



Corelatii proprietati mecanice-nanostructura in materiale compozite avansate cu distributie miez-invelis

*Roxana Mioara Piticescu ¹ Radu Orban ², Speranta Tanasescu ³,
Radu Piticescu ¹ si Mariana Lucaci ⁴*

¹ *Institutul National de CD pentru Metale Neferoase si Rare, Pantelimon, Ilfov*

² *Universitatea Tehnica din Cluj Napoca*

³ *Institutul de Chimie Fizica I.G.Murgulescu al Academiei Romane*

⁴ *INCDIE – ICPE CA Bucuresti*

CONTINUTUL PREZENTARII

1. INTRODUCERE

2. STADIUL PROBLEMEI

3. CERCETARI ORIGINALE:

3.1. SINTEZA COMPOZITELOR NANOSTRUCTURATE METALO-CERAMICE

3.2. CARACTERIZAREA COMPOZITELOR NANOSTRUCTURATE METALO-CERAMICE

PRIN DRX, SEM, MICROSCOPIE OPTICA

3.3. PROPRIETATI MECANICE

4. CONCLUZII

5. MULTUMIRI

INTRODUCERE

DEFINITIILE TERMENILOR UTILIZATI IN LUCRARE

nanomaterial

material having one or more external dimensions in the **nanoscale** or which is nanostructured

*NOTE **Nanomaterials** can exhibit properties that differ from those of the same material without **nanoscale** features.*

nanoscale

size range from approximately 1 nm to 100 nm

nanostructured

possessing a structure comprising contiguous elements with one or more dimension in the **nanoscale** but excluding any primary atomic or molecular structure

*NOTE 1 An example of a primary atomic or molecular structure is the arrangement of atoms in a crystalline solid. NOTE 2 The use of the term contiguous implies that a sphere of approximately 100 nm diameter, inscribed in a **nanostructured** material, will intersect more than one element of the structure.*

CONFORM ASTM E 2546 SI PUBLICATIILOR INSTITUTULUI DE NANOTEHNOLOGIE DIN MAREA BRITANIE

STADIUL PROBLEMEI

CARACTERISTICILE FIZICE SI CHIMICE ALE NANOMATERIALELOR CU INFLUENTA DEFINITORIE ASUPRA PERFORMANTEI PRODUSULUI (NANOPULBERI)

- ☑ Distributia dimensionala a particulelor.
- ☑ Distributia dimensiunilor de cristalit
- ☑ Suprafata specifica
- ☑ Compozitia chimica in volum.
- ☑ Morfologia particulelor.
- ☑ Caracteristicile curgerii.
- ☑ Densitate in vrac si aparenta
- ☑ Porozitate



PROCEDEE DE SINTEZA Metode chimice care permit controlul aranjarii atomilor de la scara nanometrica la scara macroscopica

☑ Procedee sonochimice:

particule amorfe de fier cu dimensiuni de 3-8 nm pe suport de dioxid de siliciu, aliaje de Fe-Co cu dimensiuni de particule de 10-20 nm, agregate poroase de particule de Mo_2C cu dimensiuni de 2 nm.

☑ Reducerea sarurilor in medii

apoase: $\text{Fe}_x\text{Cu}_{100-x}$, $\text{Fe}_x\text{Cu}_{100-x}$

☑ Procedul polioli in medii

neapoase: Fe, Cu, Co, Fe-Cu, Co-Cu

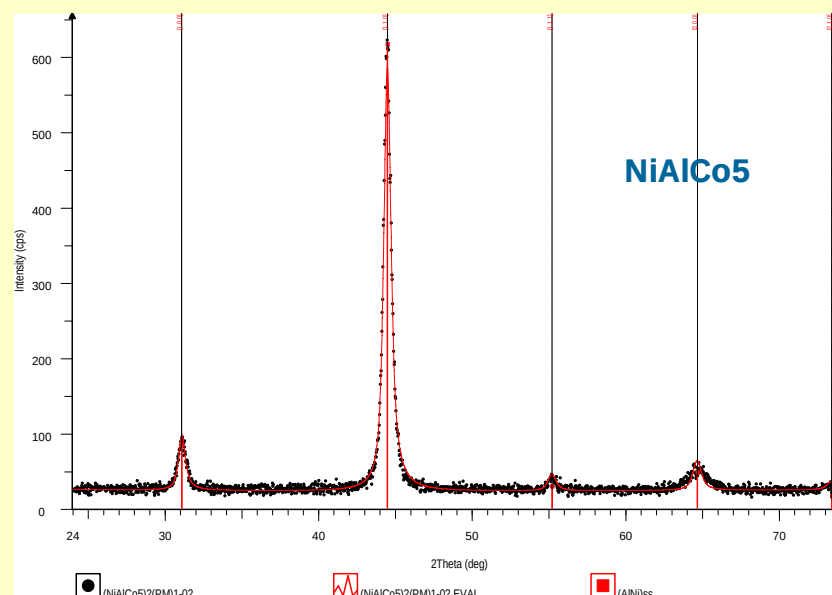
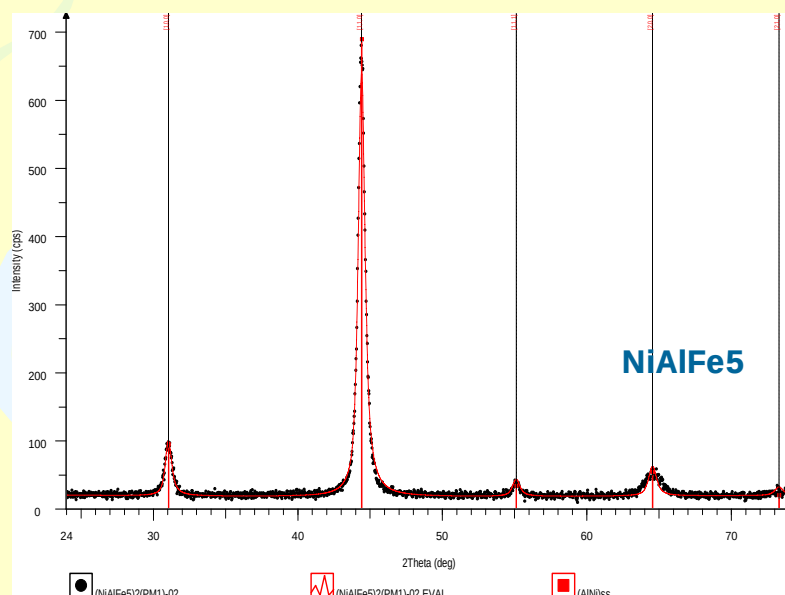
☑ Procedul sol-gel sau hidrotermal

