distribuite în toată proba [Patoor E., Berveiller M., 1994; Shen HM, ş.a., 1996]. Aceste domenii martensitice sunt numite "variante" iar la o serie de aliaje în fază β normalele la planul habital sunt grupate simetric în general în jurul polilor $\{110\}_{\beta}$ [Otsuka K., ş.a., 1979; Zhu W.J., ş.a., 1985], formând 4 variante care se dezvoltă într-un grup autoacomodant [Patoor E., Berveiller M., 1994]. În acest sens se pot forma şase astfel de grupuri de câte 4 variante de plăci de martensită, fiecare grup corespunzând câte unei familii de plane compacte ale fazei mamă β [Adachi K., ş.a., 1986; Saburi T., ş.a., 1980]. Diferite grupări posibile între variantele de martensită au configurații tipice pe probe pregătite metalografic fapt ce a permis stabilirea unei clasificări morfologice [Patoor E., Berveiller M., 1994].

În figura IV.1 sunt prezentate microscopiile aliajului, la diferite scări de mărire 500x, 1000x respectiv 5000x, în care se observă variantele de martensită care apar în urma tratamentului aplicat.



Figura IV.1 Microscopii SEM ale aliajului cu memoria formei CuZnAl14 în formă turnată și omogenizată, putere de mărire a) 500x, b) 1000x și c) 5000x.

Caracterizarea microstructurală a aliajului în această stare se referă la grăunții relativ mari, cu lungimi în medie de 448,6 µm și lățimi de 202,7 µm, mediere realizată prin măsurarea a 50 de grăunți, cu dispunerea variantelor de martensită în diferite direcții, determinate în special de orientarea grăunților în care se găsesc [Nejneru C., s.a., 2009c]. Dimensionarea grăunților s-a realizat prin folosirea soft-ului specializat VegaTC aflat în dotarea microscopului cu scanare de electroni (SEM) iar rezultatele sunt date de ordinul zecilor de nanometri. În scopul urmăririi evoluției dimensiunilor variantelor de martensită care caracterizează microstructura aliajelor cu memoria formei s-a realizat și dimensionarea acestora, în stare turnată acestea având o medie (mediere realizată pe 50 de grăunți și aproximativ 100 de variante de martensită) de 3,5 µm. Pentru stabilirea domeniului de temperaturi de transformare s-a realizat dilatograma materialului, prezentată în figura IV.2, prin încălzirea pe un domeniu de temperaturi de la 32 la 640°C cu o viteză de încălzire de 5 K/min. Testul s-a realizat în atmosferă de heliu, He₅0, folosind un senzor de silica condensată. Forma probei a fost cilindrică cu dimensiunile diametru de 24,1 mm și lungimea de 25 mm [Cimpoeşu N., ş.a., 2008b]. În dilatograma din figura IV.2 sunt prezentate variațiile cu temperatura a coeficientului termic relativ de dilatare (dL/L₀) în % cu linie continuă, derivata în timp a coeficientului termic relativ de dilatare dL/dt în %/min, reprezentat cu culoarea albastră întrerupt și a coeficientului termic de dilatare reprezentat cu culoarea rosie.





Din diagramă se observă clar un domeniu de transformare în stare solidă, cuprins între temperaturile de 349 și 375°C, o variație mică în jurul temperaturii de 220°C și una în jurul temperaturii de 500°C ce merită atenția cercetărilor.

În continuare este prezentat rezultatul analizei calorimetrice a aliajului cu memoria formei CuZnAl14 în stare turnată și omogenizată, respectiv figura IV.3.





Proba investigată a avut o masă de 26,19 mg, testul s-a realizat în atmosferă de argon având încălzirea și răcirea pe intervalul 25-600°C realizându-se cu o viteză de 10 K/min. Pentru partea de încălzire, linie continuă groasă, se observă prezența a două vârfuri exoterme, primul la temperatura de 197,4°C iar al doilea la temperatura de 530,9°C cât și un vârf endoterm la temperatura de 407,8°C. În ceea ce privește rezultatele înregistrate la răcire, curba punctată, se observă un vârf endoterm la 407,8°C similar cu cel de la încălzire. În ceea ce privește energiile care marchează transformarea se observă, calculate pe diagramă prin intermediul soft-ului Proteus, valorile entalpiilor corespunzătoare vârfurilor de transformare și fiind de 4,03 și 23,5 j/g pentru vârfurile exoterme și de -13,6 j/g pentru vârful endoterm. În general, picurile endoterme apărute la încălzire corespund reversiei martensitei iar picurile exoterme de la răcire corespund transformării martensitice directe.

După analiza termo-structurală a aliajului CuZnAl14, în formă turnată și omogenizată, acesta a fost investigat cu ajutorul unui echipament de analiză a comportamentului dinamic – mecanic a materialului, DMA (Dynamic Mechanical Analyzer).



Testul realizat a vizat un domeniu de temperaturi de 500°C, urmărind conform dilatogramei prezentate în figura IV.2 domeniul de temperaturi în jur de 300°C. Diagrama care a rezultat în urma investigării variației frecării interne, reprezentată prin factorul de pierdere *tan* δ – variația acestuia fiind descrisă prin linia punctată de culoare albastră, cu temperatura este în figura IV.4.

Deoarece frecarea internă este intens influențată de gradul de deformare [Patoor E., ș.a., 1994] proba a fost analizată în continuare în stare deformată, rezultatele obținute pe o probă deformată prin forjare, încălzire la 750°C și deformare în aer și tratată prin încălzire la 800 °C, menținere 10 minute și răcire în apă.

Nr. crt.	Aliajul	Metoda de deformare plastică	Temperatura °C	Produs finit, dimensiuni	Referința bibliografică
1	Cu-Al-Ni	laminare la cald	900-950	tablă 3-2 mm	[Ienciu M., ş.a., 1985;]
		laminare la cald cu călire instantanee în apă.	800	lamelă 0,5mm	[Sugimoto K., ş.a., 1990]
2	Cu-Zn-Al	laminare la cald	800	tablă 1 mm	[Pelegrina I.L., 1988; Torra V., Tachoire M., 1990]
		tragere la rece cu recoaceri intermediare.	-	târmă ф 3	[Pyoung-Kil Y., ş.a., 1994]
		forjare la cald	800-870	-	[Matsumoto O., ş.a., 1987]
				bare φ8mm; φ 3 mm	[Melton K.N., 1990; Melton K.N., Mercier O., 1981]
3	Ti-Ni	laminare la cald	800-870	tablă 12mm; 2 mm	[Xu H., Muller I., Matsumoto O., ş.a., 1987]
				tablă 1÷0,5mm	[Torra V., Tachoire M., 1990, Miyazaki S., Wayman C.M., 1988]
		Tragere la rece cu recoaceri intermediare	-	sârmă ¢1 mm	[Moine P., ş.a., 1982]

Tabelul IV.2 Metode de deformare plastică aplicate pentru obținerea unor produse din AMF

Calitatea suprafețelor produselor deformate plastic influențează sensibil caracteristicile elementelor finite, cu memoria formei [Miyazaki S., ş.a., 1986]. În tabelul IV.2 sunt dați parametrii câtorva tehnologii de deformare plastică aplicate unor aliaje cu memoria formei [Stanciu S., 2009b].

Există și tehnologii neconvenționale de obținere a unor produse finite, fără deformare plastică, cum ar fi metoda "meltspinning" [Crăciunescu C.M., 1996; Eucken S., 1992], a cărei principiu a fost prezentat anterior. Lingourile de 50x5000 mm rezultate după înlăturarea rețelei de turnare a probelor brute au fost supuse forjării libere la cald pe un ciocan hidropneumatic. Materialul în stare deformată și tratată are prezentate microstructurile în figura IV.5. Din microstructurile materialului prezentate în figura IV.5 se observă o modificare a orientării grăunților urmată în mod normal de o modificare a dimensiunilor geometrice a variantelor de martensită pusă pe seama apariției martensitei induse prin tensiune împreună cu cea formată termic. S-au efectuat de asemenea măsurători ale dimensiunilor grăunților de pe suprafața, prin medierea a 50 de grăunți, și acesta prezintă valori relativ egale dimensional a grăunților raporate la cele din starea turnată și anume

584,24 μ m pe lungime și 185,66 μ m pe lățime și lățimi de 1,75 μ m în medie pentru variantele tip plăci de martensită formată.



Figura IV.5 Microstructuri SEM ale aliajului CuZnAl14 în stare deformată prin forjare și urmată de un tratament de călire de punere în soluție la diferite puteri de mărire a) 500x; b) 1000x și c) 5000x

Chiar dacă formarea martensitei are loc pornind din fază β monocristalină transformarea de fază produce un număr de domenii martensitice având fiecare indici diferiți ai planelor habitale, dar echivalenți cristalografic, domenii care vor apărea distribuite în toată proba [Patoor E., Berveiller M., 1994]. Diferite grupări posibile între variantele de martensită au configurații tipice pe probe pregătite metalografic fapt ce a permis stabilirea unei clasificări morfologice [Patoor E., Berveiller M., 1994].



Figura IV.6 Morfologii de aliaje cu memoria formei cu prezentarea diferitelor variante de martensită

În literatura de specialitate sunt schematizate tipurile de relief ale martensitei obținute într-un aliaj Cu-12,0%Al - 5,0%Ni - 3,0%Mn [Saburi T., ş.a., 1980, Patoor E., Berveiller M., 1994]. Microstructura aliajului prezintă diferite tipuri de relief caracteristice aliajelor în faza β [Stanciu S., 2009] tip zig-zag, vârf de săgeată sau plăci paralele ce sunt reprezentate în figura IV.6. Aliajul CuZnAl a apărut din necesitatea de a ridica punctele de transformare ale aliajului Cu-Zn prin adaos de aluminiu.

Plăcile de martensită din aliaj cu memoria formei pe bază de Cu-Zn-Al au o substructură cu defecte interne, create prin forfecarea plană invariantă, acomodarea plăcilor în matricea austenitică se face prin maclare, pentru a păstra coerența rețelei cristaline pe interfața austenită-martensită [Bujoreanu L.G., 2002]. Din această cauză se poate aprecia că maclele observate în microstructura acestor aliaje sunt de acomodare și nu de transformare. În plus, trebuie reținut că cca. 50 % din aceste macle sunt de tip II, ca și la aliajele cu memoria formei pe bază de Cu-Al-Ni [Adachi K., ș.a., 1986].

Din cauza acomodării prin maclare, martensita din AMF Cu-Zn-Al prezintă un relief superficial caracteristic. În micrografie se observă punctul de intersecție a limitelor dintre 3 grăunți. Plăcile primare de martensită s-au format pe toți grăunții în cazul a) și numai pe 2 grăunți în cazul b), crescând pe toată lungimea acestora, fără a putea traversa limita dintre ei [Bujoreanu L.G., 2002].



Figura IV.7 Structura aliajului cu memoria formei CuZnAl14 deformat și tratat la granițele dintre grăunți a) toți grăunții prezintă variante de martensită ce nu depășesc limitele acestora b) intersecție a trei grăunți în care doar doi prezintă plăci de martensită

Structura este vizibilă și la nivelul plăcilor secundare, după cum arată micrografiile electronice din figura IV.8, unde se prezintă o comparație între relieful caracteristic plăcilor primare – care străbat tot câmpul micrografiei cel al plăcilor secundare de martensită. Acestea din urmă sunt mai scurte și mai fine, deoarece nu au avut nici timp și nici spațiu pentru a crește la dimensiunile plăcilor principale, se observă că și plăcile secundare de martensită au relief propriu, foarte bine evidențiat, la puterea de mărire 5000:1.



Figura IV.8 Microstructura aliajului cu memoria formei CuZnAl14 deformat prin forjare și tratat la o putere de mărire de 5000x cu evidențierea plăcilor principale de martensită cât și a plăcilor secundare aflate în formare Cel mai evident efect al deformării în microstructură este apariția variantelor identice de martensită induse mecanic, acestea nuclează și cresc sub diferite tipuri de variante ca efect a tensiunii aplicate ajungând variante preferențiale. Cu alte cuvinte apariția plăcilor identice arată că reorientările plăcilor de martensită nu se fac la întâmplare în timpul deformației. Se poate constata faptul că dezvoltarea termoelastică a martensitei de formă platiformlenticulară este incomodată de limitele de grăunți, atunci când acestea sunt nefavorabil orientate.

În continuare s-a efectuat analiza termică a materialului din punct de vedere al evoluției dimensiunilor fizice ale acestuia prin dilatometrie. Rezultatul analizei dilatometrice este prezentat în figura IV.9, având exprimate variațiile cu temperatura a coeficientului termic relativ de dilatare (dL/L_0) în % cu linie continuă, derivata în timp a coeficientului termic relativ de dilatare dL/dt în %/min, reprezentat cu culoarea albastru întrerupt și a coeficientului termic termic de dilatare reprezentat cu culoarea roșie [Cimpoeșu N., 2009c].



Figura IV.9 Dilatograma caracteristică materialului CuZnAl14 în formă deformată și călită pentru punere în soluție pe un domeniu de temperaturi de la 32 la 640°C



Figura IV.10 Termograme DSC reduse ilustrând efectele ciclării termice asupra unui AMF CuZnAl14 laminat, la încălzire - răcire intre -50 – 200^oC

Testul de dilatometrie a avut loc în condiții similare cu cele utilizate în cazul materialului în stare turnată, prin încălzirea pe un domeniu de temperaturi de la 32 la 640°C cu o viteză de încălzire de 5 k/min, în atmosferă de heliu, He50, folosind un senzor de silica condensată. Forma probei a fost cilindrică cu dimensiunile diametru de 25,6 mm și lungimea

de 25 mm. Întrucât la începutul încălzirii se produce o puternică contracție, la cca. 100° C se poate estima că aceasta se datorează reversiei martensitei. În continuarea analizei comportamentului termic a materialului s-a realizat analiza DSC a acestuia pe un interval mai redus de temperaturi de la -50 la 200°C urmărind modificările care apar în jurul temperaturii aplicațiilor industriale. Verificarea comportamentului la ciclare termică s-a realizat prin intermediul analizei calorimetrice diferențiale cu baleiaj, efectuata cu un aparat DSC 204 F1 NETZSCH. Rezultatele aplicării a trei cicluri de încălzire - răcire, cu o viteza de 5 K/ min, unei probe din aliaj CuZnAl14 sunt sintetizate în figura IV.10. Se constată că la prima încălzire s-a produs o reacție endotermă la 78,9°C urmată de una exotermă, de slabă intensitate, la 119,1°C. Aceste două reacții pot fi asociate cu reversia martensitei (fără difuzie) și respectiv cu formarea, controlată prin difuzie, a unei faze de echilibru (care în general este α , o soluție solidă pe bază de Cu). La răcire se poate observa prezența unei reacții exoterme, la 108°C, care este asociată cu transformarea martensitică directă.

Reluarea încălzirii, de la -50° C, indică deplasarea spre valori mai ridicate a temperaturii de producere a transformării martensitice inverse. Aceasta a crescut de la 78,9°C la 126°C, valoare pe care o păstrează și în ciclul al treilea. Cauza acestei creșteri poate fi: (i) stabilizarea martensitei induse termic, în urma răcirii până la -50° C și (ii) creșterea conținutului de aluminiu al matricei (ca urmare a formării fazei α , bogată în cupru) care se îmbogățește simultan în zinc (care coboară temperaturile critice) și în aluminiu (care mărește temperaturile dar are un efect mult mai puternic decât zincul). Așadar, în urma ciclării termice din figura IV.10 a rezultat o transformare martensitică reversibilă, stabilizată, ale căror maxime de transformare, pentru încălzirea - răcirea cu 5 K/ min sunt M₅₀ = 126°C și A₅₀ = 105,2°C (indicele arătând atingerea maximului de intensitate al tranziției de fază în momentul consumării a 50 % din transformare.

