

Îmbunătățirea performanței straturilor pulverizate de tip NiCrBSi prin retopire
cu ajutorul inducției electromagnetice

Improvement of NiCrBSi sprayed coatings performance by electromagnetic
induction remelting

Teză de doctorat – Rezumat în limba română

pentru obținerea titlului științific de doctor la

Universitatea Politehnica Timișoara

în domeniul de doctorat Ingineria Materialelor

autor ing. Petru Cristian Valean

conducător științific Prof.univ.dr.ing. Viorel-Aurel Șerban

luna iunie anul 2022

Cuprins

1. Introducere	Error! Bookmark not defined.
2. Stadiul actual	3
3. Echipamente și metodologie	6
4. Rezultate și discuții	7
5. Concluzii și contribuții personale,	18
6. Referințe bibliografice	19

1. Introducere

Dezvoltarea societății este puternic dependentă de asigurarea resurselor energetice. Crizele energetice succesive cu impact major la nivel mondial impun identificarea și a altor măsuri precum eficientizarea și optimizarea proceselor tehnologice de obținere, prelucrare a materiilor care includ inclusiv identificarea de noi soluții tehnologice de fabricație, de reducere a costurilor legate de întreținerea, repararea, reabilitarea, de creștere a duratei de viață a echipamentelor.

Un exemplu sugestiv este dezvoltarea de noi ansambluri mai durabile, cu un comportament îmbunătățit la uzură și o rezistență foarte mare la coroziune în medii extrem de agresive (mine de cărbune, medii marine, hidrocentrale). Protecția suprafețelor acestor componente supuse acțiunii acestor medii se poate realiza prin mai multe metode (depuneri electrolitice, conversia straturilor superficial, tratamente termice si termochimice de suprafață , aplicarea unor straturi de protecție etc)

Tehnicile de depunere a straturilor de acoperire s-au dezvoltat continuu astfel încât aproape orice tip de material (metale, oxizi, cermeturi) poate fi utilizat, fiind în beneficiul unui număr important de sectoare economice (industria automotive, chimică, aerospațială, alimentară, a țigărilor, medicală, nucleară, textilă sau transporturi [1], [2] Cu toate că materialele utilizate și tehnologiile aferente au progresat într-un ritm extrem de rapid, există o mare lipsă în zona protecției în diferite medii agresive.

Durata de funcționare a unei componente poate fi extinsă prin diferite metode. O parte importantă dintre acestea sunt direcționate spre reducerea uzării adezive, abrazive, erozive sau coroziunii datorate expunerii componentelor în diferite medii agresive ce conduc la deteriorări ale pieselor cu costuri nedorite [3,4]. Pulverizarea termică, alături de alte metode de acoperire și tratamente ulterioare contribuie la diminuarea acestor efecte.

1.2 Scopul lucrării

Scopul tezei de doctorat este obținerea de acoperiri de înaltă calitate (din punct de vedere al rezistenței la coroziune și la uzură) prin parcurgerea a două etape, utilizând o procedura simplă și ieftină de depunere de straturi de acoperire pulverizate termic cu flacără (pasul I) și aplicarea unui proces ulterior de retopire a acestora cu ajutorul curenților de înaltă frecvență. (pasul II).

Dintre toate metodele de depunere la flacără, cea mai ieftină și mai productivă este depunerea cu flacără de oxiacetilenă. În urma cercetării literaturii de specialitate, se știe că acoperirile obținute prin acest procedeu sunt formate din mai multe straturi cu structură lamelară, porozitate foarte mare și posibilitatea iminentă de delaminare [5]. În acest caz de depunere de pulbere, dezavantajul major este că la interfață particula prezintă o ancorare mecanică la substrat și prezintă riscul de exfoliere la expunerea unui agent/forță extern.

În aceste condiții aplicarea unui tratament post- depunere se impune în mod imperios . S-a recurs la retopirea stratului cu ajutorul inducției electromagnetice avându-se astfel în

vedere îmbunătățirea aderenței și reducerea drastică a porozității

Obiectivele specifice și activitățile aferente sunt:

- **dezvoltarea de straturi funcționale** de înaltă calitate din familia materialelor autofluxante pe baza de Ni cu rezistență bună la uzură și coroziune în medii agresive și cu aderență îmbunătățită la substrat
- **optimizarea parametrilor** tratamentului post procesare (retopirea prin inducție) în vederea eliminării porozității și îmbunătățirea aderenței straturilor la substrat;
- **optimizarea procesului** pentru implementarea pe liniile de fabricație industriale
- **caracterizarea straturilor** obținute prin: microscopie optică (MO), microscopie electronică de baleiaj (SEM) combinată cu spectroscopie cu energie dispersivă de raze X (EDX), difracție de raze X (XRD), duritate (HV), evaluarea adeziunii la substrat prin indentare la interfață, evaluarea comportamentului tribologic (POD) și a rezistenței la coroziune (NSS).

2.Stadiul actual

Actualmente tot mai multe piese/componente au nevoie de un strat superficial care sa le ofere o durabilitate sporita in timpul lucrului in mediile agresive si nu numai.

Aceste componente pot fi supuse la diferite solicitări mecanice, chimice, termice sau termochimice. Tensiunile individuale pot fi următoarele și pot duce la:

- tensiuni chimice: coroziune
- tensiuni termice: îmbătrânire și fluaj
- tensiuni mecanice: oboseala și uzura

În realitate de cele mai multe ori, aceste tensiuni sunt combinate între ele rezultând următoarele tipuri de tensiuni și efecte ale acestora.

- Mecanico-chimice: coroziune prin frecare și cavitație
- Mecanico-termice: oboseală la temperatură ridicată
- Chimico-termice: coroziune la temperaturi ridicate.

Marea majoritate a proceselor de acoperire au fost dezvoltate cu același scop:să conducă la obtinerea unor caracteristici superioare astfel încât stratul de protecție să răspundă exigențelor și în același timp procesul să aibă calitate, eficiență și reproductibilitate înaltă.

Pulverizarea termică se consideră ca fiind una din principalele metodele de acoperiri termice pentru obtinere straturilor funcționale. Este un proces prin care un material metalic, ceramic, cermet sau polimer este depus pe un substrat, oferind un strat protector. Materialul consumabil, de pulverizare, este alimentat într-un echipament care îl va transforma într-o stare semi topită și îl va accelera cu ajutorul unui jet de gaz către substrat. Pe suprafața materialului de bază se depun mai multe straturi sub formă de lamele subțiri, care se suprapun și se ancorează mecanic între ele

a) Pregatirea substratului

Pentru a realiza un produs de înalta calitate conform cu cerințele clientului, este neapărat necesara parcurgerea unui set de operații prezentate in Figura 1.1

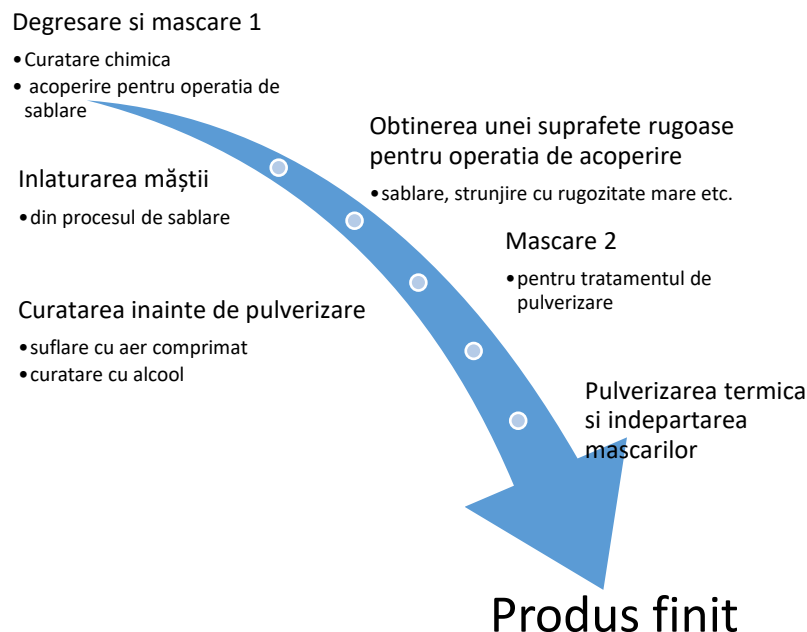


Figura 1.1 Tratamente de suprafata aplicate inaintea pulverizarii termice

b) Proiectarea componentelor pentru pulverizarea termica

Deoarece jetul de pulverizare este întotdeauna în linie dreaptă, doar părțile din față lui pot fi pulverizate. În funcție de procesul de pulverizare utilizat, există diferite unghiuri de flacără. Unghiul optim de impact al particulelor pulverizate și de apropiere de materialul de bază este de 80-90°. Abateri de până la 45° sunt posibile în cazuri excepționale, dar cu o calitate mai slabă a acoperirii iar unele particule care nu ajung pe strat vor fi trase în exhaustoare.