CERCETARI ORIGINALE

SINTEZA COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE

Aspecte inovative

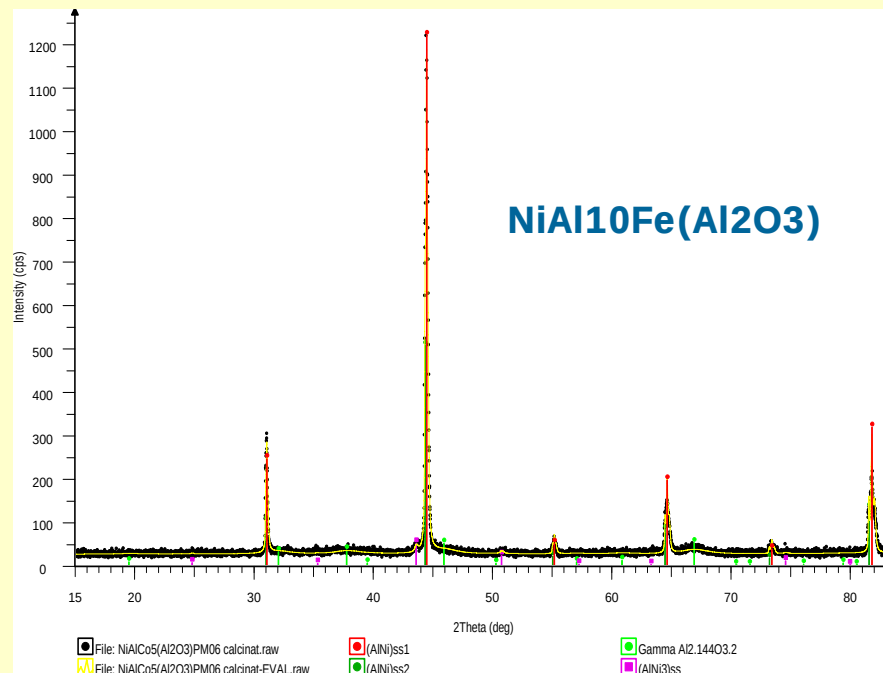
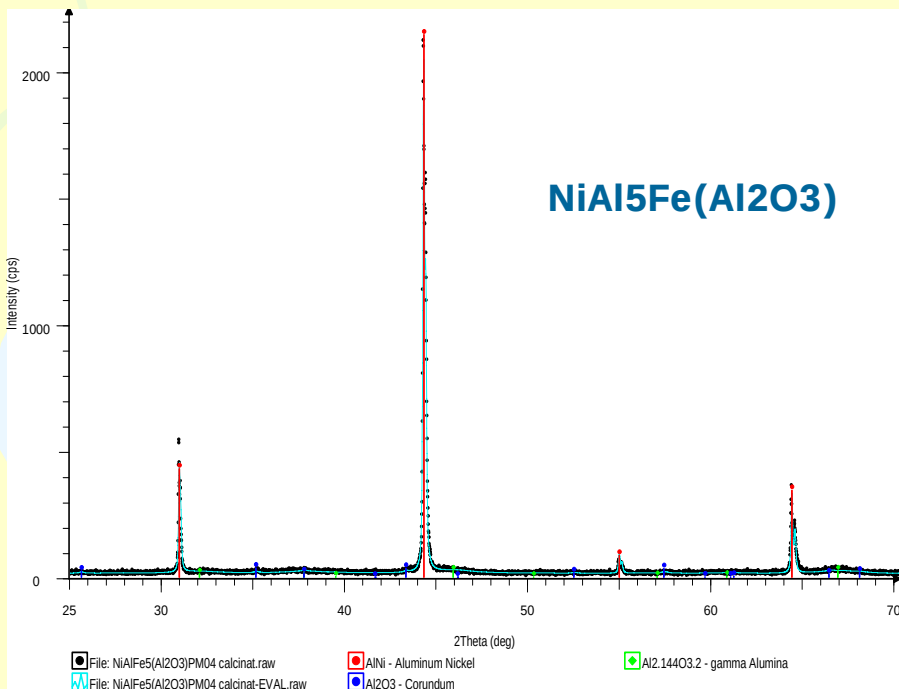
1. Sinteza cu autopropagare la temperatura ridicata(SHS) a compozitiilor NiAl(5/10)Fe sau Co