După determinarea comportamentului termic a materialului investigat acesta a fost testat din punct de vedere dinamico-mecanic, cu ajutorul unui echipament DMA (Dynamic Mechanical Analyzer). Proba testată are dimensiunile 20x7,95x0,55 mm, încercarea s-a realizat pe un suport în trei puncte, datele au fost înregistrate din 0,5 în 0,5°C de la 32,7 la 302°C la o frecvență de 1 Hz.

Diagrama obținută, expusă în figura IV.11, prezintă variațiile cu temperatura a frecării interne, tand cu linie întreruptă albastră, a modulului de elasticitate de acumulare, E'cu linie continuă neagră și a modulului de atenuare E'' cu linie punctată de culoare roșie.



Figura IV.11 Diagrama de variație a frecării interne, a modulului de acumulare și a modulului de atenuare cu temperatura

Din diagramă se observă strânsa legătură între fluctuațiile frecării interne și cele ale modulului de elasticitate atât de acumulare care variază invers proporțional cât și de atenuare care variază proporțional cu aceasta, fapt care dovedește proveniența comună a factorilor care influențează aceste mărimi. Valoarea relativ scăzută a temperaturii, pentru temperaturi înalte, la care se găsește acest maxim de frecare internă în jur de 90 °C face posibilă aplicarea lui ca disipator de energie, în cazul în care se găsește și o soluție de îmbunătățire a acestei valori. Din microscopiile electronice realizate pe suprafețele prelucrate ale celor două forme a materialului, turnată și deformată, se observă o păstrare a dimensiunilor grăunților și o micșorare a dimensiunilor plăcilor de martensită principală fapt ce a influențat cu siguranță valoarea frecării interne în cele două cazuri. Astfel se poate afirma, păstrând o anumită limită, faptul că obținând o structură mai fină, mai multe limite de variante de martensită cu atât frecarea internă va crește.

Aliajul CuZnAl14 a fost analizat după ce acesta a fost tracționat 4% în stare laminată la cald a materialului. Deformarea materialului prin laminare s-a realizat pe un laminor experimental cu cuptor tubular cu bare de silită (max. 1000°C) cu moto-reductor de 0,8 kW, 37 rot/min.) prin reduceri succesive ale înălțimii active respectând parametrii de lucru. Rezultatul variației alungirii, % cu tensiunea aplicată, MPa este prezentat în figura IV.12. pentru diferite tratamente termice aplicate ulterior.



Figura IV.12 Apariția superelasticității sub forma palierelor pe porțiunea de descărcare observată pe curbele de tracțiune ale aliajului CuZnAl14 omogenizat, odată cu creșterea temperaturii de revenire

La aliajul CuZnAl14 superelasticitatea apare la creșterea temperaturii de revenire aplicată după omogenizare, după cum se observă din figura IV.12, în care sunt reprezentate curbele alungire, %, în funcție de tensiunea aplicată, MPa, dar și în funcție de temperatura tratamentului termic de revenire.

În figura IV.13 sunt prezentate microscopiile electronice ale probei tracționate, analiza a fost realizată imediat după încercare și fără pregătirea probei prin șlefuire și atac chimic. Martensita are o substructură fină în care se regăsesc în special dislocații și în mai mică măsură macle și defecte de împachetare. Studiind, cu difracție de electroni pe zonă selectată și microscopie electronică, structura cristalină a martensitei induse prin tensiune a fost identificată ca fiind de tip 18R (18 R₁) aceeași ca a martensitei β_1 ' formată termic în aliajul binar Cu-Al [Stanciu S., 2009].



Figura IV.13 Microstructuri SEM ale aliajului CuZnAl14 în stare tracționată la puteri diferite de mărire a) 500x b) 1000x și c) 5000x

Defectele de împachetare intervin în mod întâmplător în structura martensitei β_2 sau β_2 , la intervale mai mari decât parametrul c al celulei elementare a acesteia. Prin crearea defectelor de împachetare, se formează mici porțiuni (pe parcursul câtorva straturi atomice) caracterizate prin ordinea de împachetare 2H, care sunt intercalate între straturi atomice compacte cu ordine de împachetare 9R [Pelegrina J.L., ş.a., 1998]. Apariția defectelor de împachetare în planele de bază ale martensitei cauzează mici forfecări ale acestor plane [Adachi K., ş.a., 1988], prin cumularea cărora se produc rotații de 2-300, ale rețelei cristaline cu ordinea de împachetare 9R, mărimea rotației fiind în funcție de compoziția chimică [Delaey L. şi Warlimont H., 1975]. La baza creării defectelor de împachetare stau dislocațiile din matricea austenitică [Kajiwara S., Kikuci T., 1982]. Dislocațiile se pot forma în aliajele Cu-Zn-Al cu memoria formei în timpul: (i) transformării martensitice, (ii) deformării plastice a martensitei sau austenitei sau (iii) educării termomecanice, prin intermediul a două procese [Scarsbrook, G., Stobbs, W.M., 1987]:1) acomodarea plăcilor de martensită prin crearea de defecte de împachetare pe planele de contact dintre variantele de plăci de martensită termoelastică; 2) forfecarea martensitei β_2 sau β_2 .

Creșterea de volum specific, corespunzătoare acestei transformări martensitice indusă prin tensiune, dă naștere unei tensiuni de comprimare în capătul fisurii care se propagă. În urma acestei interacțiuni, propagarea fisurii este încetinită sau chiar blocată. Principalul avantaj al durificării prin transformare, în contrast cu durificarea prin micro-fisurare, constă în păstrarea rezistenței mecanice și modulului de elasticitate la valori acceptabile. Prin deformare apare reorientarea martensitei și plăcile de martensită se re-aranjează pentru a ajunge paralele între ele. Efectul asupra grăunților cu orientări cristalografice diferite a tensiunii aplicate este de încurajare a reorientării și a creșterii variantelor de martensită. Diferitele plăci de martensită se orientează în cele mai multe cazuri în funcție de direcția tensiunii aplicate. În acest sens cu cât suma deformațiilor crește dislocațiile apar mai frecvent pentru a usura acomodarea și transmiterea deformației. Apariția și înmulțirea dislocațiilor favorizează creșterea capacității de disipare a energiei mecanice introduse în energie termică. Analiza materialului s-a realizat în continuare prin studiul calorimetric (analiză DSC), rezultatele analizei fiind prezentate în diagramele din figura IV.14, IV.15 și IV.16. Au fost realizate două analize calorimetrice pe aceeasi probă de material, pe rând, una până la 200°C fără modificarea efectului de memoria formei și una până la 600°C echivalentă cu un tratament termic de recristalizare prin răcirea controlată aplicată. În figura IV.14 sunt prezentate prin suprapunere ambele teste realizate cu evidențierea celor două transformări în stare solidă.



Figura IV.14 Calorimetrie cu scanare diferențială prin două cicluri de încălzire-răcire până la 200 respectiv 600°C

După cum se observă din rezultatele prezentate în diagramele specifice calorimetrice transformarea martensitică este complet reversibilă, se observă și la răcire (cu mutarea spre temperaturi mai joase de la vârful de 52,4°C la încălzire caracterizat de o entalpie de aproximativ 5,89 j/g la un vârf la 40,1°C de 5,826 j/g după cum se poate observa din diagrama calorimetrică din figura IV.15.

După cum se observă din rezultatele prezentate în diagramele specifice calorimetrice transformarea martensitică este complet reversibilă, se observă și la răcire (cu mutarea spre temperaturi mai joase de la vârful de 52,4°C la încălzire caracterizat de o entalpie de aproximativ 5,89 j/g la un vârf la 40,1°C de 5,826 j/g după cum se poate observa din diagrama calorimetrică din figura IV.15.



Figura IV.15 Calorimetrie cu scanare diferențială printr-un ciclu de încălzire-răcire până la 200°C

Este interesant de urmărit în continuare scăderea, mutarea intervalului de temperaturi de transformare spre stânga față de rezultatele obținute pe proba deformată dar fără tracțiune. În acest sens temperaturile de transformare au scăzut de la intervalul 66-96°C la aproximativ 50°C mult mai aproape de temperaturile aplicațiilor practice față de intervalele de temperaturi de transformare ale aceluiași material în stare turnată.

Obținând aceste valori este îndreptățit să urmărim apariția unui vârf de frecare internă în acest interval de temperaturi. Prin încălzirea materialului la temperatura de 200°C nu se pierde transformarea martensitică observându-se la răcire un vârf corespondent domeniului de temperaturi înregistrate la încălzire. La încălzire se observă că vârful de variație DSC nu are o creștere continuă aceasta fiind modificată prin îngustare în timp ce la răcire obținerea vârfului este fără variații [Achiței D.C., ș.a., 2009]. După încălzirea la 600°C transformarea martensitică aproape dispare complet, materialul suferind o recristalizare, fiind observat doar un mic efect exoterm în timpul ciclului de răcire.

În diagrama IV.16 se observă la încălzire trei vârfuri ale variației DSC, primul exoterm la 52,3°C, al doilea endoterm la 402,4°C și al treilea exoterm la 532,9°C acestea însă pierzându-și echivalența la răcire datorită transformărilor pe care le suferă materialul prin încălzirea la o temperatură înaltă conformă cu temperatura unui tratament de recristalizare. Din diagramele DSC obținute se poate concluziona că utilizarea materialului până la temperatura de 200°C nu afectează transformarea martensitică și nici în linii mari domeniul de temperaturi de transformare, în timp ce prin influența unei temperaturi mai ridicate, în jur de 600°C, materialul suferă o refacere a cristalelor prin recristalizare transformarea martensitică dispărând aproape complet.



Figura IV.16 Calorimetrie cu scanare diferențială printr-un ciclu de încălzire-răcire până la 600°C

Probe tracționate din aliaj cu memoria formei CuZnAl14 au fost investigate din punct de vedere al comportamentului mecanic-dinamic prin analize pe DMA (dynamic mechanical analyzer). Testele au fost efectuate pe probe dreptunghiulare de dimensiuni 30x10x0.5 mm prin încălzirea la 200°C în prima fază și apoi prin încălzirea la 600°C și au fost realizate câte două cicluri de încălzire în vederea analizei comportamentului vârfului de frecare internă. A fost înregistrată variația frecării interne atât la încălzire cât și la răcire. În diagrama prezentată în figura IV.17 se observă vârfurile de frecare internă care apar cu variația temperaturii pe un interval de la -50 la 200°C. Datorită analizelor termice realizate anterior și stabilirea domeniului temperaturilor de transformare vârfurile de frecare interne erau prognozate în jurul temperaturii de 50°C. Sigurul vârf de frecare internă care a apărut în cazul aliajului cu memoria formei deformat și tracționat este la 58,4°C cu o valoare de 0,1, acesta fiind un vârf cu manifestare complexă și destul de larg cu o creștere a frecării interne încă de la temperatura de 40°C ajungând la un prim vârf de 0,08 la 50°C și apoi la cel prezentat anterior. Acest lucru s-a observat și din comportamentul variației DSC care la încălzire nu s-a modificat uniform ci în două etape de stabilizare.

În același timp cu obținerea vârfului de frecare internă, la încălzire, se observă o scădere majoră a modulului de înmagazinare (acumulare E') de la 45 000 MPa la aproximativ 2000 MPa la o temperatură, situată între cele două părți ale vârfului, de 54,8°C. Pentru ciclul de răcire se observă, asemănător cu situația diagramelor calorimetrice, o deplasare a vârfului de frecare internă spre stânga atingând la temperatura de 33,4°C o valoare de 0,13. Vârful la răcire nu mai este la fel de larg cu cel de la încălzire dar cu o valoare mai ridicată a capacității de amortizare. În ceea ce privește modulul de înmagazinare acesta scade mai puțin decât la încălzire până la o valoare de 28 000 MPa la o temperatură apropiată de cea la care s-a înregistrat vârful de disipare la răcire și anume 35,6°C.



Figura IV.17 Diagramă de variație a frecării interne tand și a modulului de înmagazinare E' cu temperatura pentru aliajul cu memoria formei CuZnAl14 pentru două cicluri de încălzire și un ciclu de răcire



Figura IV.18 Diagramă de variație a frecării interne tand și a modulului de înmagazinare E' cu temperatura pentru aliajul cu memoria formei CuZnAl14 pentru două cicluri de încălzire

În vederea determinării comportamentului materialului s-a realizat și al doilea ciclu de încălzire în aceleași condiții de lucru, reprezentat prin culoarea roșie pe diagramă. La a doua încălzire se observă apariția unui vârf de frecare internă la temperatura de 60,5°C cu o valoare ridicată de 0,151. Acesta este mai îngust decât vârful obținut la prima încălzire și se găsește la respectiv 2°C mai sus. Este precedat, ca și în celelalte cazuri, de o scădere a

modulului de înmagazinare de la 45 000 la 29000 MPa la o diferență de temperatură de 0,4°C [Cimpoeşu N., ş.a., 2008c].

În figura IV.18 aceeași probă este supusă la alte teste de analiză a variației frecării interne cu temperatura prin încălzire la 600°C pentru analiza stabilității materialului și investigarea celorlalte zone de temperatură ce au prezentat pe diagramele DSC modificări și anume în jurul temperaturilor de 400°C și 550°C. Au fost realizate două cicluri de încălzire ambele prezentând inițial vârfuri de frecare internă la 60,2 respectiv 60,9°C cu valori apropiate de 0,151 respectiv 0,150 precedate de scăderi proporționale ale modulelor de înmagazinare la 60,1 și respectiv 60,6°C , diferențele de valoare păstrându-se și în cazul modulelor de înmagazinare. Manifestarea similară a materialului la încălzirile doi respectiv trei arată o stabilizare a comportamentului variației frecării interne și a modulului de înmagazinare cu temperatura obținându-se și o valoare ridicată a frecării interne în același timp.

În continuare frecarea internă scade cu încălzirea peste 100°C sub valoarea de 0,025, comportament similar cu cel de la temperatura camerei sau sub temperatura camerei, testele realizându-se pe intervalul -50 la 550°C. În jurul temperaturii de 350°C se observă o creștere mare a modulului de înmagazinare cu un vârf la temperatura de 386,6°C de 71000 MPa urmată de o scădere relativ lentă a acestuia până la valoarea de 43 000 MPa la o temperatură de 524,9°C și o scădere bruscă până aproape de 10 000 MPa la 550°C. Valoarea mare a frecării interne la temperatura de 528°C se datorează în primul rând creșterii mobilității granițelor dintre grăunți și a dislocațiilor cu temperatura datorită agitației termice a rețelei cristaline.

În figura IV.19 a), b) și c) sunt prezentate variațiile frecărilor interne cu temperatura obținute pe aliajul cu memoria formei CuZnAl14 în cele trei stări de material investigate, turnată și omogenizată, deformată și călită și laminată și tracționată 4%. Gradul de deformare a materialului influențează de asemenea valorile frecării interne, observându-se o creștere a acestora cu deformarea, prezentată și în figura IV.19 c), mărire limitată la un anumit punct în care materialul nu mai disipă aceeași cantitate de energie, modificându-și proprietățile inițiale.