Daca sunt pulverizate suprafețe cu unghiuri drepte sau caneluri, acoperirea va fi întotdeauna mult mai pronunțată la vârful și colțul ascuțit al canelurii, ceea ce nu va da stabilitate acestui strat și de asemenea aderența nu va fi standard. Pentru a elimina această problemă, pistolul ar trebui să se retragă întotdeauna când atinge această canelură sau unghiul de 90°. În *Figura 1.2* sunt prezentate schițele preferate pentru pulverizarea termică în care nu vor fi probleme în timpul procesului. Se poate observa că este de dorit ca marginile să fie rotunjite pentru a nu fi concentratoare de tensiuni și în timp acoperirea nu va fisura. Pe de altă parte, la unghiuri de 90° ar fi indicat că stratul depus să se termine întotdeauna într-o canelură la o distanță de cel puțin 5 mm față de umăr. De asemenea, nu este indicat ca aceste caneluri să aibă margini drepte, cel mai indicat este ca ieșirile lor să fie în arc de cerc, de preferință cât mai mare.

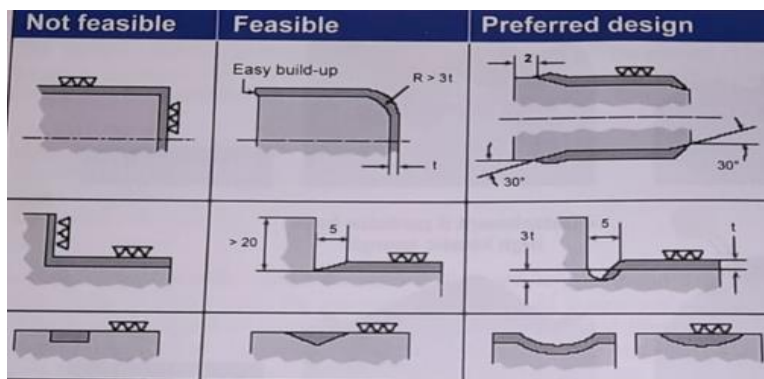


Figura 1.2 Proiectarea componentelor pentru pulverizare termică

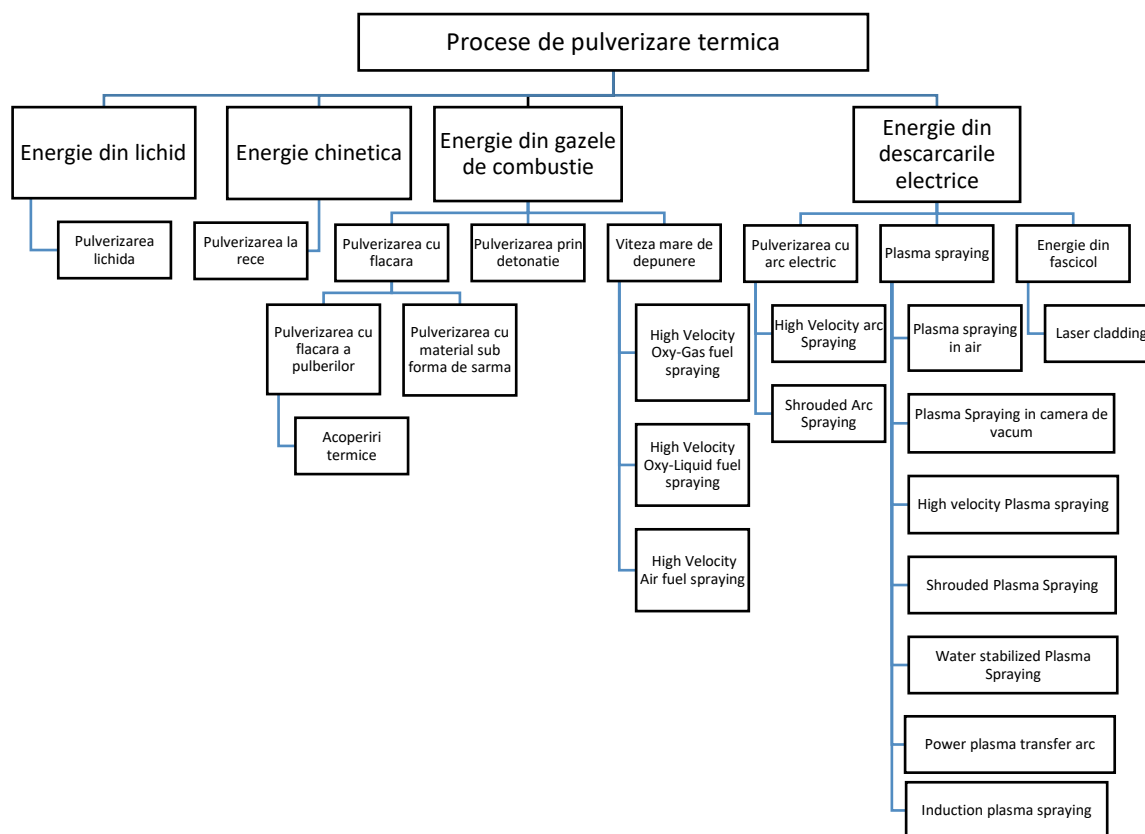
c) Clasificarea procedeelor de pulverizare termică

În funcție de sursa de energie utilizată, procesele de pulverizare termică pot fi clasificate în mai multe grupe principale, dintre care enumerăm: energie din lichid topit, energie din arderea gazelor, energie cinetică, descărcare electrică sau fascicule de electroni.

Fiecare dintre grupele enumerate are caracteristicile sale distinctive precum entalpia, viteza de depunere a stratului, grosimea stratului care poate fi depus, temperatura la care are loc procesul. Aceste caracteristici au o influență directă asupra calității acoperirii. Acestea includ porozitatea, aderența acoperirii la substrat, conexiunea internă între particule, oxizii prezenți în fiecare strat care formează acoperirea finală.

În multe situații se va alege un proces mai ușor de manevrat în condițiile date, chiar dacă calitatea este puțin mai scăzută, dar acceptabilă.