Cod proba	Parametru de retea	Dimensiuni medii de cristalit	Observatii
(NiAlFe ₅)	a=2.8825 Å	15.3 nm	Standard PDF 00-044-1188 pentru AlNi (parametru de retea a=2.888 Å)
(NiAlFe ₁₀)	a=2.8828 Å	14.5 nm	Standard PDF 00-044-1188 pentru AlNi (parametru de retea a=2.888 Å)
(NiAlCo ₅)	a=2.8796 Å	15.2 nm	Standard PDF 00-044-1188 pentru AlNi (parametru de retea a=2.888 Å)
(NiAlCo ₁₀)	a=2.8793 Å	14.2 nm	Standard PDF 00-044-1188 pentru AlNi (parametru de retea a=2.888 Å)

CERCETARI ORIGINALE

2. Sinteza prin procedeul sol-gel a compozitelor nanostructurate pe baza de NiAl(5/10) Fe sau NiAl(5/10) Co si alumina



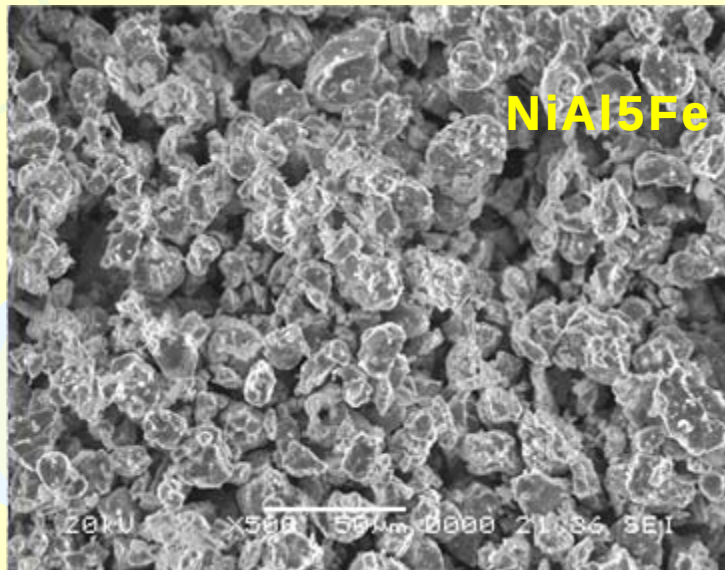
CERCETARI ORIGINALE

2. Sinteza prin procedeul sol-gel a compozitelor nanostructurate pe baza de NiAl(5/10) Fe sau NiAl(5/10) Co si alumina

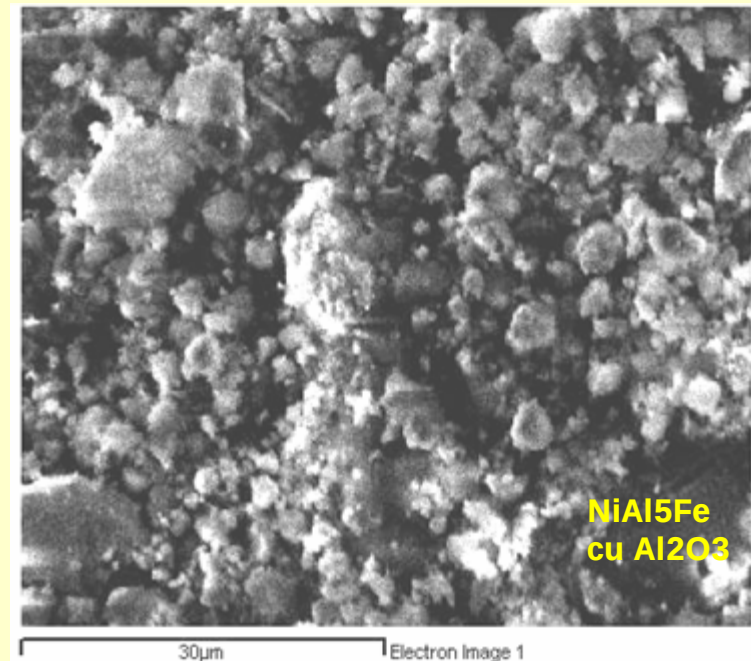
Faza	Numar PDF	Analiza semicantitativa de faza (% greutate)			
		NiAlFe ₅ (Al ₂ O ₃)	NiAlFe ₁₀ (Al ₂ O ₃)	NiAlCo ₅ (Al ₂ O ₃)	NiAlCo ₁₀ (Al ₂ O ₃)
(AlNi)ss1	044-1188	67.5 <i>a</i> = 2.88734 Å <i>d</i> cristalit = 85 nm	65.0 <i>a</i> = 2.88664 Å <i>d</i> cristalit = 98 nm	52.8 <i>a</i> = 2.87802 Å <i>d</i> cristalit = 54 nm	65.8 <i>a</i> = 2.87553 Å <i>d</i> cristalit = 62 nm
(AlNi)ss2	044-1188	-	-	14.9 <i>a</i> = 2.88510 Å <i>d</i> cristalit = 104 nm	-
(AlNi ₃)ss	065-6613	-	-	1.5 <i>a</i> = 3.59217 Å <i>d</i> cristalit = 31 nm	0.5 <i>a</i> = 3.59022 Å <i>d</i> cristalit = 31 nm
Al ₂ O ₃ 03.2 Gamma Alumina / Alumina amorfa	079-1558	29.3	27.3	15.9 <i>a</i> = 7.8978 Å <i>d</i> cristalit = 4 nm	23.6 <i>a</i> = 7.88178 Å <i>d</i> cristalit = 5 nm
α Al ₂ O ₃ (hex)	070-5679	3.2	7.7	Posibil urme	10.1 4.75970/12.99350 <i>d</i> cristalit = 65 nm