Figura IV.19 Variația frecării interne cu temperatura în diferite forme ale materialului, turnat și omogenizat, deformat și călit și tracționat a) 2D, b) 3D și c) Variația microstructurii și a frecării interne cu gradul de deformare a aliajului cu memoria formei CuZnAl 14

În figura IV.19 c) pe lângă creșterea frecării interne cu gradul de deformare a materialului, este prezentată și evoluția microstructurii materialului, în special a variantelor de martensită, de asemenea cu gradul de deformare, aglomerarea variantelor de martensită prin apariția martensitei induse prin tensiune contribuind la modificarea domeniului de temperaturi de transformare martensitică și la creșterea frecării interne prin îmbunătățirea coerenței dintre grăunți.

IV.1.2 Analiza microstructurală, dilatometrică, calorimetrică și a comportamentului mecanic-dinamic a aliajului cu memoria formei CuZnAl01

În scopul caracterizării aliajelor din sistemul CuZnAl, a fost investigat în aceeași manieră și un alt aliaj, CuZnAl01, obținut de asemenea în laboratoarele facultății de Știința și Ingineria Materialelor din Iași, ce prezintă în schimb o compoziție chimică, prezentată anterior, diferită de cea a aliajului CuZnAl14 [Cimpoeşu N., ş.a., 2009b].

În figura IV.20 sunt prezentate variațiile alungirii standard, IV.20a) și a frecării interne, IV.20b) cu temperatura în cazul aliajului CuZnAl01 în stare deformată și în stare tracționată. Se observă dependența dintre domeniul de temperaturi de transformare și domeniul de apariție a vârfului de frecare internă cât și modificarea acestui domeniu de temperaturi cu gradul de deformare aplicat. Tensiunea aplicată prin tracțiune 4% crește vârful de frecare internă și îi modifică și poziția spre stânga pe scara de temperaturi.



Figura IV.20 Variația domeniilor de temperaturi de transformare martensitică a) și a frecării interne b) a aliajului cu memoria formei CuZnAl01 în stare deformată și tracționată cu temperatura

Folosind corelarea dintre temperaturile de început și sfârșit de transformare martensitică și apariția și formarea vârfului de frecare internă se poate aprecia echipamentul DMA ca o oportunitate de analiză a transformării în stare solidă ce stă la baza proprietăților aliajelor cu memoria formei.

Deoarece în literatura de specialitate au fost relatate mai multe cazuri de capacitate ridicată de disipare a aliajelor CuMnAl cu memoria formei [Qingchao T., ş.a., 2006; Jiao Y.Q., ş.a., 2009; Mallik U.S.,ş.a., 2008; Suton Y., ş.a., 2004; Suton Y., ş.a., 2006] și din aceste motive în continuare s-a analizat un aliaj din acest sistem.

IV.1.3 Analiza microstructurală, dilatometrică, calorimetrică și a comportamentului mecanic-dinamic a aliajului cu memoria formei CuMnAl01

S-a investigat în aceleași condiții de analiză un aliaj pe bază de cupru, aluminiu și mangan cu memoria formei obținut în laboratoarele Facultății de Știința și Ingineria Materialelor Iași [Stanciu S., ș.a., 2009] a cărui compoziție chimică a fost prezentată și omogenitatea caracterizată în capitolul anterior. După compoziția chimică a acestuia, cu un procent atomic mai mic de 18 pentru aluminiu, se poate afirma că materialul posedă bune proprietăți de ductilitate și prelucrabilitate, de memoria formei și capacitate de disipare ce s-au manifestat de obicei prin valori ridicate [Agnieszka Mielczarek, ș.a., 2008].

Faza β , pe baza compusului intermetalic Cu₃Al, reprezintă austenita care, la răcire foarte lentă, se descompune eutectoid la 570°C [Wu M.H., 1990; Guenin G., 1990] rezultând o soluție solidă izomorfă cu cuprul (α , CFC) și o soluție solidă pe baza compusului intermetalic de tip electronic Cu₉Al₄ (γ_2 , cub complex cu 52 de atomi pe celulă elementară) [Pearson W.B., 1958]. La răcirea cu viteze obișnuite, austenita β (A₂) se ordonează devenind β_1 (D0₃), la cca. 525°C [Swann P.R. și Warlimont H., 1963]. Același lucru se întâmplă și cu soluția solidă α care se ordonează la distanță scurtă transformându-se în α_2 [Trieb L. și Veith G., 1978]. La continuarea răcirii obișnuite a austenitei ordonate β_1 se pot produce două transformări martensitice în urma cărora se obțin martensitele β_1 (sub 13 %Al) sau γ_1 (peste aproximativ 12,4 %Al) [Lefeber I. și Delaey L., 1972]. Faza martensitică β în aliajele pe bază de Cu se bazează pe unul din planele {110} β ai fazei de bază denumit plan de bază al martensitei. Planul de bază (110) este subiectul distorsiunii hexagonale și se transformă hexagonal în timp ce axa Z a martensitei este supusă distorsionării monoclinice cu transformarea martensitică.



Figura IV.21 Microstructuri SEM ale aliajului cu memoria formei CuMnAl01 în formă turnată și omogenizată la o putere de mărire a) 500x; b) 1000x; c) 1000x cu evidențierea dimensiunilor plăcilor de martensită; d) punct de intersecție a trei grăunți cu variante de martensită formată sau în formare dar și o zonă de austenită netransformată încă în martensită

În figura IV.21 sunt prezentate microscopiile electronice ale aliajului cu memoria formei CuMnAl01, la puteri de mărire de 500x respectiv 1000x, diverse zone. Se pot observa câteva caracteristici microstructurale și dimensionale ale acestor aliaje în stare turnată și omogenizată cum ar fi dimensiunea grăunților și a variantelor de martensită sau tipul variantelor de martensită. Tratamentul termic de omogenizare s-a realizat prin încălzire la 900 °C, menținere 5 ore și răcire în apă a aliajului.

Se constată o formare a variantelor de martensită induse termic, în acest caz sub formă de plăci cu orientarea determinată de grăunți, figura IV.21 a) și b) de diferite dimensiuni de la 5 μ m la 75 μ m, figura IV.21 c), ce pornesc de la marginile grăunților spre interiorul acestora. Formarea plăcilor auto-acomodante de martensită pornind de la granițe duce la micșorarea evolutivă a acestora în funcție de parametrii tratamentului termic aplicat și anume de cantitatea și timpul în care aceste plăci reușesc să se formeze

O cauză a frecării interne este constituită de limitele dintre grăunți în materialele policristaline. Limitele grăunților cu orientări foarte diferite se comportă ca un strat subțire de lichid foarte vâscos. O tensiune de forfecare oricât de mică ajunge pentru a provoca o deplasare relativă a grăunților. La probele solicitate alternativ apare în consecință o frecare internă înregistrată prima dată de către T. S. Ke (1947) la aluminiu policristalin. Maximul ce apare la o anumită temperatură este caracteristic fenomenului si dispare la probe monocristaline ceea ce confirmă faptul că frecarea internă cu valori ridicate este generată la limitele grăunților [Aczel O., 1974]. Energia disipată este proporțională cu produsul dintre deplasarea relativă a grăunților vecini și tensiunea de forfecare ce acționează în dreptul limitelor de grăunți. Frecarea internă este mică la temperaturi joase fiindcă deplasările relative sunt mici datorită vâscozității mari a materialului dar ea este mică și la temperaturi mari datorită tensiunilor care acum sunt foarte mici. Pentru valori intermediare ale temperaturii frecarea internă este mai ridicată și atinge un maxim, de aici se poate concluziona că frecarea internă este de tipul relaxării. Dimensiunea grăuntilor este mare, de ordinul sutelor de micrometri, iar variantele nu s-au format în totalitate, rămânând zone cu aliaj în stare de echilibru, din aceste motive nici aportul la capacitatea de disipare totală nu va fi la valori ridicate. Din diagrama variației dimensiunilor cu temperatura probei în formă turnată și omogenizată nu se observă înregistrată nici o modificare în comportamentul materialului ceea ce însemnă că pe acest interval și în această stare aliajul nu suferă transformări de fază în stare solidă. Din aceste considerente s-a trecut la analiza materialului cu memoria formei în stare deformată prin forjare, încălzire la 900°C și deformare plastică, dar și tratată prin călire de punere în soluție, tratament termic realizat prin încălzire la 900°C menținere 10 minute și răcire în apă.



Figura IV.22 Microscopii SEM ale aliajului cu memoria formei CuMnAl01 în stare deformată și tratată prin călire de punere în soluție la diferite puteri de mărire a) 500x, b) 1000x și c) 5000x.

Microscopiile electronice prezentate în figura IV.22 exemplifică variantele de martensită formate în material, plăci de martensită induse termo-mecanic care apar direcționate în funcție de orientările grăunților în care s-au format. Grăunții au dimensiuni de 350-400 μ m cu limite bine evidențiate și fără plăci de martensită care să depășească aceste margini. În figura IV.22 b) se observă atât plăcile principale de martensită cu dimensiuni de 3-3,5 μ m cât și plăcile secundare, în formare cu dimensiuni foarte reduse de 1-1,5 μ m. În figura IV.22 c) este prezentat un detaliu cu evidențierea așezării preferențială a variantelor de martensită tip plăci și cu dimensionarea plăcilor de martensită. Microstructura deformată este caracterizată de reorientarea variantelor de martensită, propagarea dislocațiilor sau chiar tendința de orientare generală [Qingchao T., ș.a. 2006].

Este cunoscut faptul că deformarea plastică a materialelor cristaline se produce în mod obișnuit printr-un proces numit alunecare. Alunecarea reprezintă o translație a unei părți a cristalului în raport cu alta, fără o schimbare a volumului și de obicei deplasarea are loc pe un plan cristalografic bine definit, caracterizat prin indici Miller mici, numit plan de alunecare și într-o anumită direcție în acel plan – direcție de alunecare. Planul de alunecare și direcția de alunecare formează împreună sistemul de alunecare. În general planul de alunecare este un plan de densitate atomică maximă, iar direcția de alunecare se află pe linia de cea mai compactă împachetare atomică.



Figura IV.23 Microscopie electronică ce prezintă o zonă de alunecare din aliajul cu memoria formei CuMnAl după deformarea plastică pusă în evidență prin variația intensității luminoase pe aria selectată

Deplasarea este o mărime vectorială ce caracterizează dislocația și poartă numele de vectorul Burgers [Aczel O., Bozan C., 1973]. Atunci când dislocația se mișcă regiunea care a alunecat crește iar deplasarea asociată dislocației nu se schimbă. În figura IV.23 este prezentată o zonă de deplasare, alunecare din partea stângă către dreapta, în sensul săgeții observată și evidențiată cu ajutorul microscopului cu scanare de electroni, prin analiza zonei selectate asupra intensității luminoase pe care o posedă. Din diagrama distribuției intensității ADU (arbitrary densitometric unit) este evidențiată zona mai înaltă, din dreapta printr-un semnal luminos ridicat, și regiunea care nu s-a mișcat în partea stângă.

Pentru că frecarea internă are mai multe cauze printre care și defectele structurale lineare, adică dislocațiile este important ca apariția și manifestările acestora să fie observate și determinate pentru a se stabili aportul lor la capacitatea totală de amortizare. Analiza termică a materialului s-a realizat prin calorimetrie diferențială, rezultatul fiind prezentat în figura IV.24.



Figura IV.24 Analiză calorimetrică diferențială a aliajului cu memoria formei CuMnAl01 [Stanciu S., ş.a, 2009]

Din diagrama încălzirii se constată absența reversiei martensitei și producerea celor două transformări, la încălzire: 1-formarea exotermă, la 329° C, a unei faze de echilibru (în cazul de față putând fi vorba tot despre o soluție solidă pe bază de cupru, notată tot α) și 2-reacția de dezordonare a fazei de bază. Este interesant de notat prezența reacției de ordonare, în acest caz, care apare la răcire, în două etape. Așadar, la primul ciclu, s-a produs dezordonarea austenitei la încălzire, localizata la 485,7°C și ordonarea ei la încălzire, localizată la 471,2°C [Stanciu S., ș.a., 2009d].

Considerând că răcirea a fost întreruptă la temperatura camerei, se poate admite că transformarea martensitică directă nu s-a produs, deoarece temperatura critica M_s ar trebui să fie localizată în domeniul criogenic, ca efect al călirii în apă. Din cauza că formarea fazei α a produs sărăcirea în cupru a matricei, la reluarea încălzirii nu se mai produce formarea fazei α ci numai producerea reacției de dezordonare în două stadii, care în acest caz pot fi $L2_1$ - $D0_3$ -A2.



Figura IV.25 Diagrama variației frecării interne, tand, a modulului de înmagazinare, E' și a modulului de atenuare E'' cu temperatura a aliajului cu memoria formei CuMnAl01

În vederea analizei comportamentului dinamic a materialului în stare deformată și călită acesta a fost investigat cu un echipament DMA. Rezultatul analizei este prezentat în figura IV.25 în care frecarea internă este reprezentată cu linie punctată de culoarea albastră,

alături de variația frecării interne sunt reprezentate și variațiile celor două componente ale modulului complex de elasticitate, modulul de înmagazinare E' și modulul de atenuare E''. Proba analizată a avut dimensiunile 20x6,2x0,58 mm și a fost supusă la un regim de încălzire cu 0.5 K-min cu o frecvență de 1 Hz până la temperatura de 300°C. Frecarea internă are valori scăzute la temperatura camerei în jur de 0,006 cât și la temperaturi ridicate ajungând la 0,009 cu o scădere a modulului de elasticitate de la 103 000 MPa sub 99 000 MPa. Frecarea internă prezintă câteva variații, nereprezentative în intervalul 50-150°C, cu valori foarte reduse după care începe să crească până la valori de 0,07 în jurul temperaturii de 200°C continuând până la atingerea vârfului în jurul temperaturi de aproximativ 60°C dar cu valori reduse ale capacității de disipare [Cimpoeşu N., ş.a., 2009a].

Prin aplicarea unei noi tensiuni, prin tracțiune de exemplu, se presupune o mutare a vârfului de frecare internă mult spre stânga, datorită schimbării domeniului de temperaturi de transformare, cu o valoare mai mare dar mai îngustă, caz întâlnit în situația deformării aliajului CuZnAl14. Ținând cont și de diagramele DSC vârful care apare la temperatură mare este atribuit reversiei martensitei în timp ce vârful de la temperaturi joase este atribuit formării finale a plăcilor de martensită [Wang Q.Z., ş.a., 2004].

Dependența frecării interne de viteza de încălzire și frecvență are echivalență fizică, în microstructura martensitică indusă termic în timpul răcirii faza de bază nuclează și interfețele fazei se mișcă liber iar mișcarea este caracterizată de comportamentul dinamic al interfețelor fazei și cuplul de forță dintre tensiunile de oscilație aplicate și interfețele fazei [Qingchao T., ș.a., 2006]. Variantele de martensită auto-acomodată termic se găsesc în aliajele în stare nedeformată unde variantele identice prezintă axa realizată la 90°.



Figura IV.26 Sinteza comportării la tracțiune a probelor călite de aliaj CuMnAl1: (a) trei cicluri mecanice până la alungirea de 4 %; (b) cinci cicluri mecanice până la alungirea de 8 %; (c) cinci cicluri mecanice până la alungirea de 12 %; (d) curba de rupere la tracțiune

Pentru acomodarea tensiunilor externe aplicate variantele de martensită prezintă inițial un proces de reorientare și de rearanjare și apoi procesul este însoțit de generarea unui număr mare de densități de dislocații cu creșterea tensiunii [Aydogdu A., 2007]. Comportarea la tracțiune a probelor călite de CuMnAl1 este prezentată în figura IV.26.