Figura 2.4 prezintă o clasificare a acestor procese în funcție de energia utilizată.



d) Post-procesarea acoperirilor pulverizate

Pentru a modifica microstructura acoperirilor, acestea trebuie ulterior, procesului de pulverizare, supuse unor proceduri diferite de tratare a suprafeței. Aceste procese urmăresc îmbunătățirea densității, reducerea oxizilor, reducerea tensiunilor interne etc. Potrivit lui J.R. Davis, există trei categorii principale în care aceste procedee pot fi împărțite pentru a îmbunătăți calitatea stratului rezultat:

- Tratamente fizico-chimice: cromare, aluminizare, etanșare;

- Procese termice: fuziune, tratamente termice, difuzie, presare izostatică, retopiri ale stratului
- Prelucrări mecanice: frezare, strunjire, sablare, lustruire;

e) Uzura materialelor

Uzura este de obicei definită ca îndepărtarea materialului din corpurile solide, cauzată de contact și mișcare relativă, care modifică starea inițială a suprafețelor de contact. În consecință, uzura este rezultatul unui contact tribologic care are loc între două suprafețe în mișcare. Uzura apare în toate cazurile în care există frecare, fie că este utilă sau dăunătoare. Rezultatul procesului de uzură este exprimat în unități de lungime, volum, masă, timp de funcționare până la scoatere din funcțiune a produsului. Literatura de specialitate în domeniul tribologiei oferă o mare varietate de clasificare a tipurilor de uzură și posibile soluții la problemele de uzură. Versiunea propusă de Barwell în 1957 cu privire la 4 tipuri de uzură de bază este general acceptată. Aceste tipuri de uzuri sunt următoarele:

- uzura abrazivă
- uzura prin eroziune
- uzura de aderență
- uzura la oboseală

În concluzie în acest capitol al tezei este prezentat stadiul actual al cercetărilor din domeniu, procedeele care sunt folosite actualmente în industria constructoare de mașini în domeniul de inginerie a suprafețelor și problemele care apar la componentele unor produse care lucrează în regimuri dure.

3 Echipamente și metodologie

a) Echipamente

În derularea experimentărilor și cercetărilor au fost folosite echipamente din laboratoare:

- Universității Politehnica Timișoara,
- Universității de Științe Aplicate, Westfälische Hochschule, Gelsenkirchen, Germania
- Laboratorul de testare al firmei Karl Schumacher GmbH, Bochum, Germania

Dintre principalele echipamente utilizate se pot enumera:

- Mașina de tăiere (Discotom-2, Struers)
- Presa de împachetare la cald (ProntoPress-20, Struers)
- Echipamente de șlefuire și lustruire (RotoPol-V, Struers)
- Microscop electronic de baleiaj (ESEM XL 30, Philips)
- Spectrometru de difracție al razelor X (EDAX)
- Microscop confocal de scanare laser (VK-X, Keyence)
- Difractometru de raze X (X'Pert, Philips)
- Instrument de analiză termogravimetrică (STA 449 F1 Jupiter, Netzsch)
- Mașina de încercare la duritate (KB250, KB Prüftechnik)
- Micro Vickers Hardness Tester (ZHVμ, Zwick / Roell)
- Tribometru pin on disc (TRB, CSM Instruments)
- Potentiostat / Galvanostat (VoltaLab PGP201, Radiometer Analytical)
- Pistol de pulverizare termică (Methatherm MPP 85)
- Sistem de încălzire inductivă (Ambrell Ekoheat)
- Sistem de încercare la ceață salină (Liebisch S 1000 M-SC)

b) Metodologie

Programul experimental și de cercetare a cuprins următoarele etape:

- alegerea celor trei tipuri de pulbere;
- depunerea prin procedeul de pulverizare termic cu flacăra oxiacetilenică a materialului, sub forma de pulbere, pe un oțel slab aliat;
- retopirea stratului pulverizat ce a necesitat o optimizare a parametrilor procesului apelând-se la o proiectare a experimentelor prin intermediul metodei Taguchi.
- determinarea caracteristicilor și proprietăților a straturilor obținute inclusiv a materialelor utilizate. Astfel pentru pulberile selectate s-a utilizat analiza termică diferențială (DTA). Microscopia optică și cea confocală cu laser (CLSM) a fost folosită pentru determinarea porozității (mărimea și distribuția porilor) prin procesarea microgafiilor într-un soft dedicat. Morfologia, compoziția chimică și calitatea regiunii strat-substrat a fost examinată utilizând microscopia optică cu baleaj (MEB) combinată cu spectroscopie cu energie dispersivă de raze X (EDX). Schimbările de fază ale pulberii, ale stratului depus prin pulverizare și tratat termic au fost analizate cu un difractometru de raze X (XRD). Duritatea stratului la suprafață și în secțiune transversală a fost evaluată prin realizarea de indentații Vickers. Investigațiile tribologice realizate prin utilizarea unui aranjament pin-on-disc au ajutat la compararea coeficienților de frecare și a ratelor de uzare ale stratului dezvoltat cu un strat de referință ales. Teste electrochimice au fost realizate într-o celulă cu trei electrozi pentru a evalua comportamentul straturilor dezvoltate în comparație cu un strat de referință.

4 Rezultate și discuții

Prima etapă a procesului tehnologic constă în depunerea stratului de acoperire cu pulbere pe bază de NiCrBSi.

I. Pulverizare cu flacăra de oxi-acetilenică

4.1 Materialul depus

Aliajele autofluxante pe bază de nichel sunt cunoscute pentru omogenitatea ridicată a straturilor și rezistenței bune la uzare. Pentru prezenta lucrare, s-au folosit 3 tipuri de pulbere pe bază de NiCrBSi de la compania LSN Diffusion pregătită special pentru compania Karl Schumacher. Compoziția chimică, denumirea internă a materialului sunt arătate în *Tabelul 4.1*.

Tabelul 4.1 Compoziția chimică a pulberii NiCrBSi

Trade name	Ni[%]	Cr[%]	B[%]	Si[%]	Fe[%]	C[%]	Grain Size [μm]
KS-IC-45	Bal.	6.02	1.12	4.19	1.5	0.25	+106-45
KS-IC-55S	Bal.	10.10	2.49	3.51	4.0	0.40	+106-45
KS-IC-55	Bal.	13.02	2.80	4.19	5.12	0.42	+106-45

Producătorul materialului produs prin atomizare cu apă a raportat o dimensiune a pulberii de +106-45 μm. În micrografia SE prezentată în Figura 4.1 pulberea apare ca fiind sferoidizată. Geometria sferică a pulberii este considerată un avantaj fiind nevoie pe de o parte o mai mică energie din partea echipamentului de depunere pentru alimentare iar pe de altă parte se produce încălzire uniformă a materialului.

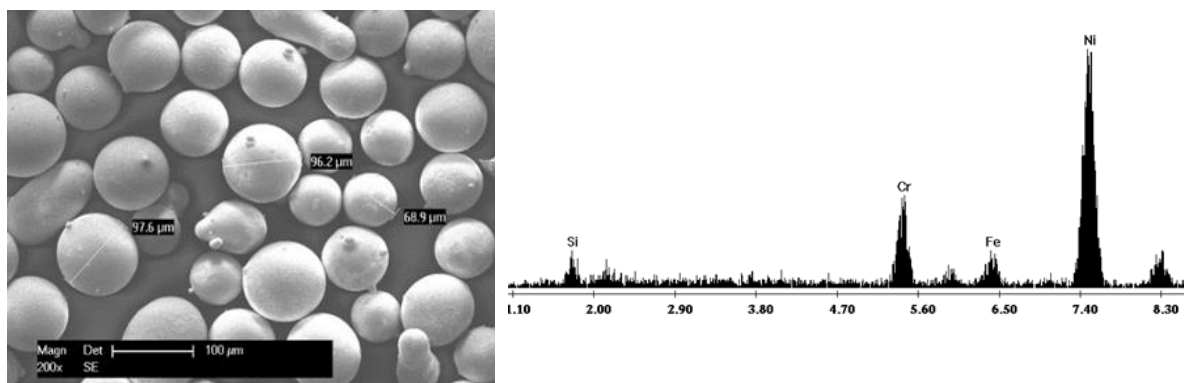


Figura 4.1 Micrografie prezentând (stânga) topografia și (dreapta) spectrul EDX al pulberii de NiCrBSi

Analiza EDX a pulberii de NiCrBSi poate fi observată în Figura 4.1. Elementul Ni se dovedește a fi dominant în spectru. După Ni, elementul formator de carburi Cr prezintă cele mai puternice semnale. Carburile sunt bine cunoscute ca fiind compuși duri având un efect pozitiv rezistenței la uzare a straturilor pulverizate termic. Cu toate că Si și B se află în cantități relativ scăzute în compoziția chimică, acestea sunt elemente importante în fenomene ce țin de dezoxidare și umectare. Siliciul tinde să formeze faze atât cu Ni cât și cu Fe, influențând structura stratului.