CERCETARI ORIGINALE

CARACTERIZAREA COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE



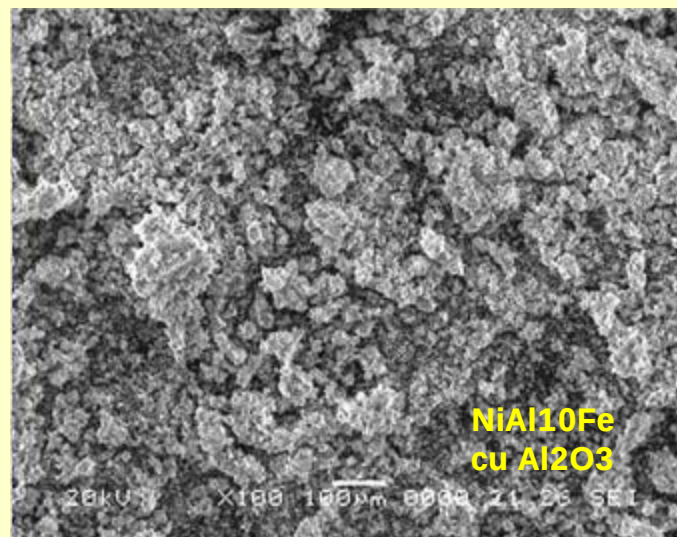
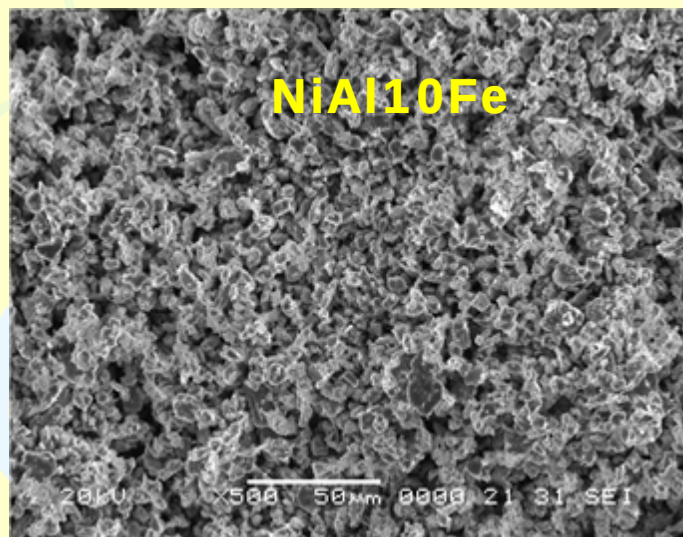
Conglomerat de particule cu dimensiuni variind in limite restranse, avand forma poliedrala cu fatete lucioase – de rupere prin clivaj - in procesul de dezintegrare mecanica. Muchii si colturi usor rotunjite ca urmare a fortelor de frecare dintre particule.



Multitudine de particule mici, cu dimensiuni variabile – de la valori de 5 ÷ 10 µm la valori submicronice. Muchii rotunjite → dovada a acoperirii cu Al2O3