Se observă din figura IV.26 (a-c) că aliajul prezintă comportament superelastic, caracterizat prin prezența palierelor de tensiune, atât la încărcare cât și la descărcare, ceea ce însoțește transformările martensitice reversibile induse prin tensiune. Curbele de încărcare -

descărcare tind să se închidă la creșterea numărului de cicluri, transformându-se în bucle dar cu forme diferite în figura IV.26 (a) în comparație cu figura IV.26 (b) și figura IV.26 (c). Motivul pentru care palierele de tensiune de la descărcare devin mai puțin vizibile în figura (b) și (c) poate fi intervenția alunecării, ca mecanism de deformare plastică și apariția dislocațiilor. Figura IV.26 (d) prezintă o curbă tipică de rupere la tracțiune, caracterizată printr-o alungire la rupere de peste 40% și o rezistență la rupere de aproape 800 MPa.

În continuare s-a trecut la analiza aliajului CuMnAl01 în forma tracționată cu un grad de 4%. Microstructura materialului este prezentată în micrografiile din figura IV.27 cu evidențierea crăpăturilor, fenomen neuniform, care apar între grăunți, pe limitele dintre grăunți. Se poate observa de asemenea reorientarea variantelor de martensită din interiorul grăunților dar și înmulțirea variantelor de martensită, în figura IV.27 c) și d) cu dimensiuni submicronice (o medie de 0,67 µm) caracteristici ce influențează capacitatea de disipare a materialului și comportamentul acestuia sub acțiunea forțelor exterioare [Achiței D.C., ș.a., 2009a]. Proprietatea de amortizare este legată de numeroasele interfețe ale transformării martensitice: cele între austenită și martensită, cele între diferitele variante de martensită și cele între granițele identice din interiorul martensitei.



Figura IV.27 Microscopii SEM ale aliajului CuMnAl deformat și tracționat 4% puteri de mărire a) 750x, b) 1000x, c) 5000x și d) 2500x

Cu creșterea gradului de deformare câmpul tensiunilor de dislocații se poate dezvolta atât de tare încât nucleația adițională nu mai poate fi efectiv indusă prin tensiune oscilantă [Qingchao T., ş.a. 2006]. După cum se observă din figura IV.27 d) o reorientare uniformă a variantelor de martensită a fost atinsă.

Deformarea prin tracțiune prezintă o modificare clară a orientării variantelor de martensită și apar de asemenea evident alunecările prin deformare. Aliajele CuMnAl cu un procent redus de Al prezintă proprietăți bune de ductilitate datorat gradului scăzut al ordinii fazei L2₁ [Zhang J.X., ş.a., 1994; Zhang J.X., ş.a., 1995]. Efectele de memoria formei ale AMF CuMnAl sunt atinse de transformarea martensitică de la forma cubică P₁ (L2₁) la starea monoclinică β_1 ' (6M) și depind de dimensiunea grăunților d/t sau d/D unde d,t și D reprezintă dimensiunile grăuntelui, de grosimea probei sau de diametrul firelor [Sugimoto K., ş.a., 1973; Yin F.X., ş.a., 2003]. Capacitatea de amortizare în stare martensitică a acestor aliaje este la același nivel cu cea din aliajele NiTi [Yin F.X., ş.a., 2003].

În vederea analizei comportamentului aliajului CuMnAl01 sub acțiunea unei forțe externe cu variația temperaturii acesta a fost testat cu ajutorul DMA-ului prin încălzire la 200 respectiv 600 °C, diagrama de variație obținută este prezentată în figura IV.28. Vârful de frecare internă care apare în toate cazurile este atribuit transformării martensitice. S-a observat o legătură între frecarea internă și fracția volumică a transformării martensitice. Valorile frecării interne în domeniul de temperaturi a transformării austenită – martensită sunt mai ridicate decât valorile din stare austenită datorită unei pierderi mai mari de energie în timpul mișcării planelor habitale de martensită și a interfețelor variantelor de martensită. Interfețele variantelor de martensită sunt aproape paralele între ele, pentru fiecare grăunte separat, și se conectează în mod continuu cu cele din grăunți alăturați în multe regiuni de-a lungul limitelor. Această stare microstructurală este în strânsă legătură cu capacitatea de amortizare sugerând mobilitatea ridicată a interfețelor dintre variante [Suton Y., 2006].

Pentru primul ciclu de încălzire, reprezentat cu culoare neagră, se observă un vârf de frecare internă cu valoare redusă, sub 0,05, la o temperatură de 40°C coroborat cu o scădere a modulului de înmagazinare la valori de 65 000 MPa, mult mai reduse decât valorile înregistrate în starea deformată și netracționată a aceluiași material. Comportamentul deosebit a acestui material cu proprietăți speciale se observă prin analiza ciclului de răcire, reprezentat prin culoarea albastră, care pe intervalul 200 – 0°C nu prezintă nici o variație deosebită a frecării interne.



Figura IV.28 Analiza variației frecării interne și a modulului de înmagazinare cu temperatura pe un interval de la -50 la 200 °C a aliajului cu memoria formei CuMnAl01

Apariția vârfului de frecare internă în domeniul temperaturilor joase deschide pentru acest material, și pentru clasa de materiale cu memoria formei pe bază de cupru, alte arii de aplicare, în temperaturi criogenice, în diverse domenii. Manifestarea modulului de elasticitate este cea caracteristică aliajelor cu memoria formei prezentând o scădere apreciabilă până la 58 000MPa, în domeniul temperaturilor de transformare, vârful prezentându-se la -9,4°C cu puțin înaintea celui de frecare internă. Faptul că frecarea internă în stare martensitică (stânga)

are valori mai ridicate decât în stare austenitică [Suton Y., 2004], se observă din figura IV.28 și în cazul acestui material.

Prin ce-l de-al doilea ciclu de încălzire se observă modificarea temperaturii apariției vârfului de frecare internă dar și modificarea valorii frecării interne. Variația frecării interne este prezentată prin culoare roșie, și stabilește un vârf de frecare internă la 26,7°C cu o valoare de 0,9 urmat de o scădere a acestuia cu un palier la 50°C urmat de scăderea continuă a capacității de disipare până la valori foarte reduse în domeniul austenitic. Modulul de înmagazinare prezintă o scădere mare în acest interval de temperaturi atingând un maxim negativ la 25,9°C cu valoarea de 55000 MPa. Dislocațiile introduse de deformare sunt responsabile de aceste capacității mari de disipare [Cai W., 2005].

În vederea analizei stabilizării vârfului de frecare internă apărut la 26,7°C s-a realizat încă o încălzire a materialului de data aceasta fiind cuprins un interval mai mare de temperatură de la -50 la 600°C. Partea de răcire nu a mai fost analizată datorită dispariției transformării martensitice la acest aliaj după încălzirea lui la o temperatură ridicată de peste 400°C și astfel pierderea vârfurilor de frecare internă.



Figura IV.29 Analiza variației frecării interne și a modulului de înmagazinare cu temperatura pe un interval de la -50 la 600°C

Variația frecării interne, cu linie punctată și a modulului de înmagazinare, cu linie continuă, sunt prezentate în cazul aliajului cu memoria formei CuMnAl01 tras 4%, în figura IV.29 pentru ciclurile 2 și 3 de încălzire. Ciclul doi de încălzire este preluat și descris din analiza anterioară, încălzirea realizându-se până la 200°C, fiind folosită acea analiză pentru comparație. Ciclul al treilea de încălzire prezintă o stabilitate a vârfului de frecare internă caracteristic transformării martensitice în jurul valorii de 23,4°C cu o mărime de 0,085. Variația frecării interne pe intervalul -50 – 600°C prezintă mai multe modificări structurale care apar în material. Astfel o primă creștere a vârfului frecării interne datorat transformării martensitice apare la temperaturi negative cu valori de -20°C continuând creșterea până la atingerea vârfului de la 23,4°C urmată de o scădere în trepte a valorii, cu un palier la 80-90°C realizând din acest vârf cu o valoare relativ mică dar care se manifestă pe un domeniu de aproximativ 100°C o bună variantă de disipare a energiei mecanice aplicate materialului în această fază.

O dată cu continuarea încălzirii noi variații ale frecării interne apar însoțite de modificări ale modulului de elasticitate de asemenea. Astfel la temperatura de 217,8°C apare un vârf cu dimensiuni reduse iar la temperatura de 428,8°C apare un vârf mai mare cu valoarea de 0,115 urmat la 55°C de un alt vârf cu valoare de 0,09 pe fondul unei scăderi generale a modulului de înmagazinare. Variația frecării interne a acestui material în stare

deformată și tracționată prezintă câteva vârfuri foarte interesante pe întreg domeniul de temperaturi cu diferite posibilități de aplicare în practică. Analiza capacității de disipare pentru aliajul investigat în stare deformată și tracționată 8% [Bujoreanu L.G., ş.a., 2008] are rezultatul testului mecanic-dinamic prezentat în figura IV.30, în care se observă variațiile frecării interne și a modulului de înmagazinare cu temperatura pe un interval cu aplicativitate practică, între -50 și 200°C.



Figura IV.30 Variația frecării interne și a modulului de înmagazinare pentru o probă din aliaj cu memoria formei CuMnAl 01 pentru două cicluri de încălzire și un ciclu de răcire pe un interval de temperaturi de la -50 la 200°C

Proba a fost investigată prin două cicluri de încălzire, linie punctată neagră respectiv linie punctată roșie și un ciclu de răcire, linie punctată albastră în ceea ce privește frecarea internă și cu linii de culori similare pentru variațiile modulelor de înmagazinare. Inițial capacitatea de disipare a materialului se manifestă pe intervalul -30 - 50°C prin valori relativ ridicate în jur de 0,08 caracteristice stării martensitice în care se găsește materialul urmată de o scădere sub 0,05 la temperaturi peste 100°C, valori caracteristice stării austenitice a materialului. În jurul temperaturi de -26,6°C se observă atât la încălzire cât și la răcire un vârf, puțin ascuțit, de frecare internă.

Prin cel de-al doilea ciclu de încălzire, se observă o stabilizare a vârfului de frecare internă, similară comportamentului materialului în stare tracționată 4% în jurul valorii de 20,4°C dar tot cu o valoare relativ scăzută de 0,06, clar mai joasă decât cea obținută pentru proba tracționată cu valoarea anterioară. În figura IV.31 sunt prezentate variațiile frecării interne cu temperatura pentru cele trei aliaje investigate în teza de doctorat, CuZnAl01 cu linie continuă roșie, CuMnAl cu linie continuă neagră și CuZnAl14 cu linie continuă verde. Crescând gradul de deformare materialul trece la un moment dat la o orientare cu un grad mare de coerentă a grăunților pe direcția de aplicare a forței și la creșterea fisurilor și chiar unirea acestora, evoluție prezentată în figura IV.31 c) scăzând astfel capacitatea de disipare a materialului, în acest caz chiar pentru o tragere cu un procent de 8%. Prin aplicarea unei tensiuni externe, cazul aliajului deformat prin forjare și tras 4 și 8% după laminare se observă o aglomerare a variantelor de martensită datorită apariției martensitei induse prin tensiune ce a dus la micșorarea dimensiunilor plăcilor de martensită, acestea fiind incomodate și oprite din creștere.



c)

Figura IV.31 Variația frecării interne cu temperatura și gradul de deformare a aliajului cu memoria formei CuMnAl a) în cazul aliajelor analizate în teza de doctorat în stare tracționată b) și c) Variația microstructurii și a frecării interne cu gradul de deformare a aliajului cu memoria formei CuMnAl01

Deși fac parte din același sistem de aliaje, CuZnAl01 și CuZnAl14, acestea se manifestă foarte diferit din punctul de vedere al capacității de disipare, aliajul CuZnAl01 prezentând valori scăzute pe întreg intervalul de temperatură.

IV.2 Instalație experimentală pentru analiza frecării interne a materialelor metalice tip pendul de torsiune

IV.2.1 Principii de funcționare

Frecarea internă se măsoară prin mai multe metode. Cel mai simplu instrument este un pendul de torsiune ce poate fi utilizat în zona frecvențelor joase aflate în jur de 1Hz. Pentru măsurători efectuate la frecvențe mai înalte epruveta este excitată pe cale electromagnetică, piezoelectrică sau prin energie ultrasonoră [Aczel O., (1974)].

Pentru ca energia să fie disipată de frecarea internă deformația trebuie sa fie decalată în sens invers în raport cu tensiunea aplicată. Unghiul de bază sau de decalaj α poate fi utilizat drept o măsură a frecării interne folosind relația:

$$\alpha \approx \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1} \tag{IV.1}$$

unde ε_2 este componenta neelastică a deformației specifice decalată cu 90° față de faza tensiunii aplicate iar ε_1 deformația elastică aflată în fază cu tensiunea.

Frecarea internă se măsoară adesea cu ajutorul unui sistem care este pus în mișcare cu o anumită amplitudine și apoi este lăsat să vibreze liber astfel ca amplitudinea să scadă. Scăderea reprezentativă a amplitudinii este prezentată în figura IV.32 unde sunt puse în evidență și două amplitudini succesive. Amplitudinea după un timp oarecare t poate fi exprimată prin relația:

$$a_t = a_o e^{-\beta t} \tag{IV.2}$$

unde β este un coeficient de atenuare. Modul cel mai obișnuit de definire a frecării interne sau a capacității de amortizare face apel la decrementul logaritmic δ . Decrementul logaritmic este logaritmul raportului a două amplitudini succesive:

$$\delta = \ln a_n / a_{n+1} \tag{IV.3}$$

Dacă amortizarea se modifică cu amplitudinea, decrementul este dat de către panta curbei la o amplitudine aleasă. Decrementul logaritmic este legat de unghiul de fază prin relația: $\delta = \Pi \alpha$ [Zener C., 1955].



Figura IV.32 Mișcarea oscilatorie amortizată care exprimă frecarea internă a materialului

Dacă un corp metalic, perfect elastic, este supus unei deformații simple cum ar fi alungirea sau torsiunea unui fir, atunci între tensiunea (efortul unitar) σ și deformația specifică ε există conform legii lui Hooke relația lineară: $\sigma = M\varepsilon$ relație independentă de timp unde *M* este modulul de elasticitate al metalului, putând fi, la deformații simple, egal cu modulul lui Young sau cu modulul de forfecare [Vintaykin Y.Z., ş.a., 1979].

În realitate metalele prezintă diferite abateri de la comportarea perfect elastică chiar dacă nu se depășește limita de elasticitate. Iată două exemple tipice :

- dacă unui corp metalic i se imprimă, în domeniul elastic, o deformație ce rămâne constantă în timp, se constată o scădere treptată a efortului unitar către o valoare constantă, fenomenul purtând numele de relaxare.

- dacă în schimb îi menținem constantă tensiunea vom observa după o deformație instantanee alta progresivă care tinde către o valoare determinată, acest fenomen fiind cunoscut sub numele de fluaj dar este inclus în multe cazuri în denumirea de relaxare [Belkov V.N., ş.a., 1969].

Pe baza principiilor de măsurare a frecării interne prin determinarea decrementului logaritmic al mișcării de amortizare s-a realizat o instalație de laborator tip pendul de torsiune

propusă pentru investigarea fenomenului de frecare internă la materialele metalice. Acest echipament, realizat în laboratoarele Facultății de Știința și Ingineria Materialelor - Iași, se bazează pe principiile unui pendul de torsiune clasic (un pendul de torsiune este format dintrun corp solid, atârnat de un fir, și care poate efectua mișcări de oscilație prin torsiunea firului de suspensie.) elementul de noutate al dispozitivului este dat de faptul că probele testate pot să fie cu diametre relativ mari de 5-10 mm, în funcție de sistemul de prindere utilizat.