Intervalul de topire al materialului este un aspect deosebit de important în contextul aplicațiilor industriale. De asemenea, întregul proces de depunere este ajustat în funcție de temperaturile de topire ale materialului, în acest caz fiind determinate cu ajutorul unui termogravimetru. În termograma prezentată în Figura 4.2, regiunea de temperatură între 920°C și 1150°C este considerată ca fiind relevantă. Intervalul de topire al pulberii începe la 1009°C, materialul fiind complet topit la 1068°C. Ținând cont de temperaturile identificate, se poate presupune că matricea va trebui tratată termic la o temperatură de minim 1050°C. Si și B au rolul de a scădea temperatura de topire a pulberii și stabilizarea acesteia [7]. Mai mult de atât, adăugarea Si în aliaj crește proprietatea autofluxantă a materialului.

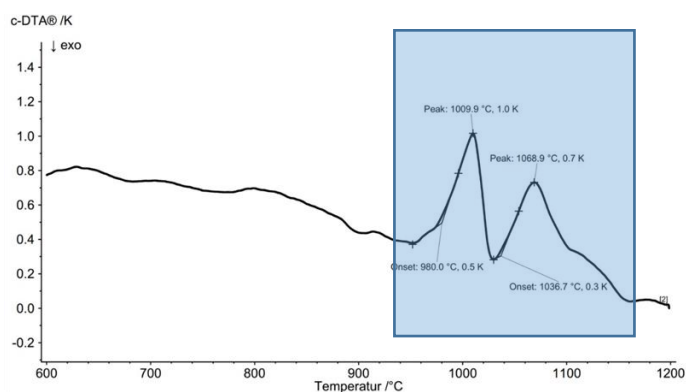


Figura 4.2 Curba DTA a pulberii matrice de NiCrBSi

Analiza pulberilor în secțiune transversală au relevat prezența unor goluri destul de mari în interiorul lor. (Figura 4.3)

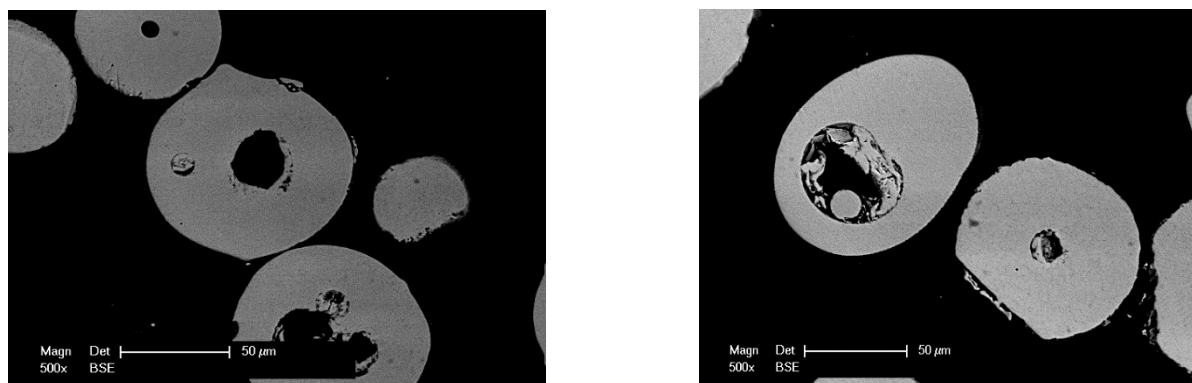


Figura 4.3 Micrografie în secțiune transversală SEM a pulberii de NiCrBSi: a) KS-IC-45, c) KS-IC-55

Aceste goluri duc în timpul procesului de pulverizare la o supraîncălzire a particulei, datorită faptului că volumul materialului de încălzit este mult mai mic, ceea ce indică o oxidare mai pronunțată a acestora. Rezultă o acoperire cu două tipuri de porozitate, porozitate interconectată rezultată din procesul de formare a acoperirii, strat cu strat, și o porozitate închisă care se află în interiorul unui procent din particule.

Datorita acestui fapt, este potrivit un tratament termic ulterior care aduce invelisul in stare topita, inchizand nu doar porii obtinuti in timpul procesului, dar si porii din interiorul particulelor.

4.2 Materialul substratului

Substratul reprezintă partea ansamblului (componenta) pe care se va aplica stratul de depunere în vederea îmbunătățirii proprietăților de suprafață

Importanța materialului substratului este crucială. Materialul de bază trebuie adaptat aplicației în care componenta va fi folosită. În experimentările de față s-a utilizat ca substrat, oțelul 42CrMo4 (EN 1.7227) -un oțel aliat bine cunoscut pentru o paletă largă de aplicații industriale. Alegerea unui substrat ce este larg folosit în industrie asigură o utilizare largă a straturilor dezvoltate.

Substratul a fost prelucrat la diametrul nominal de 70 mm și 160 mm, această geometrie permițând realizarea cu ușurință a majorității testelor. O degresare a substratului a fost realizată pentru a îndeplini standardul de curățare prevăzut în EN ISO 8501 [9]. O sablare a substratului a fost realizată pentru a obține o rugozitate Ra aproximativă de 75 μm, precum indicat în standardul american naval MS 2138 [6]. Pentru protejarea substratului de posibili contaminanți din atmosferă, sablarea s-a realizat într-o cameră special amenajată acestui proces. La scurt timp după sablare, stratul pulverizat a fost depus.

4.3 Parametrii procesului de pulverizarea termică

Procesul de pulverizare al materialelor reprezintă un pas extrem de important în obținerea unui strat performant. Parametri de depunere au fost atent setați în acord cu materialul strat și substrat și sunt descriși în Tabelul 4.2.

Tabelul 4.2 Principali parametri de pulverizare termică

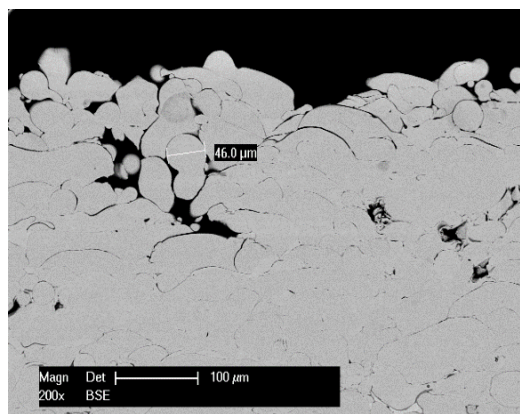
Parametri	Materiale/condiții/valori
Materialul pulverizat	NiCrBSi
Materialul substrat	EN 1.7227
Pregătirea substratului	
Metoda de pregătire	Sablare
Materialul utilizat	Granule de fontă

Rugozitatea suprafeței după sablare	min. 75 μm
Producătorul pistolului de pulverizare	Metatherm
Generarea flăcării	
Gaz de combustie	Acetylenă (C_2H_2)
Gaz secundar	Oxygen (O_2)
Stoichiometria flăcării $\text{C}_2\text{H}_2:\text{O}_2$	1:2
Temperatura substratului	105°C
Temperatura de pulverizare	aprox. 2650°C
Temperatura de fuziune	aprox. 1050°C
Viteza particulelor	100 m s^{-1}
Depunerea straturilor	
Rata de depunere	2.5 kg h^{-1}
Distanța față de substrat	200 mm.
Gazul de propulsie	Amestecul de gaze
Mișcarea relativă a pistolului	Translație deasupra piesei

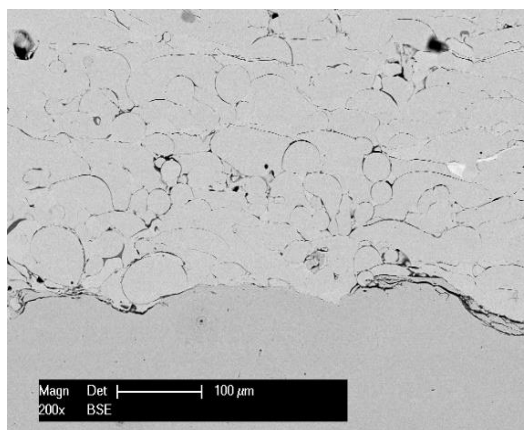
Înainte de depunere, substratul a fost degresat cu apă și alcool, pașii realizați fiind în acord cu EN ISO 8501. Sablarea a fost realizată într-o cameră dedicată pentru a evita contaminarea materialului substrat.