CERCETARI ORIGINALE

CARACTERIZAREA COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE

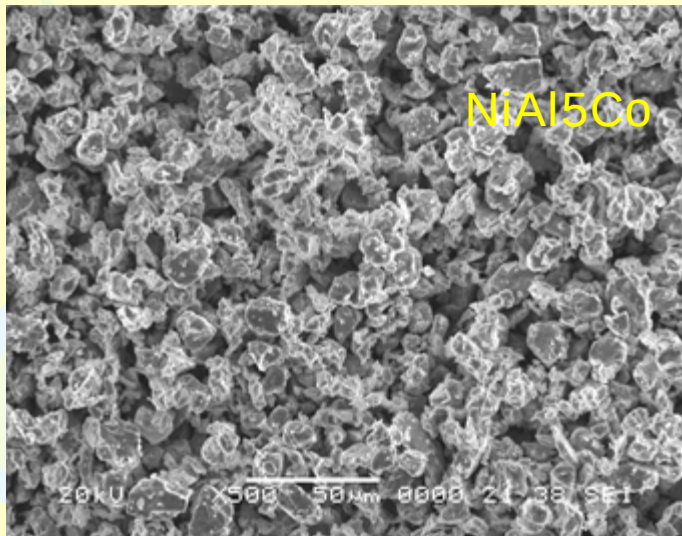


Conglomerat de pulbere foarte fina, mai fina decat NiAl5Fe. Continutul superior de Fe (10,gr. %) determina particule de granulatie aproape uniforma, cu fatete de rupere prin clivaj si muchiile rotunjite dar, aparent, mai putin decat in cazul probei NiAl5Fe.

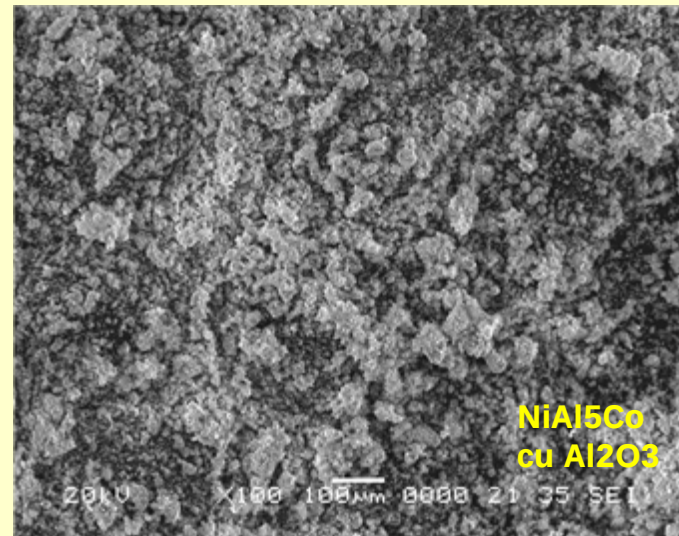
Pulbere mai fina si cu uniformitate dimensionala mai ridicata decat NiAl5Fe cu alumina. Mai putine conglomerate si de dimensiuni mai mici.

CERCETARI ORIGINALE

CARACTERIZAREA COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE

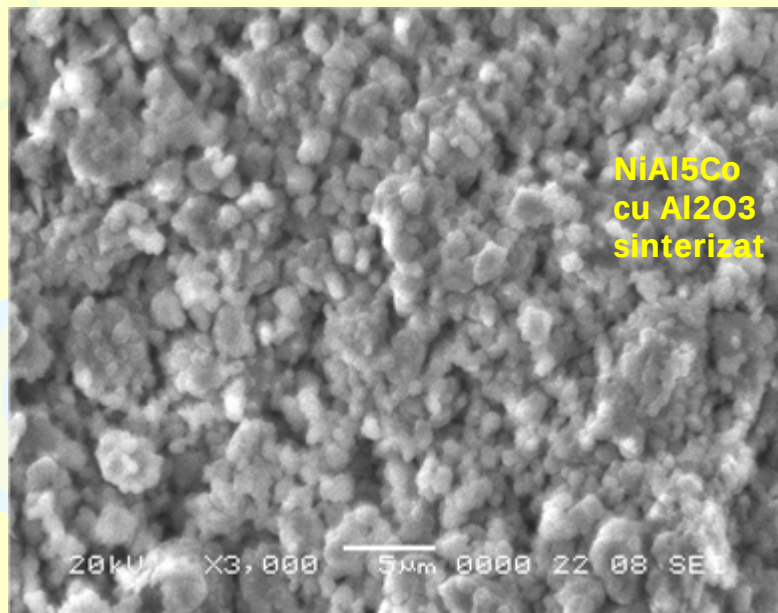


Conglomerat de pulbere relativ fina, comparabila cu NiAl_5Fe . Particule de granulatie aproape uniforma, poliedrale, cu fatete de rupere prin clivaj stralucitoare si muchii rotunjite.