IV.2.2 Echipament pendul de torsiune. Sisteme constructive

Folosind softul de grafică Catia a fost proiectată instalația pentru a se prezenta intuitiv mișcarea oscilatorie amortizată a pendulului de torsiune pe care o are sistemul de prindere – proba și volanta în timpul testului. O imagine "print screen" a proiecției obținute este prezentată în figura IV.33 [Ghionea I., 2007].



Figura IV.33 Imagine a proiecției pendulului de torsiune folosind un soft specializat Catia

Echipamentul obținut este alcătuit din mai multe sisteme interconectate care împreună duc la determinarea mărimii adimensionale frecarea internă caracteristică acelui material în condițiile de testare. În acest sens avem conectate în acest echipament sistemul mecanic, responsabil cu fixarea, susținerea și mișcarea efectivă de torsiune a probei analizate, sistemul electro - mecanic responsabil cu crearea forței de torsiune și a cuplului de mișcare a ansamblului sistem de susținere – probă –volantă, sistemul electronic de achiziție de date, sistemul de vidare pentru eliminarea frecărilor cu aerul și pe viitor în perspectivă sistemul de încălzire-răcire al pendulului [Nittono O., ș.a., 1981].

Pendulul de torsiune folosește ca element elastic o epruvetă cilindrică care este supusă unei oscilații de torsiune. Atât pentru măsurarea unghiului inițial de torsiune a epruvetei (α_0) cât și pentru înregistrarea oscilațiilor se folosește un traductor de unghi. Calculul unghiului (α_0) prezintă o importanță deosebită întrucât el nu trebuie să depășească limita elastică a materialului epruvetei [Achiței D.C., ș.a., 2007].

$$\alpha_0 = \frac{2 \cdot \tau_a \cdot l}{G \cdot d} \tag{IV.4}$$

în care: τ_a – efortul maxim de solicitare a probei; l –lungimea epruvetei; d – diametrul epruvetei; G – modulul de elasticitate transversal al epruvetei.

La nivelul traductorului optic montat pe volantul pendulului de torsiune va corespunde o deplasare de mărimea:

$$L = \frac{D}{2} \cdot \alpha_0 \tag{IV.5}$$

în care: D – diametrul volantei pendulului de torsiune.



Figura IV.34 Principiul pendulului de torsiune b) Schema bloc a instalației pentru studiul frecării interne

l – lungimea epruvetei; *d* – diametrul epruvetei; *D* – diametrul volantei (pendulului);

b – grosimea volantului; α_0 – unghiul inițial de torsiune a epruvetei.

Schema bloc a pendulului de torsiune cuprinde: 1 - epruvetă pentru studiu; 2 - sistem mecanic de fixare a epruvetei; 3 - sistem de fixare a epruvetei de corpul volantei; 4 - volantă; 5,6 - sistem mecanic de torsionare și sistem electromecanic de eliberare a volantei; 7 - clopot de vid; 8 - pompă de vid cu sistem de măsurare a vidului; 9 - traductor de unghi; 10 - sistem electronic de acces la calculator.

Înregistrarea în bazele de date ale calculatorului și preluarea lor pe suport electronic permit reluarea virtuală a experimentului și determinarea decrementului logaritmic al amortizării printr-un program de calculator [Achiței D.C. și al., 2007].

$$D = \ln \frac{A_0}{A_1} = \frac{1}{n} \cdot \ln \frac{A_0}{A_n}$$
(IV.6)

în care: A_0 – amplitudinea inițială a oscilației; A_1 – amplitudinea următoare a oscilației; n – numărul de oscilații; A_n – amplitudinea după "n" oscilații; D – decrementul logaritmic al amortizării care caracterizează materialul din punct de vedere al frecării interne.



Figura IV.35 Pendul de torsiune de laborator a) secțiune vedere frontală scara 1:5, b) vedere laterală și c) vedere izometrică

De sistemul mecanic, coliniaritatea ansamblului și conicitatea lui, este legată obținerea unor valori reale și corecte ale frecării interne. Detaliile dimensionale ale instalației sunt prezentate în figura IV.35 la scara de 1:5 în vedere frontală, laterală și izometrică.

Principalele componente ale sistemului mecanic:

- epruvetă pentru studiu (dimensiunile probei sunt prezentate în figura IV.36);
- sistem mecanic de fixare a epruvetei, prezentat în figura IV.37;







Figura IV.37 Piulița de prindere a probei prin strângerea pensetei a) proiectare Catia b) scheme 2D pentru diferite vederi

- sistem de fixare a epruvetei de corpul volantei, reprezentat schematic volantă
- sistem mecanic de torsionare și sistem electromecanic de eliberare a volantei
- clopot de vid pompă de vid cu sistem de măsurare a vidului.



Figura IV.38 Sistem de vidare a) clopot de vid și b) pompă de vid

- *sistemul de deformare* permite aplicarea unei deformații plastice probei la temperatură constantă sau variabilă, în vid. Este alcătuit dintr-un sistem mecanic de torsionare și sistem electromecanic de eliberare a volantei.

- sistemul de vidare este realizat cu o pompă cu rotor și alternativ cu o pompă de difuzie. Când pendulul este utilizat în domeniul de temperaturi joase (80-700 K) este de ajuns să se atingă un vid mediu (1Pa) și atunci introdusă o mică presiune de heliu ($6x10^2$ Pa), în acest caz se poate lucra doar cu pompa cu rotor. - sistemul electronic face ca pendulul să oscileze, poate să controleze oscilațiile și măsoară schimbarea de fază, frecvența și amplitudinea oscilațiilor.

Au fost testate câteva sisteme de achiziție de date, de măsurare și înregistrare a oscilațiilor, soluții viabile putem obține prin utilizarea: unui sistem electronic de înregistrare (care să aibă la bază un microcontroler de tipul PIC 16f876 montajul electronic de achiziție de date în principiu este prezentat în figura IV.39 a) iar schema electronică a microcontrolerului este expusă în figura IV.39 b), metodă de analiză și înregistrare a datelor prezentată ulterior în acest capitol.



Figura IV.39 a)Montaj electronic de achiziție de date pe bază de microcontroler și cu legătură prin portul serial la calculator b) schema microcontrolerului folosit [http://ww1.microchip.com]

Datorită complexității achiziției de date și a erorilor ce sunt introduse de dispozitivele electronice, cum ar fi zgomotul de fond, au fost testate și acceptate mai multe metode de achiziție de date.Faptul că există mai multe metode de achiziție de date de pe echipamentele mecanice este un lucrul cunoscut din literatura de specialitate și acest fapt ne-a condus la realizarea unor diferite montaje de achiziție în vederea determinării valorilor reale ale frecării interne în aliajele investigate.

Mişcarea de oscilație pe care o realizează pendulul de torsiune stă la baza determinării capacității de disipare a energiei mecanice aplicate acestuia. Amortizarea mişcării poate fi determinată în funcție de amplitudinile mişcării discului, deplasări ce trebuiesc achiziționate, interpretate și prelucrate pentru obținerea capacității de disipare a aliajelor cu memoria formei. S-a realizat un modul de achiziții date cu microcontrolerul PIC16F876A și cu integratul operațional RS232 pentru transferul informațiilor prin interfața serială a calculatorului. Montajul electronic este introdus într-o carcasă de plastic de dimensiuni 100x50x30 mm. Pe discul pendulului se montează o foaia imprimată cu o matrice de puncte din jumătate de milimetru în jumătate de milimetru. La o distanță de 2 mm deasupra discului se așează un cititor optic compus dintr-o rază laser, un sistem de amplificare a imaginii(lupă) și un senzor de citire. În funcție de mişcarea oscilatorie circulară a discului, sistemul optic va înregistra numărul de puncte peste care trece raza laser transformând valorile cu ajutorul microcontrolerului în semnal digital. Microcontrolerul necesită programat, lucru realizat în limbajul de programare C++,codul sursă a programului, în întregime este prezentat în anexa II, în continuare fiind prezentate exemplificativ câteva linii ale programului:

```
{
while(clock){}
while(!clock){}
for(i=0;i<8;i++)
{
while(clock){}
```

Semnalul preluat de către sistemul de achiziție este în transmis prin interfața serială pe calculator unde cu ajutorul unei interfețe virtuale realizate în limbajul de programare Matlab este prelucrat obținându-se automat graficul mișcării de amortizare a materialului, valoarea decrementului logaritmic și valoarea frecării interne.



Figura IV.40 Variația amplitudinii mișcării amortizate a unui pendul de torsiune în timp

- *sistemul criogenic* se referă la aliajele cu puncte critice sub temperatura de 0°C, de exemplu aliajul CuMnAl analizat anterior, și poate fi realizat dintr-un recipient cu azot lichid ce înconjoară creostatul și care va permite atingerea temperaturii de 180K.

IV.2.3 Rezultate experimentale proprii realizate pe echipamentul de analiză a frecării interne tip pendul de torsiune

În vederea determinărilor de frecare internă cu ajutorul pendulului de torsiune s-au realizat inițial câteva teste atât pe materiale metalice necunoscute dar cu referiri în literatura de specialitate dar și pe materiale investigate prin analiză mecanico-dinamică cu valori prezentate anterior. În acest sens s-au ales materiale metalice de înaltă puritate, cupru, aluminiu dar și aliaje oțel, fontă, alamă sau aliajele cu memoria formei investigate în teza de doctorat, CuZnAl01, CuZnAl14, CuMnAl și CuZnAl15. În tabelul IV.3 sunt prezentate rezultatele obținute pe pendulul de torsiune de laborator realizat.

Trebuie specificat faptul că în timp ce cuprul, aluminiul și celelalte materiale fără memoria formei au fost analizate fără tratamente termice aplicate, în stare deformată, aliajele pe bază de cupru ce prezintă efect de memoria formei au fost tratate prin călire de punere în soluție [Nejneru C., ş.a., 2006]. Analizând rezultatele observăm că s-au obținut valori scăzute pentru toate materialele, la temperatura camerei, specificând faptul că nici unul din materiale nu suferă transformări de fază în stare solidă la această temperatură. Reprezentarea grafică a rezultatelor obținute este prezentată în figura IV.41. Rezultate bune de amortizare se observă la aliajele cu memoria formei dar și la fonta cenușie analizată, fiind cunoscută capacitatea acesteia de amortizare[Murakami T., ş.a., 2006; Adams R.D., 1972; Lian Y.C., ş.a., 1995].

Valori reduse ale frecării interne au fost înregistrate pentru cuprul pur, sensibil mai mică decât cea a aluminiului pur, ambele policristaline, obținându-se cea mai mică valoare în cazul oțelului OLC45. În ceea ce privesc aliajele cu memoria formei, aliajul CuMnAl01

prezintă o frecare internă foarte scăzută, 0,0058 acesta fiind foarte interesant însă datorită vârfului de frecare internă observat la temperaturi negative, criogenice și prezentat anterior.

Nr.crt	Material investigat	Decrementul logaritmic	Forța de torsiune [N]	Frecvența de lucru [Hz]	Frecarea internă Q ⁻¹
1	Cupru de puritate ridicată 99.9%	0.0128805	5000	1	0.0041
2	Aluminiu pur 99.7 %	0,0144513	5000	1	0.0046
3	Oţel OLC45	0.0037699	5000	1	0.0012
4	Fontă cenușie	0.0879645	5000	1	0.0280
5	Alamă clasică	0.0177873	5000	1	0.0055
6	Aliaj cu memoria formei CuZnAl01	0.1099557	5000	1	0.0350
7	Aliaj cu memoria formei CuZnAl14	0.0980177	5000	1	0.0312
8	Aliaj cu memoria formei CuZnAl15	0.0801106	5000	1	0.0255
9	Aliaj cu memoria formei CuMnAl01	0.0182212	5000	1	0.0058

Tabel IV.3 Valori ale frecării interne pentru diferite materiale analizate pe pendulul de torsiune la temperatura camerei



Figura IV.41 Frecarea internă pentru diferite materiale metalice la temperatura camerei

Aliajul analizat în mod deosebit cu ajutorul pendulului de laborator este aliajul cu memoria formei Cu-Zn-Al 15, elaborat în laboratoarele Facultății de Știința și Ingineria Materialelor [Cimpoeşu Hanu R., ş.a., 2009]. Aliajul după turnare a fost tratat prin omogenizare, fiind respectați parametrii de tratament termic. Aliajul are compoziția chimică prezentată în tabelul III.1, capitolul anterior, nu prezintă procente de alte elemente în afara celor de bază, cupru, zinc și aluminiu, omogenitatea și structura apropiindu-l foarte mult ca și caracteristici de aliajul CuZnAl01. Microstructura materialului este prezentată în figura IV.42 în care se observă, la diferite scări de amplificare a imaginii, formarea martensitei de diferite tipuri și cu diferite orientări ale variantelor de martensită din interiorul grăunților [Chakravorty S. și Wayman C.M., 1997]. Variantele de martensită din figura IV.42c) ce se observă la intersecția a trei grăunți au dimensiuni reduse, cele care au reuşit să se formeze sunt de aproximativ 2 µm iar cele care abia au apărut au dimensiuni de 200-250 nm.



Figura IV.42 Microstructuri SEM ale aliajului cu memoria formei CuZnAl15 la diferite puteri de mărire a) 500x b) 1000x și c) 5000x

Structurile prezentate în figura IV.42, sunt caracteristice fazei martensitice în care s-a găsit materialul în urma tratamentului termic. În vederea determinării frecării interne în stare martensitică sau în stare de echilibru s-au realizat mai multe teste pe probe tratate termic pentru a stabili influența structurii martensitice în coeficientul total de frecare internă.

Reprezentarea grafică a valorilor obținute este prezentată în figura IV.43, unde se observă o scădere a valorii frecării interne cu temperatura de tratament de 200°C, fapt ce semnifică doar o transformare parțială a structurii materialului în martensită, cu micșorarea procentuală a acestei transformări până la temperatura de 500°C când din nou sub acțiunea termică transformarea martensitică are loc aproape în totalitate. Diferențele sunt mici, între 0,02 și 0,026.



Figura IV.43 Variația frecării interne a aliajului CuZnAl 15 în funcție de temperaturile de încălzire la care acesta este supus după tratamentul termic de călire de punere în soluție

În continuare s-a analizat materialul, aliaj cu memoria formei CuZnAl15, după un tratament de recristalizare [Nejneru C., ş.a., 2005], parametri de tratament prezentați în tabelul VI.4, urmărindu-se obținerea unei stări deosebite de martensitică și anume starea de echilibru, cu stabilizarea fazei α, fază în care materialul se comportă diferit din punct de vedere al capacității de disipare a energiei mecanice. În figura IV.44 a) sunt prezentate microstructurile SEM caracteristice materialului după tratamentul de recristalizare aplicat, cu un detaliu de structură în figura IV.44 b) pentru o putere de mărire de 8000x. În figura IV.44 c) și d) sunt prezentate microstructurile materialului cu memoria formei CuZnAl15 după ce acestuia, recristalizat, i s-a mai aplicat o încălzire la 350 °C cu o menținere de 10 minute și o răcire în apă, evidențiindu-se apariția variantelor de martensită la scară micrometrică. În



tabelul IV.4 sunt prezentate valori ale frecării interne pentru aliajul CuZnAl15 după tratamentul de recoacere aplicat dar și după câteva încălziri și răciri ale aliajului.