4.4. Caracteristicile și proprietățile acoperirilor depuse

În microstructura straturilor depuse de NiCrBSi se poate observa o rețea de pori interconectați și particule nelegate, explicat datorită impactului, recul și contracția particulelor odată ce substratul este atins(figura 4.10.a). Toate cele trei tipuri de pulbere au aceeași structură de acoperire ca urmare a procesului de pulverizare termică cu flacără de oxiacetilenă, având, de asemenea, o aderență slabă la substrat, așa cum se arată în figura 4.10.b .Aderența se datorează doar ancorării mecanice pe suport, ceea ce face ca acest înveliș să se exfolieze la acțiunea unei forte exterioare relevante. În concluziile se impune aplicarea unui tratament de suprafață care să conducă la îmbunătățirea aderenței la substrat și, în același timp, la creșterea compactității acoperirii.



a)



b)

Figura 4.10 Micrografii SEM ale stratului de KS-IC-45 depus: a) suprafață, b) interfață,

II Retopirea stratului depus prin inducție electromagnetică

Încălzirea prin inducție electromagnetică este un procedeu neutilizat până în prezent în vederea retopirii stratului depus. Pentru realizarea lui au fost necesare o serie de analize studii și experimentări

4.5 Selectarea geometriei inductorului

Întrucât este un proces de încălzire prin curenți de înaltă frecvență, studiul a pornit de la analiza procesului de călire superficială prin inducție a oțelurilor. După cum se poate observa în Figura 4.3, pentru călirea superficială o bară de oțel, se va forma un câmp

magnetic rezultat care va ajunge la suprafața piesei și o va încălzi la temperatura dorită.

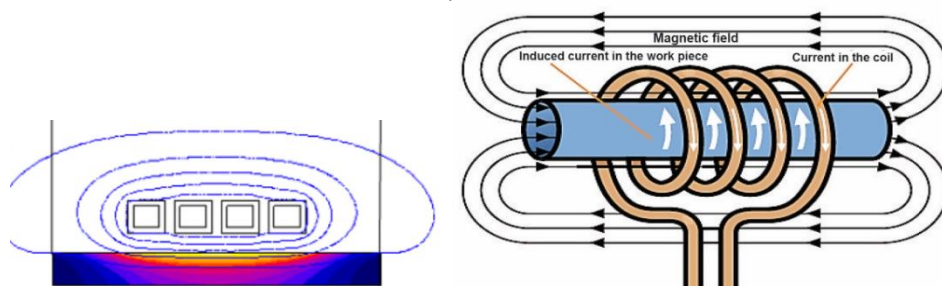


Figura 4.3 Linii magnetice și distribuția temperaturii într-un cilindru încălzit de un inductor cu 4 spirale

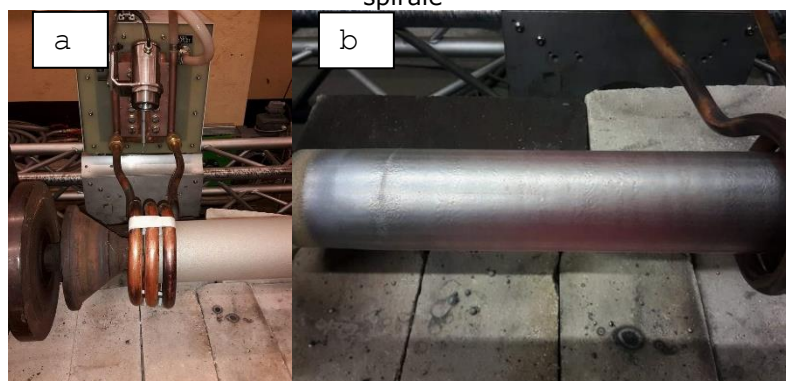


Figura 4.4 a) Retopirea cu un inductor cu secțiune circulară cu 3 spirale, b) Strat retopit neuniform sub formă de inele

În consecință în primul rând se are în vedere proiectarea unui inductor (format dintr-o țevă de cupru racită cu apă în interior) legat la secundarul unui transformator, care să asigure o putere mare a câmpului magnetic indus

În Figura 4.4a este prezentat un astfel de inductor cu 3 spirale. Din punct de vedere tehnic, acest tip de element este bun pentru călirea inductivă unde oțelul trebuie adus în domeniul austenitic, această fază fiind una solidă. În cazul de față –al retopirii stratului de NiCrBSi- temperatura de încălzire trebuie adusă peste linia lichidus..Se precizează că temperatura maximă se obține la mijlocul elementului de lungime. Cu acest tip de inductor nu s-a reușit obținerea unor straturi retopite corespunzător. Datorită temperaturii de încălzire distribuite neregulat, combinată cu translația elementului de la stânga la dreapta, s-au obținut inele de material netopit (Figura 4.4b). În cazul pieselor cu muchii ascuțiți sau cu umeri(concentratori de tensiune) ori la capetele barelor, aceste zone se vor supraîncălzi ceea ce va duce la topirea rapidă și la curgerea materialului pulverizat. În cazul umerilor s-a observat că piesa nu s-a topit până la intersecția cilindrului cu diferența de diametru (a se vedea Figura 4.5). Acest lucru se datorează faptului că câmpul magnetic este concentrat spre interiorul inductorului ; dacă încălzirea și topirea a fost efectuată până la margine, în interiorul spiralei inductorului stratul este dezintegrat și va curge

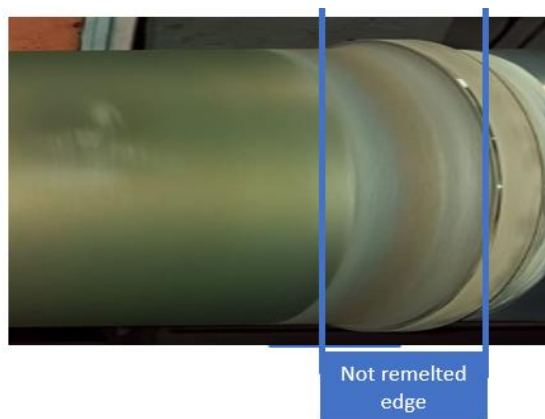


Figura 4.5 Partea de langa umar neretopita cu inductor cu 3 spire

Experimentările au condus astfel la varianta inductorului cu secțiune dreptunghiulară și cu o singură spirală. Acesta a fost testat și cu rezultatele obținute au fost foarte bune. Suprafața este încălzită și retopită uniform, datorită faptului că în interiorul spiralei inductorului liniile câmpului magnetic sunt sub forma unei elipse care în cazul inducției magnetice o conduce în centrul inductorului la un unghi apropiat de 0 grade cu piesa de prelucrat. Se elimină astfel riscul ca deteriorării stratului topit. În urma experimentărilor s-a adoptat utilizarea unui inductor din țevă de cupru cu secțiune dreptunghiulară cu dimensiunile de 20 mm x 10 mm, pentru a avea o suprafață de lucru mai mare sub spirala.

4.6 Optimizarea parametrilor procesului de retopire

În cazul retopirii acoperirilor apar o multitudine de factori care influențează procesul, printre care enumerăm: temperatura de preîncălzire, viteza de rotație a arborelui, distanța dintre element și piesa de lucru, puterea aplicată de transformator, etc ceea ce conduce la un volum foarte mare de experimentări. După o sesiune de brainstorming s-a ajuns la concluzia că ar trebui găsită o metodă de reducere a numărului de teste și în această să includă toate variantele posibile. În același timp, porozitatea a fost aleasă ca factor de determinare a calității acoperirii retopite.