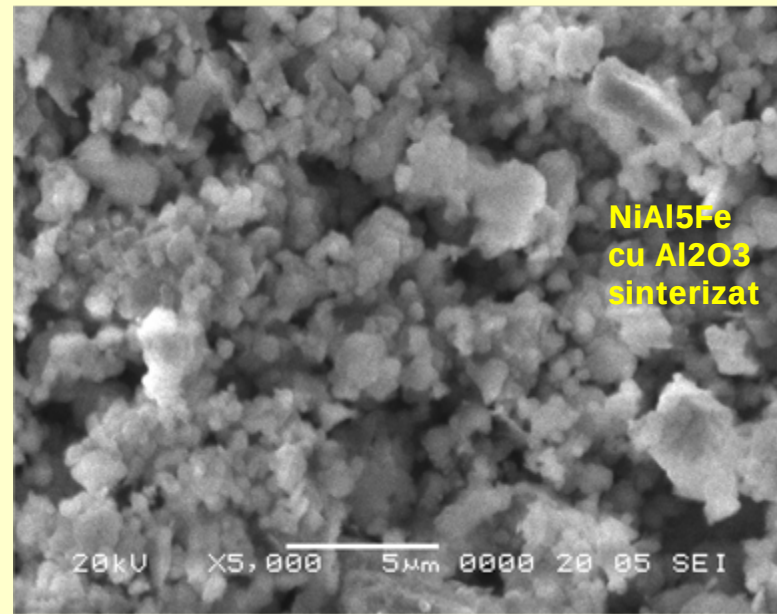


Particule poliedrale fine (sub $\sim 80 \mu\text{m}$), de granulatii intr-o gama relativ larga de dimensiuni.

CARACTERIZAREA COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE



Zona densa, cu particule de dimensiuni relativ uniforme si forme rotunjite, legate prin puncti. Pori putini si de dimensiuni mici.



Particule de diferite dimensiuni, predominant fine, legate intre ele prin puncti de legatura, formand o retea spatiala cu pori interpatrunti.

CERCETARI ORIGINALE

PROPRIETATI MECANICE ALE COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE

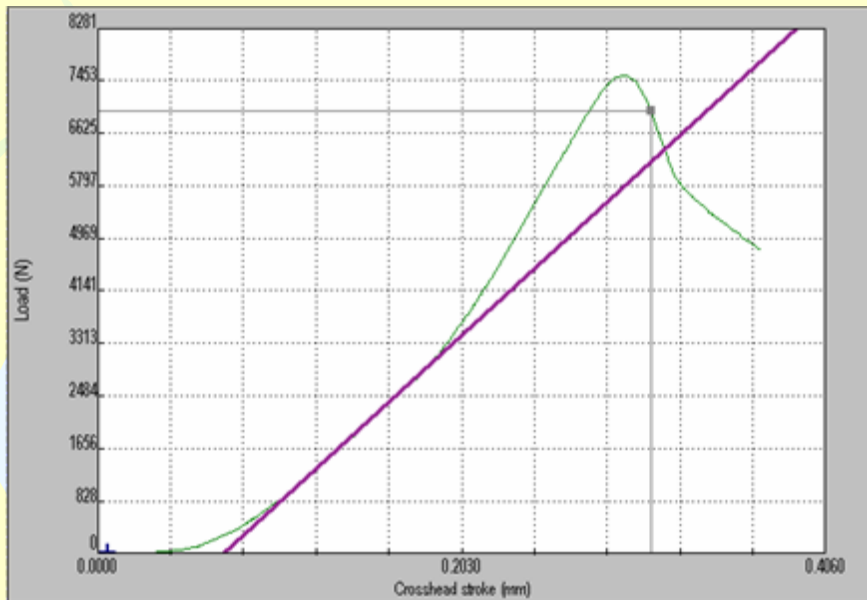


Diagrama de incercare mecanica pentru proba NiAl10Fe cu Al2O3. Se remarca o buna comportare a materialului la sollicitarea de compresiune, diagrama de incercare obtinuta avand alura similara diagramelor tipice pentru categoria de materiale care se rup la compresiune.

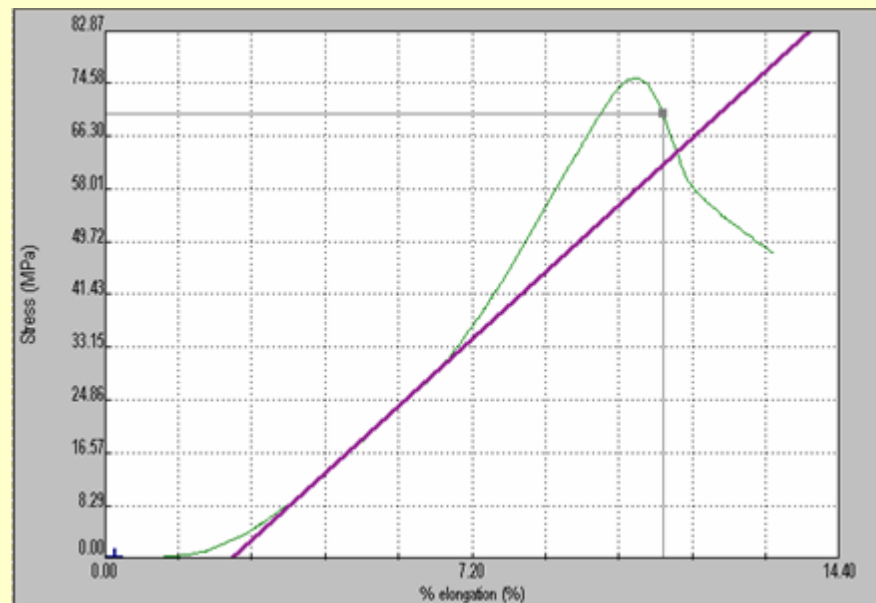
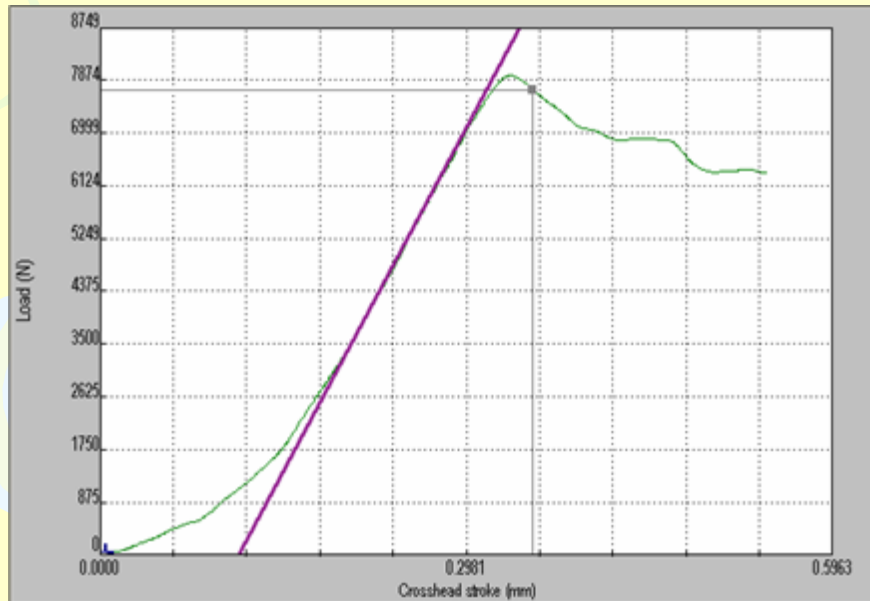


