

Procedura de pregătire a probelor pentru caracterizarea microstructurală.

Fiecare etapă de cercetare / caracterizare microstructurală, a aliajul investigat (Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe), a pornit cu debitarea de probe de material. În acest scop a fost folosită o mașină de tăiere de precizie cu disc diamantat, **Metkon MICRACUT 202** (figura 9). Debitarea probelor a fost efectuată cu următorii parametrii: diametrul discului de debitare 150 mm, viteza de rotație a discului de debitare 2000 rpm, viteza de debitare 50 $\mu\text{m/s}$. Discurile diamantate folosite au fost **NX-MET XDLM 150 x 0.5 x 12.7 mm MetalBond**. După debitare, probele au fost pregătite în vederea analizei structurale, fiind acordată o atenție deosebită operației de înglobare cu scopul de a evita pe cât posibil supra-încălzirea probelor. Probele metalice au fost înglobate la cald, folosind o mașină de înglobat **Buehler SimpliMet 2** (figura 10), în rășină **NX-MET XPHC Carbon Conductive Phenolic**, în vederea șlefuirii - lustruirii. Parametrii de înglobare au fost: temperatura de înglobare 135°C; durata de menținere la temperatură 10 min. Probele înglobate au fost supuse ulterior șlefuirii - lustruirii. Această operație a fost efectuată pe un echipament **Metkon Digiprep ACCURA** (figura 11). Viteza platanului central de lucru este reglabilă în intervalul 10 – 600 rot/min, iar viteza suportului de probe în intervalul 10 - 120 rot/min. Mașina oferă atât aplicarea centrală a forței de presare, cât și individuală, pe fiecare probă. În vederea efectuării analizelor structurale probele înglobate au fost pregătite prin șlefuire - lustruire, conform parametrilor prezentați în tabelul 1.



Fig. 9. Mașină de tăiere de precizie cu disc diamantat Metkon MICRACUT 202.



Fig. 10. Mașină de înglobat Buehler SimpliMet 2.



Fig. 11. Mașină automată de șlefuire și lustruire Metkon Digiprep ACCURA.



Fig. 12. Mașină vibropolșare Buehler VibroMet 2.

Tabelul 1. Procedura de șlefuire – lustruire aplicată aliajului Ti-Nb-Ta-Zr.

Etapă	Disc folosit	Mediu de lucru	Timp, min	Viteza rotație, rpm	Forța, N
1	NX-MET XPAC SIC - P180	Apă	~ 0,5	CCW 200/50	25
2	NX-MET XPAC SIC - P320	Apă	~ 0,5	CCW 200/50	25
3	NX-MET XPAC SIC - P600	Apă	~ 0,5	CCW 200/50	25
4	NX-MET XPAC SIC - P1000	Apă	~ 0,5	CCW 200/50	25
5	NX-MET XPAC SIC - P2500	Apă	~ 0,5	CCW 200/50	25
6	NX-MET X240 Flocked Soft	NX-MET XP15 - 6μm	5 - 6	CCW 150/50	20
7	NX-MET X220 Flocked Soft	NX-MET XP15 - 3μm	4 - 5	CCW 150/50	20
8	NX-MET X200 Flocked Soft	NX-MET XP15 - 1μm	3 - 4	CCW 150/50	20
9	NX-MET X100 Microporous	NX-MET XA05 - 0.05μm + 20%H_2O_2	10	CCW 150/50	20

Operația de șlefuire – lustruire s-a terminat cu o etapă finală de super-lustruire, etapă efectuată pe o mașină de vibropolșare **Buehler VibroMet 2** (figura 12). Parametrii etapei de super-lustruire au fost: NX-disc folosit **NX-MET X220 Flocked Soft**; mediu de lucru **NX-MET XA05 - 0.05 μm (Colloidal Silica) + 20% H_2O_2** ; intensitate 6; durata de super-lustruire 12 ore. Aspectul probelor pregătite metalografic este prezentat în figura R.

Pentru punerea în evidență a microstructurii aliajului, după etapa de șlefuire – lustruire, probele au fost atacate cu o soluție de atac (*reactiv Kroll*) având compoziția: 6 ml acid azotic (HNO_3) + 3 ml acid fluorhidric (HF) + 91 ml apă distilată; cu o durată a atacului de 40 – 60 secunde.

Procedura de caracterizarea microstructurală a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Analiza microstructurală SEM a probelor pregătite metalografic (figura 13) fost realizată cu ajutorul unui microscop cu scanare de electroni (SEM), model **TESCAN VEGA II – XMU** (figura 14), care poate lucra în modurile *SEM-SE*, *SEM-BSE*, *SEM-EDS* (detector **Bruker xFlash 6/30**) și *SEM-EBSD* (detector **Bruker eFlash 1000**). Prin analiză microstructurală SEM s-au analizat următoarele caracteristici: structura fazică; morfologia fazelor; distribuția dimensiunii de grăunte; dimensiunea medie a grăunților; orientare cristalografică grăunți, analiză sisteme de alunecare/maclare, analiză figuri de poli, etc. Datele SEM-EBSD au fost procesate cu ajutorul pachetului software specializat MTEX Toolbox v. 5.7.0.



Fig. 13. Aspectul probelor înglobate / șlefuite-lustruite / atacate.

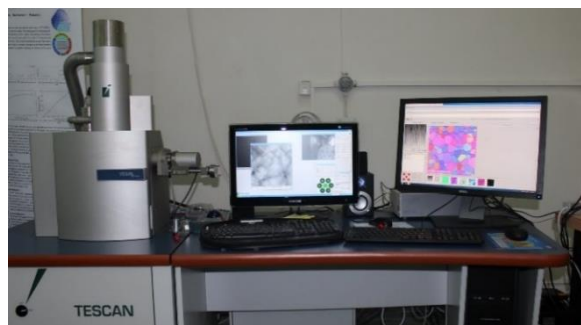


Fig. 14. Microscopul electronic SEM – TESCAN VEGA II – XMU.