În statistică, un experiment factorial complet este un experiment format din doi sau mai mulți factori, fiecare factor având mai multe valori sau niveluri posibile [8]. Experimentul ia în considerare toate combinațiile posibile care au ca rezultat un număr de N^K unde n este numărul de factori care influențează procesul și k este numărul de niveluri pe care sunt împărțiți factorii respectivi.

Metoda de proiectare factorială completă necesită un număr mare de experimente pentru a fi realizată, astfel încât munca devine nerezonabilă și, de asemenea, dificilă dacă numărul de factori este mai mare de doi și are mai mult de trei niveluri. Pentru a facilita munca de optimizare, Taguchi a sugerat o metodă specială de matrice de proiectare ortogonală pentru a studia întregul set de parametri, dar având beneficiile unui număr mult mai mic de experimente.

În lucrarea de față s-a ales această metodă pentru că pentru aceste 3 tipuri de pulbere ar fi generat un număr de 243 de experimente, prin metoda Taguchi acestea s-au redus la doar 48 de experimente pentru găsirea parametrilor optimi pentru fiecare tip de pulbere. Conform procedurii se parcurg următoarele etape:

- a) Identificarea funcției primare și efectele acesteia:
 Funcția principală: Încălzire la punctul de topire
 Efecte secundare: scăderea porozității

Tabelul 4.7

Factorii de control	Factorii de zgomot
Puterea aplicată	Materialul substrat
Temperatura de preîncalzire	Lungimea substratului
Temperatura de încălzire	Abilitățile operatorului
Rotația piesei	Temperatura camerei
Avansul linear sau tipul de element de retopire utilizat	Zgomotul din incintă

b) Identificarea condițiilor de testare și caracteristicilor de calitate:

Caracteristici de calitate: porozitate scăzută

Inductorul de tip: Ambrell Ekoheat 35/25 + strung

Echipamente de testare: microscop optic DM-RM-Leica

Element de retopire: element spirală din cupru / secțiune 20x10 mm

Materialul piesei de lucru: oțel 42CrMo4 acoperit cu NiCrBSi (KS-IC-45)

c) Identificarea funcției obiective care trebuie optimizate

Se dorește: închiderea porilor, creșterea aderenței la substrat rezultând o compactizare a stratului

d) Identificarea factorilor controlabili și a nivelurilor acestora

Tabelul 4.8

Factor [Unitate]	Nivel			
	1	2	3	4
Temperatura [°C]	980	1010	1050	1080
Putere [KW]	40	60	80	100
Preîncalzire [°C]	25	100	250	350

e) Selectarea unui tablou ortogonal adecvat și construirea matricei

- Prin proiectarea complet factorială numărul de teste necesare este 81
- Prin metoda Taguchi s-a ales o matrice de tipul L 16

f) Efectuarea experimentelor

g) Determinarea factorului optim și performanța acestuia

Raport mediu semnal/zgomot pentru fiecare factor

Tabelul 4.15

	Temperatura	Putere	Preîncalzire
1	-21.627	-17.403	-24.423
2	-17.663	-20.981	-16.037
3	-16.202	-17.211	-19.965
4	-17.190	-17.308	-12.478
Δ	5.425	3.770	8.386
Influența [%]	30.86	21.44	47.70

Datorită faptului că este necesară o porozitate mai mică, analizând Tabelul 4.15 s-a observat că parametrii optimi pentru procesul de topire sunt cei prezentați în Tabelul 4.16.

Parameteri	Level	Optimum Value
Temperatura	3	1050°C
Puterea	3	80 KW
Preincalzire	4	350°C

În vederea creșterii durității și a compactității și calității stratului de suprafață, s-a aplicat un procedeu de ecruisare a suprafețelor arborilor prin lovire se cu un jet de bile ceramice la o presiune de 200 bari

4.7.1. *Grosimea stratului retopit*

4.7.2. Microstructura stratului

- zona întunecată marcată cu B corespunde fazei CrB (borură de crom),

- prezența siliciurilor ($\text{Cr}_6\text{Ni}_{16}\text{Si}_7$) în structura acoperirii crește stabilitatea eririi la temperaturi ridicate, în același timp această fază crește rezistența la coroziune. urile sunt notate cu C și reprezintă faza întunecată prezentată în următoarele imagini (Figura 4.6 - Figura 4.8)

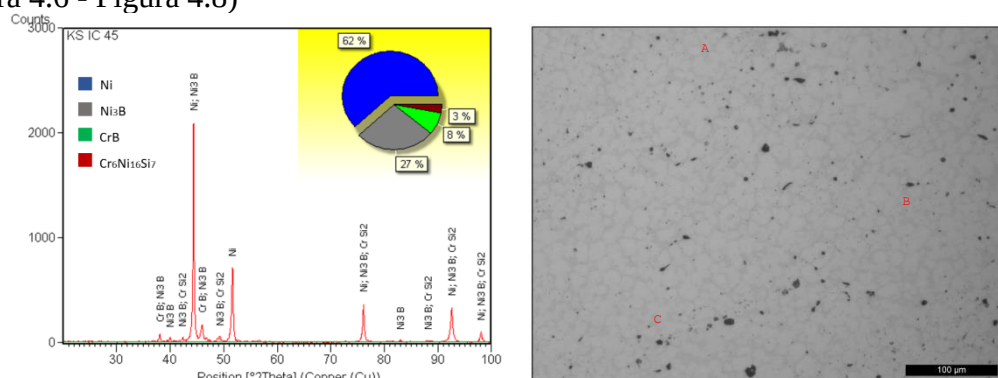


Figura 4.6 XRD Diffractograma pentru KS-IC-45 retopita inductiv (stanga) si micrografie (dreapta)

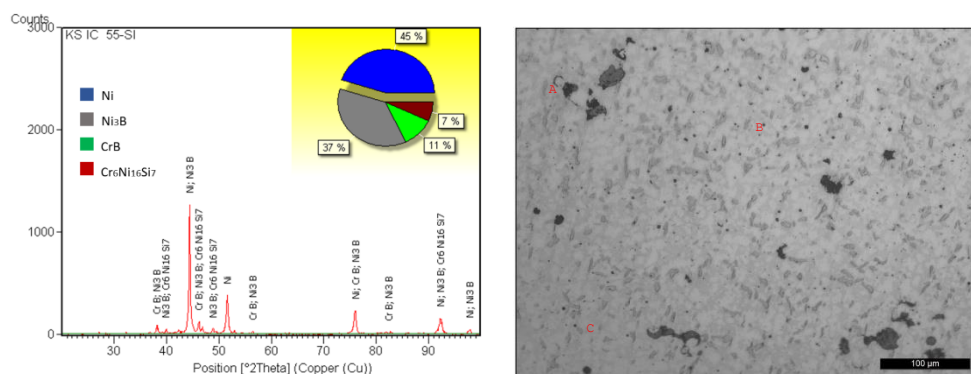


Figura 4.7 XRD Diffractograma pentru KS-IC-55S retopita inductiv (stanga) si micrografie (dreapta)

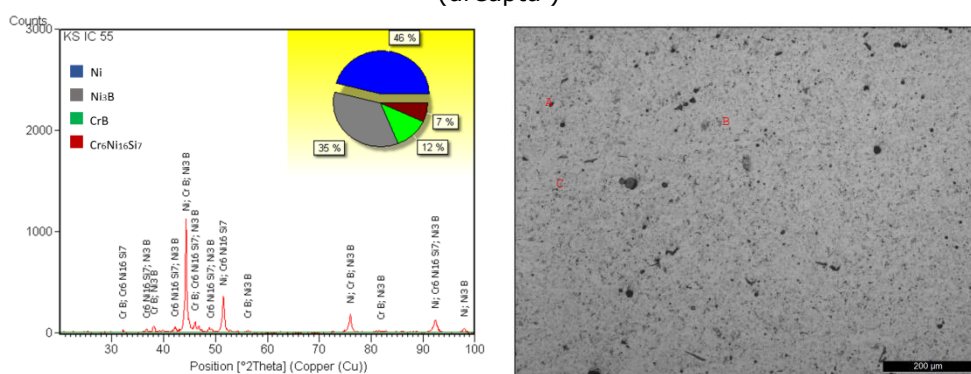


Figura 4.8 XRD Diffractograma pentru KS-IC-55 retopita inductiv (stanga) si micrografie (dreapta)

4.7.4 Duritatea stratului

Măsurătorile de microduritate au fost efectuate de-a lungul secțiunii transversale a acoperirilor NiCrBSi, folosind un tester de duritate micro Zwick. Determinarea durității acoperirilor, din piesele care au fost topite inductiv cu parametri optimizați au fost extrase 3 probe obținute din diferite părți ale materialului si preparate metalografic. Pe fiecare probă s-au făcut 7 măsurători din exterior spre substrat. Tabelul 4.18 prezintă valorile medii pentru fiecare indentare.