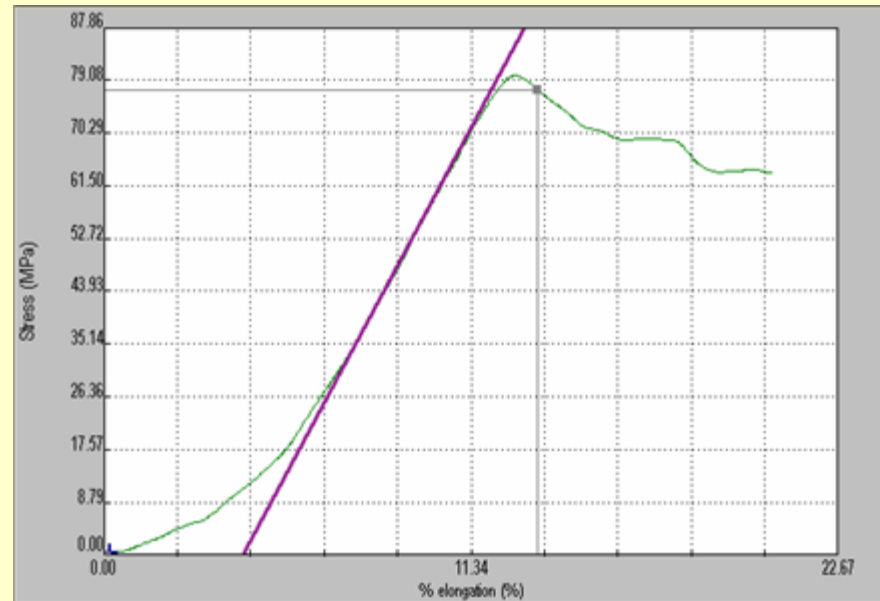
Diagrama de sollicitare mecanica pentru proba NiAl10Fe cu Al2O3.

CERCETARI ORIGINALE

PROPRIETATI MECANICE ALE COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE



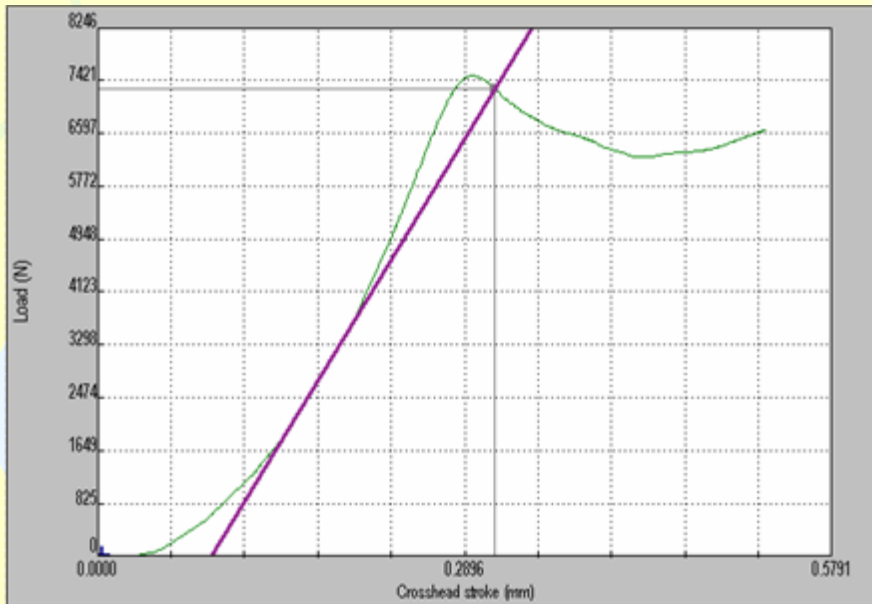
**Diagrama de incercare mecanica pentru proba
NiAl5Co cu Al2O3**