Figura IV.44 Microstructuri SEM ale aliajului cu memoria formei CuZnAl15 după tratamentul de recristalizare

Tabel IV.4 Valori ale frecării interne la temperatura camerei pentru aliajul cu memoria formei
CuZnAl15 turnat și tratat prin omogenizare prin încălzirea la diferite temperaturi, timp de menținere
de 5 ore și răcire cu cuptorul

Tratament termic aplicat aliajului CuZnAl15	Decrementul logaritmic	Forța de torsiune [N]	Frecvența de lucru [Hz]	Frecarea internă Q ⁻¹
Tratament inițial	0,0581194	5000	1	0.0185
Încălzire la 150 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,0581194	5000	1	0.0185
Încălzire la 200 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,0593761	5000	1	0.0189
Încălzire la 250 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,06	5000	1	0.0191
Încălzire la 300 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,06	5000	1	0.0191
Încălzire la 350 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,0615752	5000	1	0.0196
Încălzire la 400 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,0622035	5000	1	0.0198
Încălzire la 450 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,0644026	5000	1	0.0205
Încălzire la 500 °C menținere 10 minute și răcire în apă	0,0691150	5000	1	0.0220



Figura IV.45 Variația frecării interne la un aliaj cu memoria formei CuZnAl15 cu temperatura de tratament termic aplicată ulterior deformării și tratamentului de recoacere de recristalizare

Rezultatele obținute prezintă valori foarte apropiate în toate cazurile, mai reduse decât în cazul tratamentului anterior în care s-a obținut starea martensitică, cu o ușoară creștere a valorii frecării interne pe măsura creșterii temperaturii de încălzire, ajungându-se la ultima încălzire de fapt la o călire de punere în soluție. Prezentate grafic aceste rezultate arată o creștere a frecării interne cu temperatura tratamentului termic aplicat, semnificând trecerea de la starea de echilibru la cea martensitică.

CAPITOLUL V. CONTRIBUȚII TEORETICE ÎN ANALIZA FENOMENULUI DE FRECARE INTERNĂ A MATERIALELOR METALICE

V.1 Generalități asupra modelării fenomenului de frecare internă

În 1850, Sir George Gabriel Stokes a publicat o lucrare pe baza unui pendul de amortizare care a permis înțelegerea, după decenii, a unui număr important de fenomene din fizică și inginerie [Sir George Gabriel Stokes, 1850]. De exemplu studiile realizate pe acest pendul au reprezentat fundamentul pentru ecuațiile Navier – Stokes a mecanicii fluidelor. El a afirmat că oscilațiile unei structuri mecanice sunt de departe probleme complicate datorită amortizării ce derivă din frecarea internă.

Printre cei care au studiat frecarea internă, pe aliaje Zn-Al au fost Nowick și Nutull, iar din anul 1980 capacitatea de disipare a acestor aliaje a fost intens studiată și de Batist R.D., Schaller R., Zhang Zhong –Ming și alții.

În România utilizând modele ne-liniare Kelvin-Voigt, Bratosin D. și Sireteanu T. au publicat încă din anii 1990 numeroase studii pe tema caracteristicilor de amortizare a materialelor histeretice [Bratosin D., Sireteanu T.,2002].

V.2 Aplicații ale interpretării teoretice a rezultatelor experimentale

Utilizând rezultatele modelului propus de Voight pentru comporatarea la amortizare și folosind rezultate experimentale din capitolul IV al tezei de doctorat s-a realizat curba de variație a frecării interne cu temperatura pe domeniul de temperaturi de transformare martensitică. La baza obținerii acestei curbe de variație, prin calcul numeric realizat de

calculator, a stat observația apariției vârfului de frecare internă dependentă de proporția de transformare austenită-martensită, caracteristică aliajelor cu memoria formei, astfel pentru un raport cu valoarea 1 (transformare 50%) se obține valoarea cea mai ridicată pentru frecarea internă. Din experimentele realizate, în special analizele dilatometrice, s-a observat aceeași dependență a comportamentului la deformare a materialului cu încălzirea de procentul de transformare martensitică.

Importanța acestei curbe de variație este dată de aplicațiile acesteia în configurarea finală a graficului frecării interne în funcție de temperatură în cazul analizelor realizate pe pendulul de torsiune, echipament de laborator, cu ajutorul căruia se pot realiza 3-5 determinări, relativ ușor, dar pentru o variație fidelă a frecării interne cu temperatura pe domeniul de transformare, domeniu de apariție a vârfului de frecare internă, avem nevoie de mult mai multe puncte. Folosind 3 determinări ale frecării interne, caracteristice structurilor materialelor cu memoria formei în stare martensitică, FIm, austenitică, Fia, sau de tranziție martensită-austenită, FI50 și funcțiile de variație rezultate din modelul Voight se poate determina variația urmărită, prin interpolare, prin 50, 100 sau mai multe puncte.

În această determinare este vitală o analiză termică a materialului în stare tracționată prin dilatometrie pentru determinarea în primul rând a domeniului de temperaturi de transformare, mai precis punctele critice As și Af dar și pentru determinarea procentelor de deformație a materialului cu varierea temperaturii.

Pentru realizarea graficelor s-a realizat un program în limbajul de programare MATLAB, având codul sursă de forma:

```
% program pentru obtinerea variatiei frecarii interne cu temperatura
pe domeniul de
% transformare martensitica a aliajelor cu memoria formei
% realizat de Cimpoesu N., in cadrul tezei de doctorat, Fac. SIM-
Iasi
% materialului: martensita, austenita si starea de transformare
% austenita-martensita
disp('Introducerea datelor de intrare ');
% se trece la analiza termica a materialului cu memoria formei prin
FI3=FIm+2*deltaE*K
FI4=FIm+2.5*deltaE*K
e=[3.7 3.9 4 3.75 3.5 3.25 3 2.5 2.25 2 1.75 1.5 1.25 1 0.5 0 0.1 ];
%plot(t,e);
End
```

Pentru exemplificare s-au realizat curbele de variație a deformației și a frecării interne cu temperatura, prin 3 sau 10 puncte, a aliajului experimental CuZnAl14, folosindu-se ca date de intrare rezultatele pentru trei valori de frecare internă, FIm, Fia, FI50 obținute pe pendulul de torsiune cât și deformațiile specifice obținute de pe dilatograma corespunzătoare. Prin capacitatea mare de procesare a datelor a computerelor actuale se pot trasa curbe de variație prin zeci sau sute de puncte, în funcție de acuratețea curbei de care avem nevoie și de temperatura la care lucrează materialul. Având cele trei valori ale frecării interne, Fimfrecarea internă în stare martensitică, Fia- frecarea internă în stare austenitică și FI50frecarea internă în stare de transformare 50% martensită – austenită și cunoscându-se valorile deformațiilor, $\varepsilon 1$, $\varepsilon 2$, ... εn , în funcție de numărul de pași prin care realizăm interpolarea, cu temperatura se pot calcula valorile frecării intermediare prin formula: FI1=Fim+ $\Delta \varepsilon 1xK$, FI2=Fim+($\Delta \varepsilon 1+\Delta \varepsilon 2$)K și așa mai departe până la punctul FI50, ce reprezintă valoarea maximă a frecării interne și corespunde unui procent de 50% de transformare martensitică.





Constanta K se determină din egalitatea FI50= ϵ xK, unde valoarea frecării interne la 50% din transformarea martensitică este cunoscută iar deformația se extrage din diagrama dilatometrică pentru mijlocul intervalului de temperaturi de transformare. Pentru curba descendentă, după ce are loc 50% din transformarea martensitită-austenită raționamentul care are loc se bazează pe aceleași principii și anume determinarea frecării interne prin dependența de deformație și de factorul K prin scăderea termenilor obținuți, Fin-1=FI50- $[\Sigma(\Delta\epsilon 1+\Delta\epsilon 2+....)-\Delta\epsilon 1']$ K, unde $\Delta\epsilon 1'$ reprezintă prima mediere a deformației după valoarea de la 50% din transformare.

Se observă o dependență a celor două variații de procentul de transformare martensitică, vârful de frecare internă apărând la 50% din transformare, la mijlocul domeniului de temperaturi de transformare As+(Af-As)/2.

Din analiza figurii V.1 se observă, deși la scară mai mare, o foarte bună aproximare a curbei obținute teoretic, figura V.1 d) exprimată mai bine decât în figura V.1 b) – diferența fiind dată de numărul de puncte prin care s-a realizat aproximarea, pe baza a 3 determinări de frecare internă și a rezultatelor înregistrate pe dilatometru, în comparație cu curba determinată experimental, figura V.1 e) prin analiză dinamică a comportamentului mecanic pe intervalul de temperatură vizat.

CAPITOLUL VI. APLICAȚII PRACTICE ALE ALIAJELOR CU MEMORIA FORMEI FOLOSIND CAPACITATEA DE DISIPARE A ENERGIEI MECANICE

Capacitatea mare de disipare a energiei mecanice pe care o prezintă aliajele cu memoria formei a dus la apariția a numeroase aplicații practice a acestora ca elemente de disipare [Song G., ş.a., 2006; Achiței D. C., 2009b]. Pe lângă câteva exemple de aplicații se propun, investigate cu ajutorul soft-ului de prelucrare și simulare Catia, câteva variante constructive și în primul rând variante de material pentru realizarea de elemente disipatoare de energie.

Ca o clasificare a aplicațiilor aliajelor cu memoria formei în controlul construcțiilor civile trebuie să ținem cont că reprimarea vibrațiilor din aceste structuri la încărcările dinamice externe poate fi urmărită utilizând un control activ, semi-activ sau unul pasiv. Pentru un sistem de control pasiv nu este necesară nici o sursă externă de putere iar forțele de impact sunt dezvoltate ca un răspuns la mișcarea structurii, în modul activ de control o sursă de putere externă controlează un sistem de actuatori să acționeze asupra structurilor obiectului și pentru echipamentele de control semi-activ se utilizează considerabil mai puțină energie pentru a ajusta proprietățile structurale ale structurii decât în cazul activ [Song G., ș.a., 2006]. Pe baza acestei metodologii de clasificare aplicațiile curente ale aliajelor cu memoria formei pot fi împărțite în trei categorii: pentru control structural pasiv, pentru reglaj activ de frecvență și pentru control activ de distrugere.

În continuare este propusă pentru utilizări practice o bandă de dimensiuni 100x10x5 mm ce poate fi utilizată ca element de amortizare la îmbinarea firelor de susținere a podurilor, îmbinarea diferitelor cadre din angrenaje supuse vibrațiilor sau în diferite aplicații ce necesită amortizarea sunetelor sau vibrațiilor nedorite. Piesa a fost investigată prin simularea comportamentului acesteia la acționarea cu o forță exterioară ținându-se cont de materialul care se propune prin modulul de înmagazinare al acestuia dar și pentru diferite sisteme de prindere. Rezultatele au prezentat o scădere a tensiunilor interne ce apar sub acțiunea unei forțe, în mare parte datorată variației modulului de elasticitate de înmagazinare de la un material la altul.

Dacă sunt date numai condițiile calitative, fără informațiile cantitative, este de așteptat să se obțină o soluție nesatisfăcătoare chiar și numai din unele puncte de vedere. Scopul principal al unei astfel de abordări este obținerea celei mai bune soluții pentru un ansamblu de condiții impuse.

Astfel, pentru o anumită geometrie definită dimensional, un anume material, selectarea se realizează ca în figura VI.1 a), pentru o încărcare dată și condiții de rezemare bine precizate (restricții) se obțin valorile deplasărilor, tensiunilor, reacțiunilor în reazeme, frecvențelor proprii, etc. Studiul s-a bazat pe analiza răspunsului dat, de aplicația propusă de tip bandă, la o solicitare de 5000 N, aplicată frontal, după cum se poate observa din figura VI.1 b) dar și din imaginile și detaliile realizate pe probe. Inițial s-au realizat simulări a comportării sub tensiune a 3 materiale diferite, cu proprietăți diferite ce vor avea de asemenea răspunsuri diferite la aceste încercări pentru a se observa diferențele de comportament între aceste materiale. Au fost introduse proprietăție specifice unui oțel, OLC35, a unui alame

obișnuite ($Cu_{75}Zn_{24}Ni_1$) și a unui aliaj cu memoria formei CuZnAl14, prezentat și analizat în capitolele anterioare ale tezei de doctorat.

În primul caz s-a analizat un oțel, OLC35, material utilizat în aplicații practice ce este caracterizat de un raport al lui Poisson de 0,30, modulul de înmagazinare de 2,1 N/m², densitatea de 7800 kg/m³, conductivitate termică 1,92x10⁻⁵ K⁻¹ și tensiunea maximă în stare elastică de 2,8 10⁸ N. În etapele premergătoare simulării efective se introduc caracteristicile principale ale materialului și forța de solicitare aleasă 5000 N pentru toate cazurile a materialului sub forma de placă.



Figura VI.1 Analiza comportamentului unei plăci din material metalic la o solicitare exterioară; a) selectarea din soft-ul utilizat a materialului atribuit plăcii analizate; b) exemplificarea încastrării probei și a solicitării externe; c) comportarea materialului sub efectul forței externe cu exemplificarea rețelei de discretizare și a valorilor tensiunilor nodale

Rezultatul simulării, comportamentul plăcii este prezentat în figura VI.1 b), unde placa experimentală a fost discretizată conform modelului cu tensiuni interne pe granițele de discretizare, a tensiunilor Von Mises, a materialului cu valori minime de $9,8x10^7$ la maxime $1,36x10^8$ N/m².

În continuare a fost analizat, tot prin metoda elementului finit în software-ul specializat Catia, un alt material, o alamă clasică, ce prezintă alte caracteristici fizicometalurgice. Se urmărește influența acestor parametri și în special a modulului de elasticitate reprezentat de partea reală a acestuia și anume modulul de înmagazinare. Rezultatul analizei este prezentat în figura VI.2 și arată o îmbunătățire a comportamentului materialului prin scăderea tensiunilor ce apar în nodurile rețelei de discretizare.



Figura VI.2 a) Rezultatul simulării comportamentului unei plăci din alamă sub acțiunea unei forțe exterioare de 5000 N în software-ul de aplicații Catia b) Simularea comportamentului unui material cu memoria formei CuZnAl14 sub acțiunea unei forțe externe prin metoda elementului finit

Principalii parametri introduși sunt similari celor introduși în prima modelare cu valorile specifice materialului [www.catia.com], raportul lui Poisson cu valoarea de 0,35, modulul de înmagazinare de 1,31 N/m², densitatea de 8216 kg/m³, conductivitate termică 1,67x10⁻⁵ K⁻¹ și tensiunea maximă în stare elastică de 3,5 10⁸ N. Utilizând aceeași formă constructivă, aceleași condiții la încastrare și aceeași forță de solicitare s-au obținut prin metoda elementului finit valori mai reduse ale tensiunilor von Mises interne ce apar în nodurile rețelei de discretizare cu valori minime de 5,22x10⁷ și maxime de 1,16x10⁸. Pe baza rezultatelor obținute pe un analizor mecanic dinamic (DMA), prezentate în capitolul 4 al tezei de doctorat, în special valorile modulului de înmagazinare, s-a realizat analiza prin aceeași metodă a unui aliaj cu memoria formei CuZnAl14 [Cimpoesu H.R. ş.a., 2009a]. S-a observat din analiza acestui material varierea modulului de înmagazinare cu temperatura, obținându-se valori mai scăzute în domeniile de transformare martensitică unde crește frecarea internă. Rezultatul simulării comportamentului plăcii încastrată în aceleași condiții și solicitată cu aceeași forță externă, respectiv de 5000N, este prezentat în figura VI.2.