Tabelul 4.18

Distanța [mm]	0.05	0.2	0.35	0.5	0.65	0.8	0.95	HRC
KS-IC-45 [HV 0.3]	380	381	380	380	381	371	365	38
KS-IC-55S [HV 0.3]	573	591	636	639	585	584	590	53
KS-IC-55 [HV 0.3]	733	753	695	702	695	748	720	60

Se observă că o proporție ridicată de crom, conduce la o duritate mai mare însă o duritate mare aduce probleme în prelucrarea ulterioară.

De menționat că în urma aplicării procedurii de ecruisare cu bile ceramice s-au observat creșteri ale durității cu până 10 HRC

4.7.5 Adeziunea stratului

Performanța și calitatea unui strat pulverizat termic depinde de interfața strat-substrat. O posibilă delaminare ar produce inevitabil distrugerea întregului ansamblu iar calitatea depunerii ar fi practic inutilă. Mecanismele de ancorare în pulverizarea termică depind de legătura între particulele depuse și legătura între particule și substrat.

Pentru a investiga aderența stratului s-au efectuat testele de indentare în diferite puncte de pe interfață folosind indentatoarele Brinell și Vickers (fig. 4.9)

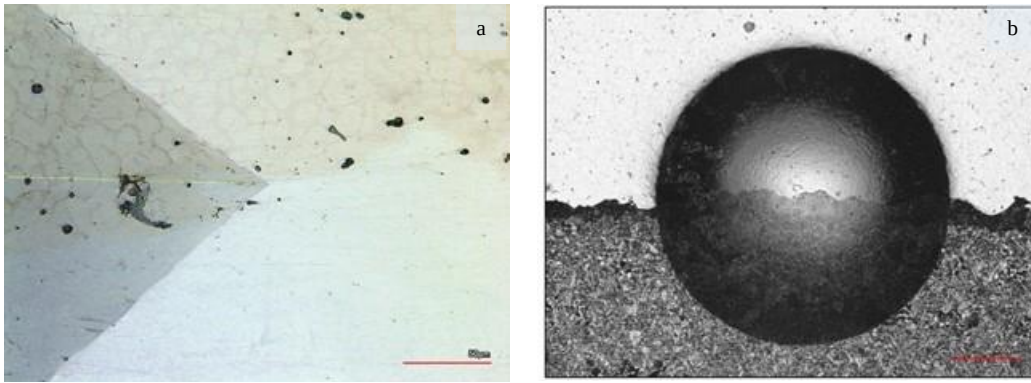


Figura 4.9 Micrografii ale indentațiilor (a) Vickers și (b) Brinell

În regiunea interfeței stratului s-au realizat mai multe indentații până ce s-a ajuns o forță de 1200N pe scara HV și 187.5 kgf pe scara HBW. Cu toate că mărimea deformațiilor plastice a fost considerabilă, nu au fost observate fisuri la marginea indentațiilor. Acest rezultat denotă o excelentă adeziunea la regiunea interfeței, tensiuni interne scăzute și o rezistență ridicată la propagarea fisurilor. Indentațiile fără fisuri confirmă și alte aspecte tehnice: pregătirea bună a substratului (curățare, rugozitate), parametri optimi de depunere, buna selecție a materialelor precum și optimizarea tratamentului de retopire aplicat.

4.7.6. Comportamentul tribologic

Mai multe echipamente au fost folosite pentru a fi realizată o analiză cât mai completă a comportamentului la uzare. Straturi de NiCrBSi retopite inductiv depuse cu cele trei tipuri de pulbere au fost folosite pentru a compara probele de NiCrBSi. Compararea este extrem de importantă deoarece ne poate da o analiză despre cum se comporta straturile dezvoltate și alegerea celui optim.

Când se utilizează piese de tip cilindru cu alezaj, este de dorit ca coeficientul de frecare să fie cât mai mic posibil. Un coeficient ridicat de frecare duce la introducerea de energie suplimentară în sistemul tribologic. Această energie se poate traduce în timp prin deteriorarea întregului ansamblu din cauza micro deformărilor de pe suprafața stratului de acoperire, introducerea de vibrații în ansamblu sau deteriorarea prin uzura suprafețelor. A fost folosit un ansamblu pin on disc pentru a determina coeficientul de frecare. Piesele au fost lustruite pentru a obține o suprafață plană, apoi au fost curățate cu acetonă, față de proba testată s-a ales o bilă statică din WC-Co cu diametrul de 6mm, și o forță de presare de 10N. Testul s-a desfășurat cu o viteză de alunecare de 15cm/s pe un cerc cu diametrul de 12 mm și testul s-a oprit după 25000 de rotații egale cu 942 metri liniari, aproape dublu față de parametrii utilizați pentru acoperirile as-sprayed. Rezultatele obținute ale coeficientului de frecare și ale urmei de uzură sunt prezentate în Figura 4.10 până la Figura 4.12