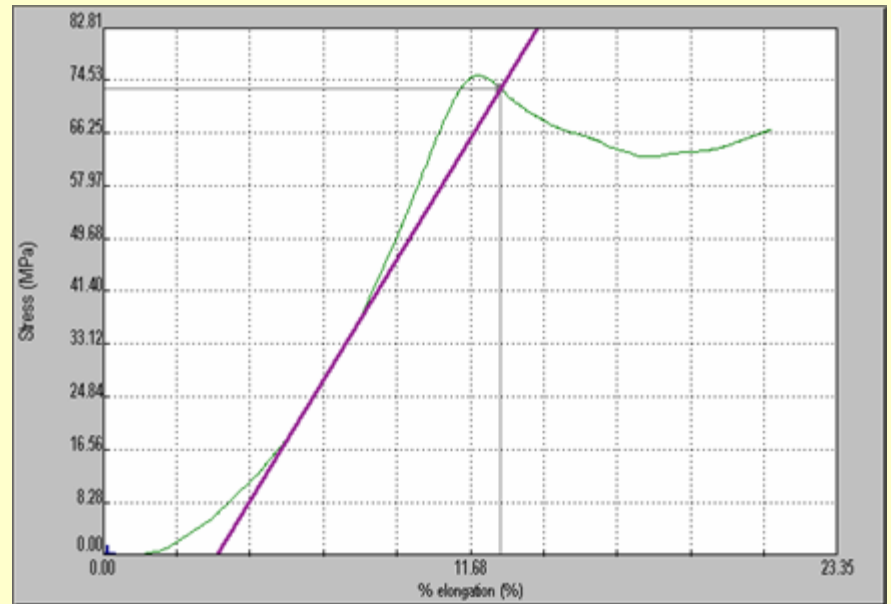
**Diagrama de sollicitare mecanica pentru proba
NiAl5Co cu Al2O3**

CERCETARI ORIGINALE

PROPRIETATI MECANICE ALE COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE



**Diagrama de incercare mecanica pentru proba
NiAl10Co cu Al₂O₃**



**Diagrama de sollicitare mecanica pentru proba
NiAl10Co cu Al₂O₃**

CERCETARI ORIGINALE

PROPRIETATI MECANICE ALE COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE

Rezultatele incercarii la compresiune

Specimen code	Diameter (d)	Section (S)	Ft	Fm	Rm	E
	(mm)	(mm²)	(N)	(N)	(N/mm²)	(N/mm²)
NiAl5Fe cu Al2O3	11.28	99.93	6964.75	7528.50	75.34	25887.22
NiAl5Co cu Al2O3	11.26	99.58	7710.75	7953.75	79.87	23798.83
NiAl10Co cu Al2O3	11.26	99.58	7292.25	7496.25	75.28	26804.94

CERCETARI ORIGINALE

PROPRIETATI MECANICE ALE COMPOZITELOR METALO-CERAMICE NANOSTRUCTURATE

Scurtarea specifica la rupere si Modulul de elasticitate corectat

Cod proba	Scurtare specifica la rupere, A_{cn} [%]	Modul de elasticitate corectat, E_c [MPa]
NiAl5Fe cu Al₂O₃	10,94	25.887,22
NiAl5Co cu Al₂O₃	13,38	38.361,42
NiAl10Co cu Al₂O₃	12,49	32.707,12

CONCLUZII

- ☺ ***Rezultatele obtinute evidentiaza faptul ca procedeul de sinteza chimica elaborat permite obtinerea unor nanostructuri cu miez metalic si invelis ceramic, stabile in timpul procesarii prin presare si sinterizare.***
- ☺ ***Din analizele SEM si EDS intreprinse in sectiuni slefuite ale probelor de materiale compozite sinterizate NiAl(Fe/Co) – Al₂O₃, deci in volumul acestora, a rezultat cu certitudine ca stratul ceramic de acoperire s-a pastrat in timpul sinterizarii. Legaturile dintre particule la sinterizare s-au realizat prin intermediul acestui strat, nefiind evidentiata participarea miezului de NiAl(Fe/Co) la realizarea lor.***
- ☺ ***Diagramele corespunzatoare incercarilor preliminare la compresiune au evidenciat o tendinta ascendenta a curbei dupa zona de elasticitate liniara. Deoarece materialul ceramic nu prezinta fenomenul de ecruisare, aceasta marcheaza efectul de ranforsare exercitat de miezul pulberilor compozite din care s-a realizat materialul, compusul aliat NiAl(Fe/Co).***



CERCETARILE AU FOST FINANTATE PRIN CTR. CEEX 290/2006

MULTUMIRI:

Fizician VIOREL BADILITA –INCDMNR-IMNR - pentru analiza DRX

MULTUMESC PENTRU ATENTIE!