În continuare materialul experimental CuZnAl14 a fost analizat în aceleași condiții dar introducând valorile modulului de înmagazinare la diferite temperaturi respectiv 75,23028°C și 89,73028°C paliere de temperatură pe care conform diagramei experimentale, prezentate în capitolul IV, frecarea internă creste foarte mult în timp ce modulul de înmagazinare atinge valori de 0,0598286 respectiv 0,047556 N/m². În condițiile de solicitare cu o forță de 5000 N s-au înregistrat tensiuni minime pe granițele modelului structurat de $1,05 \times 10^6$ N/m² și maxime de $1,05 \times 10^8$ respectiv $7,5 \times 10^7$ N/m², valori mai mici a tensiunilor von Mises decât în celelalte cazuri prezentate anterior, obtinându-se de fapt un aliaj cu memoria formei care în paralel cu această proprietate deosebită se comportă de 15 ori mai bine la solicitări externe din punctul de vedere al tensiunilor interne ce apar în material datorită modificării în mare parte a modulului de înmagazinare cu temperatura. Pentru aplicatii practice, în diverse cadre sau sisteme de sustinere, s-au investigat si câteva metode de prindere efectivă a acestor materiale, în prima variantă optându-se pentru o prindere prin patru șuruburi situate pe extremități la distanțe de 5 mm față de capete sau față de margini. Rezultatul simulării comportamentului materialului prevăzut cu patru găuri de fixare și încercat la o fortă exterioară de 5000 N este prezentat în figura VI.3.



Figura VI.3 Simularea comportamentului unei plăci experimentale din aliaj cu memoria formei CuZnAl14 încercată printr-o forță externă de 5000 N

Proiectarea unui sistem de prindere prin patru șuruburi externe modifică comportamentul plăcii sub acțiunea forțelor externe, variație prezentată în figura VI.3 obținându-se tensiuni nodale von Mises minime de $1,3x10^6$ N/m² și maxime de $6,2x10^7$ N/m². Simularea comportamentului benzii cu găuri de fixare sub acțiunea unei forțe exterioare necesită în continuare analiza acesteia într-un ansamblu caz întâlnit de obicei în aplicații practice. În acest sens au fost analizate trei situații în care diferă materialul de amortizare, din

nou oțel, alamă standardizată și aliaj cu memoria formei CuZnAl14. Restricțiile de mișcare introduse ansamblului simulat sunt prezentate în figura VI.4 a) iar discretizarea modelului cu elemente finite a materialelor investigate este prezentată în figura VI.4 b). Determinările realizate au prezentat un comportament bun a ansamblului obținându-se valori scăzute ale tensiunilor interne nodale von Mises cu valori minime de $1,02x10^7$ și maxime de $9,17x10^7$ N/m².



Figura VI.4 Formarea ansamblului oțel – oțel - oțel a) stabilirea restricțiilor de mișcare și b)

În vederea simulării comportării ansamblului sub acțiunea forței exterioare trebuie introduse proprietățile fiecărui element separat, în acest caz aceleași, observându-se evoluția fiecărui element în parte în primul rând elementul de amortizare asupra căruia se acționează cu forța externă în vederea analizări solicitărilor ce apar pe întreaga suprafață a acestuia.

În continuare s-a analizat un ansamblu la care elementul activ de amortizare din oțel, în varianta anterioară, este înlocuit cu un element de aceleași dimensiuni dar din alamă standard cu compoziția chimică prezentată anterior și caracteristici particularizate. Rezultatul modelării comportamentului noului ansamblu, alcătuit din două elemente din pe extreme din oțel și unul din alamă pe mijloc, obținut prin înserarea elementului activ din alamă prezintă o îmbunătățire a comportamentului ansamblului realizat datorată în principal modulului de înmagazinare a elementului activ ce are o valoare scăzută la temperatura camerei față de celelalte materiale utilizate în practică. În aceleași condiții de testare a ansamblului cu cele anterioare și cu proprietățile prezentate anterior s-au obținut valori minime ale tensiunii interne nodale von Mises minime de 6,81x10⁶ și maxime de 6,13x10⁷ N/m². Utilizând datele experimentale s-a realizat un model de simulare al comportării ca element activ în ansamblul propus a aliajului experimental CuZnA114 [Cimpoeşu Hanu R., ş.a., 2009] cu valoarea modulului de înmagazinare înregistrată la temperatura camerei și exemplificată în capitolul IV.

CAPITOLUL VII. CONCLUZII FINALE, CONTRIBUȚII PROPRII ȘI DIRECȚII DE CERCETARE

Analizând lucrarea și interpretând rezultatele teoretice și experimentale putem stabili următoarele concluzii:

• Având în vedere natura studiului realizat în teza de doctorat s-au interpretat și s-au analizat rezultate de pe două categorii de echipamente, o clasă de aparate de analiză generală (SEM, EDX, TCi) și una de analiză specifică (DIL, DSC, DMA, Pendul de torsiune).

- În analiza generală a aliajelor s-au folosit echipamente de determinare a compoziției chimice, spectrometru cu scânteie Foundry Master sau analizor a razelor X, EDX folosit și în determinarea omogenității materialelor și a distribuției elementelor chimice, de determinare a conductivității termice, TCi sau de determinare a microstructurii, microscop cu scanare de electroni SEM, stabilinduse și principiile de funcționare ale acestora pentru o bună interpretare a rezultatelor.
- Datorită transformări martensitice ce stă la baza apariției vârfului de frecare internă sunt necesare analize termice ale materialelor. În acest scop, privind analiza comportamentului fizic al aliajelor, s-a apelat la dilatometrie, folosind diverse regimuri de încălzire și domenii de temperatură pentru determinarea valorilor termice de început și sfârșit de transformare martensitică. După stabilirea domeniului de temperaturi de transformare, unde a fost cazul, s-au realizat și analize de calorimetrie cu scanare diferențială (DSC).
- În general s-a observat o creștere a frecării interne cu gradul de deformare, cu numărul impurităților, o conexiune între domeniul de temperaturi de transformare și apariția vârfului de frecare internă și o îmbunătățire a valorii de disipare cu scăderea frecvenței de lucru.
- Frecarea internă, cu varierea temperaturii, a fost determinată cu ajutorul unui echipament de analiză mecanico-dinamic (DMA), prin unul sau mai multe cicluri de încălzire. Testele de analiză termică s-au realizat în atmosferă controlată, detaliile experimentelor fiind prezentate unterior.
- S-au obținut prin turnare clasică câteva aliaje cu memoria formei pe bază de cupru, cupru-zinc-aluminiu și cupru-mangan-aluminiu, în vederea analizei frecării interne a acestora. Aliajele pe bază de cupru au avantajul unui cost redus în comparație cu cele Ni-Ti dat de tehnologia de obținere și de prețul elementelor componente.
- Analiza elementelor chimice din materialele metalice obținute ajută la înțelegea manifestării proprietății de frecare internă, influența procentelor elementelor principale: cupru, aluminiu,zinc sau mangan asupra valorilor frecării interne dar și influența procentelor de elemente secundare din compoziția materialului.
- Din analizele chimice efectuate pe materialele în diferite stări de deformare se observă micșorarea procentului de Zinc în urma deformării termomecanice cât și aliajul 14 a unui număr mare de elemente chimice secundare cum ar fi Fe, Ni, Si, Cr, Co, Sn, Pb sau impurități ce joace un rol foarte important în manifestarea capacității de disipare.
- Au fost utilizate peste 50 de analize, din cele aproximativ 100 realizate, pentru caracterizarea a trei aliaje, alese din cele 20 cu memoria formei pe bază de cupru, din punct de vedere microstructural și al comportamentului termic.
- O concluzie evidentă a experimentelor realizate este că apariția vârfului de frecare internă este strict legată de domeniul de transformare martensitică, de fiecare dată găsindu-se între punctele critice de transformare, temperaturi ce marchează în general și începutul și sfârșitul vârfului de amortizare.
- O dată cu deplasarea punctelor critice ale transformărilor martensitice spre stânga axei de temperatură, prin deformare, s-a deplasat și apariția vârfului de frecare internă ajungând la temperaturi foarte apropiate de temperatura camerei, 30-50°C, în cazul aliajului CuZnAl14 și chiar la temperaturi criogenice, sub 0°C, în cazul aliajului CuMnAl cuprinzând astfel o gamă largă de aplicații practice.

- Valorile frecării interne variază mult cu temperatura observându-se trei zone distincte pe fiecare diagramă, starea martensitică cu valori mai mari decât cele înregistrate în starea austenitică dar reduse pentru aplicații practice și domeniul de transformare austenită –martensită în care valoarea frecării interne crește, atingând un maxim potrivit, în cazul aliajului CuZnAl14, pentru diverse aplicații.
- Deși dimensiunile grăunților nu se schimbă prin deformare plastică, ci doar orientarea acestora de obicei pe direcția de solicitare, dimensiunile variantelor de martensită prezintă o scădere de la 1,5-2 μm în stare turnată și omogenizată la 0,5-0,75 μm în stare laminată și tracționată, crescând în acest fel numărul de interfețe pe unitatea de suprafață observându-se o modificare clară a frecării interne, analoagă experimentelor realizate de Ke pe mono și policristal de aluminium.
- Realizarea unui aliaj cu memoria formei, CuZnAl14, cu domeniul de temperaturi de transformare apropiat de temperatura camerei, 40-50 °C în stare laminată și 4% tracționată.
- Stabilirea tehnologiei de obținere a unui aliaj cu memoria formei, CuZnAl14, cu capacitate mare de disipare 0,16 la temperaturi sub 60 °C.
- Obținerea unui aliaj cu memoria formei, CuMnAl01, cu domeniu de temperaturi de transformare sub 0 °C oportun aplicațiilor la temperaturi criogenice.
- Obținerea unui vârf de frecare internă la temperaturi criogenice la aliajul CuMnAl deformat prin laminare și tracționat 4%.
- Deoarece vârful de frecare internă pe care aliajele cu memoria formei îl prezintă în domeniul de temperaturi de transformare este strâns legat de transformarea martensitică acest studiu poate fi considerat o contribuție la analiza uneia din cele mai cunoscute transformări ce se manifestă la materialele metalice în stare solidă.
- Necesitatea utilizării în practică a materialelor sub formă de disipatori de energie sub diverse dimensiuni constructive și apariția pe piață a aliajelor cu memoria formei sub diverse forme și dimensiuni a făcut necesară obținerea unui echipament de cercetare a frecării interne la probe cu dimensiuni mai mari. În acest scop s-a realizat o instalație tip pendul de torsiune cu achiziție de date și interfață de prelucrare pe calculator.
- Echipamentul a fost proiectat inițial în softul Catia, dimensionat pentru probe cu diametrul de 5mm cu posibilitatea, dată de sistemul mecanic de prindere, de a accepta și alte dimensiuni ale probelor în funcție de necesitățile de testare.
- Echipamentul obținut funcționează atât în aer cât și în vid și este alcătuit din patru sisteme principale, prezentate în teză. Au fost realizate mai multe sisteme electronice de achiziție de date în vederea analizei complexe a mișcării de rotație pe care o execută pendulul de torsiune.
- Sistemul electronic de captare și înregistrare a datelor bazat pe un microcontroler PIC16F876 transmite datele unui computer personal, care prin intermediul unei interfețe realizare în limbajul Matlab-Simulink prelucrează datele în graficul mișcării de amortizare și în valoarea frecării interne.
- Analiza aliajului cu memoria formei CuZnAl15 deformat și tratat prin călire de punere în soluție în primul caz și recopt în cel de-al doilea caz prezintă valori ale frecării interne caracteristice stării martensitice respectiv austenitice în care se află.
- Capacitatea mare de disipare a energiei mecanice în căldură a aliajelor cu memoria formei identificată și analizată din ce în ce mai mult în ultimele trei decenii a dus la apariția unui număr impresionant de aplicații practice elementelor amortizoare.

- Analiza comportamentului unui material sub acțiunea unei forțe exterioare s-a realizat în softul specializat de desenare și simulare Catia V5, în care un element de disipare cu o anume formă geometrică, caz general, supus unei forțe externe de 5 kN s-a comportat diferit, din punctul de vedere al valorilor tensiunilor interne din nodurile rețelei de discretizare, în funcție de materialul adoptat elementului, caracterizat de proprietățile acestuia.
- Comportamentul aliajelor cu memoria formei analizate și a diferitelor stări ale acestora, stare martensitică, austenitică sau domeniu de transformare, a relevat o scădere deosebită a tensiunilor interne în comparație cu rezultatele obținute pentru materiale metalice clasice utilizate în construcții, oțeluri, alame sau alte aliaje îmbunătățind astfel rezistența acestora la șoc.
- Modificările ce apar în comportamentul frecării interne la varierea temperaturii au fost însoțite de schimbări în modulul de înmagazinare având la bază aceleași cauze.
- Pe baza observațiilor legate de dependența apariției vârfului de frecare internă și a deformației specifice de domeniul de transformare martensitică cu temperatura sau obținut prin interpolare curba teoretică de variație a capacității de disipare pe domeniul de temperaturi de transformare martensită-austenită.
- În ceea ce privește aliajele investigate în teza de doctorat, creșterea coerenței apare odată cu creșterea gradului de deformare și se concretizează în creșterea frecării interne. Aceeași modificare în coerența microstructurii aliajelor cu memoria formei apare la atingerea temperaturii de început de transformare martensitică, când intervine un fenomen de autoorganizare, când creșterea continuă progresiv până la obținerea unui vârf de frecare internă.

Ca elemente originale și de noutate introduse în teza de doctorat pot fi considerate:

- Obținerea câtorva aliaje cu memoria formei pe bază de cupru prin metode clasice de turnare.
- Determinarea compozițiilor chimice, a omogenității și conductivității termice a patru aliaje cu memoria formei pe bază de cupru în diferite stări de deformare a materialelor.
- Realizarea unei baze de microstructuri SEM, la diverse puteri de amplificare 100x, 250x, 500x, 1000x, 2500x, 5000x, 7500x sau 10000x, a aliajelor pe bază de cupru cu memoria formei în formă turnată și omogenizată, deformată prin forjare și călită sau laminată și tracționată.
- Realizarea unui sistem de analize termice, dilatometrie calorimetrie diferențială comportament mecanic dinamic, pentru caracterizarea aliajelor cu memoria formei la varierea temperaturii.
- Analiza transformării martensitice prin interpretarea rezultatelor DMA (dynamic mechanical analyze) și corelarea apariției vârfului de frecare internă cu domeniul de temperaturi critice de transformare.
- Determinarea influenței compoziției chimice și a incluziunilor în capacitatea de disipare a aliajelor cu memoria formei.
- Caracterizarea comportamentului aliajelor investigate la varierea temperaturii din punct de vedere al frecării interne.
- Modificarea valorilor capacității de disipare cu gradul de deformare în cazul aliajelor cu memoria formei pe bază de cupru
- Obținerea unui aliaj pe bază de cupru cu memoria formei cu capacitate ridicată de disipare, valoare foarte apropiată de cele utilizate în practică.
- Analiza frecării interne în diferite stadii de deformare a materialelor și variația acesteia cu temperatura.

- Determinarea comportamentului modulului de elasticitate complex (parte reală și parte ireală) la varierea temperaturii la varierea temperaturii în diferite forme ale aliajelor investigate.
- Realizarea unei instalații de analiză a frecării interne tip pendul de torsiune cu achiziție electronică de date și interfața pe calculator de prelucrare și calcul a datelor.
- Stabilirea valorilor frecării interne (capacitate de disipare sau amortizare) pentru cele două stări caracteristice aliajelor cu memoria formei pe bază de CuZnAl, martensită și austenită.
- Obținerea unui aliaj cu frecare internă mare, CuZnAll4 utilizabil în aplicații practice de amortizare și disipare a energiei mecanice.
- Obținerea unui aliaj cu memoria formei, CuMnAl01, ce prezintă un vârf de frecare internă la temperaturi criogenice, aliaj ce lărgește gama de aplicații în domeniul de elemente de amortizare.

Lucrarea deschide noi direcții de cercetare în domeniul aliajelor cu memoria formei și a materialelor cu capacitate de disipare a energiei mecanice precum și a aplicațiilor practice ale acestora, cum ar fi:

- Obținerea unor vârfuri de frecare internă cu valori promițătoare pentru aplicații practice deschide câteva direcții de cercetare ce au ca scop în primul rând obținerea unor materiale bune disipatoare de energie.
- Deoarece s-a pus accentul pe natura cinetică a energiei disipate deci pe transformarea energiei mecanice în energie termică la limitele dintre grăunți, înmulțirea acestora, prin obținerea unor structuri cu grăunți mult mai mici, cu dimensiuni submicronice sau nanometrice, ar duce la creșterea frecării interne în domeniul de transformare martensitică.
- Diferențele obținute pentru frecarea internă în cazul celor două aliaje din sistemul CuZnAl ce se datorează în primul rând compozițiilor chimice fac ca modificarea compoziției chimice prin aliere cu elemente metalice, ce joacă rol de impurități – defecte punctiforme diferite să fie o soluție viabilă în îmbunătățirea proprietăților de disipare.
- Realizarea și testarea virtuală a diferite soluții constructive pentru elemente de disipare sau amortizare reprezintă o posibilitate de exploatare a materialelor metalice cu proprietăți cunoscute fără pierderi sau costuri de producție.
- Analiza termică a aliajelor cu memoria formei pe bază de cupru, zinc, aluminiu și mangan prezintă proprietăți de memorie și conductivitate apropiate de cele ale Nitinolului reprezentând o bună soluție de înlocuire a acestora, cu avantajul prețului de cost.
- Analiza capacității de disipare a materialelor pentru diferite dimensiuni cu ajutorul pendulului de torsiune.
- Obținerea de aliaje sau materiale cu capacitate de disipare foarte redusă pentru aplicații în domeniul materialelor rezonatoare.
- Soluții experimentale în ceea ce privește amortizarea vibrațiilor ce apar la poduri sau structuri tip cadre bazate pe capacitatea mare de amortizare a aliajelor cu memoria formei pe bază de cupru.
- Utilizarea în aplicații auto și nu numai a materialelor cu capacitate de amortizare a sunetelor în principal și a vibrațiilor în plan secundar.
- Aliaje cu memoria formei pe bază de cupru cu domeniu de temperaturi de transformare criogenice.

LISTA LUCRĂRILOR PROPRII și BIBLIOGRAFIE (selectiv)

Achiței D.C., Enache A., <u>Cimpoeşu N.</u>, Hopulele I. (2007) Computer assistance equipment to study internal friction of metallic materials A XIV conferinta Tehnologii si Produse noi in Constructia de Masini, 4-5 mai 2007, Suceava ISSN 1224-029X.

Achiței D.C., Găluşcă D.G., Vizureanu P., Carabet Ștefănică R., <u>Cimpoeşu N.</u>, (2009a) Aspects regarding Thermo-Mechanical Fatigue of Shape memory Alloys by. în Metalurgia Internațional Editura Științifică F.M.R. special issue nr. 3, 2009 ISSN 1582 – 2214, pg. 45-48, revistă indexată in baze de date ISI Thomson Web of Knowledge.

Cimpoesu Hanu R., Baciu C., Nejneru C., <u>Cimpoesu N.</u>, Aelenei D.M., (2009a) Shape memory alloys from CuZnAl system behavior at electro-chemical corrosion in artificial saliva, , International Scientific Conference UgalMat 2009 Advanced materials and Technologies, Galati University Press ISSN 1843-5807, pg. 121-125.

<u>Cimpoeşu N.</u>, Ursu M.I., Achiţei D.C., Carabet R., Enache A., Sandu A.V., (2008c) Influența frecării interne asupra unor materiale inteligente Simpozionul național al tinerilor cercetători în domeniul ingineriei materialelor Romat Junior 2008, București, pg. 30-36 ISBN 978-606-521-018-9.

<u>Cimpoeşu N.</u>, Achiţei D.C., Hopulele I., Manole V., Cimpoeşu Hanu R., (2008d) Damping capacity of metallic materials by Buletinul Institutului Politehnic Iași Tomul LIV (LVIII) Fasc. 3.4 - 2008, Secția Știința și Ingineria Materialelor pg. 27-32 ISSN 1453-1690.

<u>Cimpoesu N.</u>, Stanciu S., Hopulele I., Achitei D.C., Manole V.,(2009) Dissipation capacity of alloys from CuZnAl system, International Scientific Conference UgalMat 2009 Advanced materials and Technologies, Galati University Press ISSN 1843-5807, pg. 25-29.

<u>Cimpoeşu N.</u> şi Sergiu Stanciu S., (2009a) Shape memory alloys type CuZnAl and CuMnAl comparison of their energy dissipation capacity, at the 15-th International Conference Tehnomus – 2009 - New Technologies and Products in Machine Manufacturing Technologies published by Matrix Rom ISSN-1224-029x pg. 211-216.

<u>Cimpoeşu N.</u>, Achiţei D.C., Manole V., Hopulele I., Enache A., (2009b) Influence of internal friction on shape memory alloy based on copper în Metalurgia Internațional Editura Științifică F.M.R. special issue nr. 3, 2009 ISSN 1582 – 2214, pg. 33-36, revistă indexată in baze de date ISI Thomson Web of Knowledge.

<u>Cimpoeşu N.</u> şi Stanciu S., (2009c) A shape memory alloy characterization through thermal analysis, Buletinul Institutului politehnic IaŞi, Tomul LV (LIX) Fasc. 4, 2009, Secția Știința Şi Ingineria Materialelor, ISSN 1453-1690 pg. 83 – pg. 90, cat. B.

<u>Cimpoeşu N.</u>, Stanciu S., Achiţei D.C., Manole V., Cimpoeşu Hanu R., (2009d) Energy dissipation capacity of a shape memory alloy type CuZnAl Authors: Journal of Optoelectronics and Advanced Materials –Symposia, Vol. 1, No. 6, 2009, p. 1149 – 1153.

Hopulele I., <u>Cimpoeşu N.</u>, Nejneru C., (2009) Metode de analiză a materialelor. Microscopie Și Analiză Termică Editura Tehnopres, acreditată CNCSIS, 2009, ISBN 978-973-702-673-6, 300 pg., 17 cm

Nejneru C., <u>Cimpoeşu N.</u>, Stanciu S., Vizureanu P., Sandu A.V., (2009c) Sea water corrosion of a shape memory alloy type cuznal în Metalurgia Internațional Editura Științifică F.M.R. vol. XIV, special issue nr. 7, 2009 ISSN 1582 – 2214, pg. 95-105, revistă indexată in baze de date ISI Thomson Web of Knowledge

Stanciu S., <u>Cimpoeşu N.</u>, Nejneru C., (2009) Capacitatea de disipare a energiei mecanice a aliajelor cu memoria formei, Editura Universitas XXI, Editură acreditată CNCSIS 2009, ISBN 978-606-538-005-9 Tipărit la Print Color, 350 pg.

Stanciu S., Bujoreanu L.G., <u>Cimpoeşu N.</u>, Ioniță I. și Moldoveanu V., (2009c) Shape memory effect and related characteristics of helical springs made from Cu-Al-Ni alloy by, Optoelectronics Advanced Materials.- Rapid Communications (OAM-RC), ISI Issue 6, May 2009, ISSN Print 1842-6573, pg. 581-585

Stanciu S., Bujoreanu L.G., Comăneci R.I., <u>Cimpoeşu N., Ioniță I. și Moldoveanu</u> V.V., (2009d) Particularities of phase transitions in thermomechanically processed Cu-Al-Mn shape memory alloys, ESOMAT 2009 - 8th European Symposium on Martensitic Transformations Prague, Czech Republic, September 7-11, 2009, published by EDP Sciences 17,France, indexată în bazele de date EDP Science - 05004.

Stanciu S, Bujoreanu L.G., <u>Cimpoesu Nicanor</u> (2009e), Brevet de invenție: *Aliaj cu memoria formei Cu-Zn-Al-Ni și procedeu de obținere*, număr de înregistrare 4740/4.09.2009.

Ştefan M., <u>Cimpoeşu N.</u>, Mihai D., (2009) Alloy composition optimization by evolutional methods (genetic algorithms), Buletinul Institutului Politehnic IaŞi, Tomul LV (LIX) Fasc. 3, 2009, Secția Știința Și Ingineria Materialelor, ISSN 1453-1690 pg. 213 – pg. 218, cat. B.

Aczel O., Bozan C., (1974) Dizlocații și frecarea internă la materialele metalice Ed. Facla Timișoara, 1974.

Adachi K., Perkins I., Wayman CM., (1986) - Type II Twins in Self-Acomodating Martensite Plate Variants in a Cu-Zn-Al Shape Memory Alloy. Acta metall. 24, 1986, pag. 2471-2485.

Bujoreanu L.G., (2002), Materiale Inteligente, ed. Junimea, Iași, România, 2002, 340pg.

Bujoreanu L.G., Stanciu S. și Stoica M., (1994b) – Analysis of the shape memory behaviour for a Cu-Zn-Al experimental alloy, Bull.Inst.Polit Iași, XL(XLIV), fasc. 1-2, sect. IX, 1994, 74-82.

Bujoreanu L.G., Stanciu S., (1998) Materiale cu memoria formei-Metode practice de analiză, Editura Cermi, 1998 ISBN 973-9378-28-5.

Bujoreanu L.G., Stanciu S., Dia V., (1994a), Efectul vitezei de deformare asupra pseudoelasticității de transformare la aliajele cu memoria formei, Metalurgia 46, 1994nr.10 pg.38-46.

Crăciunesu C.M. (1996) – Cercetări asupra aliajelor de cupru cu efect de memoria formei, Teză de doctorat, Universitatea Politehnica Timișoara, 1996.

Cullity B, (1978) Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley, Reading, Massachusetts, 1978.

De Jonghe W., De Baptist R., Delaey L. și De Bonte M., (1975) –Internal friction measurements on copper-zinc based martensite, Shape Mem. Eff. All., (Perkins, J., ed.), Plenum Press, 1975, 451-466.

Ghionea I., (2007) Proiectare asistată în Catia V5, Elemente teoretice și aplicații, Editura Bren București, 2007.

Koeda N., Omori T., Sutou Y., Suzuki H., Wakita M., Kainuma R., Ishida K., (2005) Mater. Trans. 46, 2005, pg. 118–122.

Lagoudas D. C., (2008) Shape Memory Alloys – Modeling and Engineering Applications, Edit. Departament of Aerospace Engineering, Texas A&M University 2008, ISBN 978-0-387-47684-1, 435 pg.

Lefeber I. și Delaey L., (1972) – The long period superlattice phases in tempered copper-aluminium martensite, Acta metall., 20, 1972, 797-802

Mantea St., Geru N., Dulămiță T. și Rădulescu M., (1970) Metalurgie fizică, București, Editura tehnică, 1970, cap. 6.

Miyazaki, S., Igo, I., Otsuka, K., (1986) Effect of Thermal Cycling on the Transformați on Temperatures of Ti-Ni Alloys, Acta metall, 34,1986, pag. 2045-2051.

Moisil G., Curatu E., (1986) Optică, Ed. Tehnică, București, 1986 Fizica Materialelor. Metode experimentale.

Otsuka K, Ren X., (2005) Prog Mater Sci 2005;50:511.

Otsuka K., Ohba T., Tokonami M. and Wayman C.M., (1993) – New description of long period stacking order structures of β -phase alloys, Scripta metallurgica et materialia, 29, 1993, 1359-1364.

Patoor E. și Berveiller M. (coordonnateurs), (1994) – Technologie des alliages à mémoire de forme. Comportement mécanique et mise en oeuvre, Hermès, Paris, 1994, ISBN 2-86601-426-X, 228.

Shugo Y, Hasegawa H, Honma T., (1981) Bull Res Inst Mineral Dressing Metall, Tohoku Univ 1981;37:79.

Song G., Ma N. şi Li H. N., (2006) Applications of shape memory alloys in civil structures, Engineering Structures 28 (2006) 1266–1274

Stanciu S., (1998) Cercetări privind influența unor factori metalurgici asupra proprietăților aliajelor cu memoria formei pe bază de cupru, Teză de doctorat, Universitatea Tehnică Iași 1998.

Stanciu S., (2009)b Materiale cu memoria formei – Metode de investigație și aplicații în tehnică, 2009 ed. Universitas XXI, 300pg, ISBN 978-606-538-004-2.

Stanciu S., (2009a) Materiale și Dispozitive pentru electronică – Îndrumar de laborator, ed. Universitas XXI, 2009

Van Humbeeck J., (1996) Damping Properties of shape Memory alloys During Phase Transformation, Journal de Physique IV, Volume 6, 1996.

Wayman C.M., Duering T.W., (1990), An introduction to martensite and Shape Memory in Engineering aspects of Shape Memory Alloys Butterworth Heineman 1990, pg. 3-20.

Wei J.N., Cheng H.F., Zhang Y.F., Han F.S., Zhou Z.C., Shui J.P., (2002) Mater. Sci. Eng. A 325 (2002) 444.

Wu M.H., (1990) – Cu-based shape memory alloys, Eng.Asp.Shape Mem.All. (Duerig, T.W. et al. eds.) Butterworth-Heinemann, 1990, 69-88

Xu, H., Muller, I., Three Different Ways to Influence the Hysteresis in Shape Memory alloys, în "Advanced Materials and Processes, Euromat 89" (editor E. Mornbogen), pag. 1363-1368.

Yinong Liu şi McCormick, P.G., **(1990)** – Factors influencing the development of two-way shape memory in NiTi, Acta metall., 38, 1990, 1321-1326

Yoshida I, Monma D, Iino K, Ono T, Otsuka K, Asai M., (2004) Mater Sci Eng A 2004;370:444.

Zener C., (1955) Elasticite et anelasticite des metaux Paris Dunod, 1955, cap V et VI. Zhang J.X., Fung P.C.W., Zeng W.G., (1995) Phys. Rev., B52(1995)268–277.

Zhang S. and McCormick P.G., (2000) – Thermodynamic analysis of shape memory phenomena – I. Effect of transformation plasticity on elastic strain energy, Acta mater., 48, 2000, 3081-3089.

Zhu S, Zhang Y., (2007) Seismic behaviour of self-centring braced frame buildings with reusable hysteretic damping brace. Earthquake Engineering and Structural Dynamics 2007;36:1329–46.

www.catia.com

http://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-d_429.html.

http://www.oxford-instruments.com/products/oes/stationary-laboratory/foundrymaster-pro/Documents/foundry-master-pro-flyer.pdf