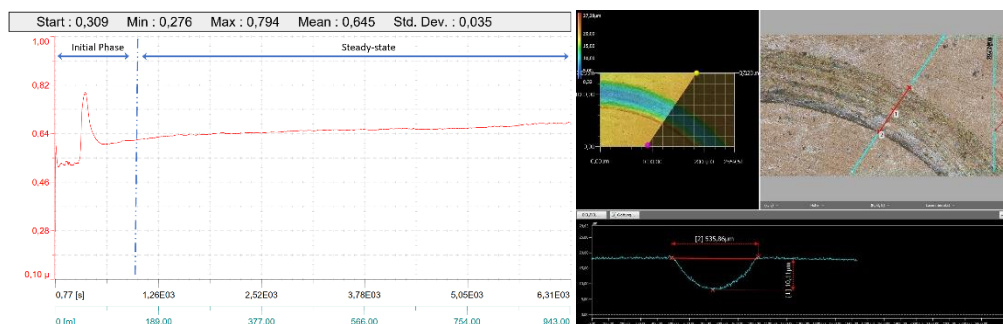


Figura 4.10 Coeficientul de frecare și urma de uzură pentru materialul KS-IC-45

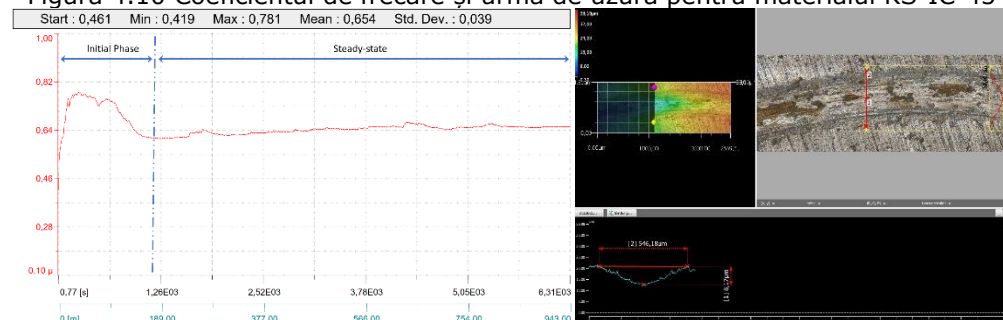


Figura 4.11 Coeficientul de frecare și urma de uzură pentru materialul KS-IC-55S

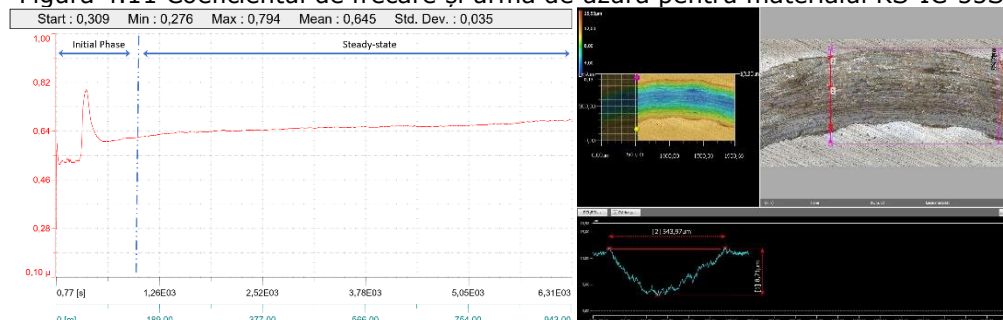


Figura 4.12 Coeficientul de frecare și urma de uzură pentru materialul KS-IC-55

Investigația tribologică Pin-On-Disk a relevat o rată de uzură de $1,11 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ pentru acoperirile NiCrBSi retopite KS-IC-55S, comparativ cu o valoare mai mare, de $1,35 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ în cazul IC-KS-45.

Deoarece se observă că acoperirile de tip IC-KS-55S au o rezistență mai bună la uzura prin alunecare, se poate concluziona că au o structură mai compactă ca urmare a procesului de topire, comparativ cu acoperirile de tip IC-KS-55. și o duritate mai mare decât cele de tip IC-KS-45

4.7.7 Comportamentul la coroziune

Un set de probe a fost pregătit pentru testarea electrochimică. Înainte de testele electrochimice de coroziune, suprafețele acoperite au fost lustruite pentru a obține o suprafață plană, datorită faptului că probele au fost extrase din depunerea de pe suprafața cilindrică cu diametrul de 160 mm. În urma pregătirii suprafeței plane, acestea au fost șlefuite până când au atins o rugozitate specificată ($R_a \approx 0,1$) și apoi au fost acoperite cu rășină pentru a obține o suprafață testată de lucru de 1 cm^2 . Comportamentul la coroziune al acoperirilor NiCrBSi a fost investigat prin testare electrochimică în soluție apoasă cu o concentrație de 3,5% NaCl + 5% H₂SO₄. Un electrod de calomel saturat (SCE) a fost folosit ca electrod de referință, un electrod de platină ca electrod auxiliar, iar probele au reprezentat electrodul de lucru. Probele au fost polarizate într-un interval de potențial de la -1000 mV la +1000 mV, aplicate între electrodul de platină și electrodul de lucru.

S-a realizat o clasificare a rezistenței la coroziune a aliajelor de pulbere NiCrBSi.

În urma procesului de retopire prin inducție electromagnetică, stratul format din pulberea KS-IC-55 este mai nobil în comparație cu KS-IC-45. Curbele de polarizare prezentate în figura 4.51 arată că are un potențial mai pozitiv și o densitate totală de curent mai mică. Pulberile cu conținut mai mare în Cr au capacitatea de a se pasiva după trecerea prin punctul critic. Acoperirea cu conținut scăzut de crom are o capacitate redusă de a forma un strat de pasivare care duce la coroziune mai intensă.

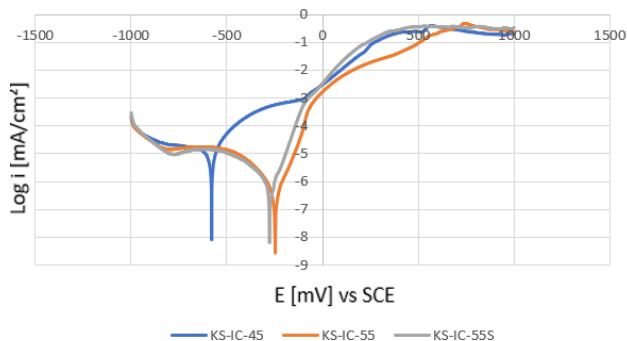


Figura 4.13 Polarization curves of NiCrBSi coatings

5 Concluzii și contribuții personale

Studiile și cercetările prezentate în această lucrare au condus la următoarele concluzii:

- Studiul documentar a evidențiat avantajele folosirii straturilor subțiri și a tehnicilor de acoperire, inclusiv a pulverizării termice
- Experimentările s-au desfășurat pe probe din oțelul aliat 42CrMo4V, având diametrul de 70 respectiv 160 mm; de asemenea s-au făcut încercări și la scara industrială.
- În vederea obținerii straturilor de acoperire s-a utilizat ca materie primă pulbere de tip NiCrBSi cu următoarele caracteristici: dimensiunile + 106-45, formă sferoidală datorită modului de obținere (prin procesul de atomizare cu colectare în apă); în secțiune transversală pulberile prezintă orificii încapsulate și/sau porozitate foarte mare.
- Pulverizarea celor trei tipuri de pulbere s-a realizat în cadrul unei firme specializate în repararea cilindrilor hidraulici uzați. Calculând parametrii necesari de depunere a rezultat pentru probele cu diametrul 160 mm o viteză de depunere de 833mm/s, rotația arborelui fiind de 95 de rotații/min și un avans de 4mm pe rotație, depunerea făcându-se în 6 treceri,
- Stratul final prezintă o grosime de 1,3 mm, o porozitate de până la 15% și o aderență scăzută la substrat.
- Tipul de inductor folosit pentru retopirea acestor straturi a fost unul cu secțiune dreptunghiulară de 20x10 mm cu grosimea peretelui de 1 mm, răcit continuu cu apă distilată la temperatura de răcire de 15 grade Celsius.
- Optimizarea celor trei tipuri de straturi s-a făcut având în vedere curbele DTA obținute în laborator și comparate cu cele date de producătorul de pulbere. Folosind metoda Taguchi, a fost redus numărul de teste de la 81 de teste (cum este normal pentru o aranjare de 3 factori care influențează procesul repartizați pe 4 niveluri) la doar 16 experimente plus experimentul de verificare, pentru fiecare dintre cele trei tipuri de pulbere.
- Distanța optimă de lucru între inductor și piesa de încălzire a fost stabilită experimental ca fiind de 7 mm, cu influența asupra substratului pe o adâncime de maxim 7 mm și o structură sorbitică lamelară pe primii 20 de microni la interfața acoperire-substrat.

- După retopire, straturile au fost supuse investigațiilor microstructurale. A rezultat că pentru probele cu o grosime a stratului mai mare de 1 mm, s-a redus porozitatea de la 15% până la 0,5% în cazul acoperirii obținute din pulberea KS-IC-45.
- Prezenta fazelor de borura de crom și borura de nichel a adus o contribuție mare la duritatea obținută. Aceasta crește de la 38 HRC în cazul pulberii KS-IC-45, care are cel mai scăzut conținut de crom de doar 6%, până la o duritate de 60HRC în cazul pulberii KS-IC-55 cu un conținut de 13% Cr
- Startul depus prezintă o aderență foarte bună la substrat; în urma testului de aderență prin metoda indentării Vickers la interfața strat-substrat la o forță maximă de 1200N nu au fost observate fisuri.
- Coeficient de frecare de 0,64 în cazul pulberilor KS-IC-55S este ușor inferior -0,68 - pulberilor KS-IC-45 mai puțin dure.
- Totodată, s-a observat o bună rezistență la coroziune a aliajului format în urma procesului de retopire; în cazul pulberii tip KS-IC-45 după testul de ceata salină neutră de 1000 ore rezultă o adâncime de penetrare a coroziunii de numai 3,5 micrometri ; în cazul testării în mediu acid se observă o pătrundere de doar 75 microni, care la o acoperire de 1000 mm nu prezintă o problema din punct de vedere al coroziunii. În cazul celorlalte 2 tipuri de pulbere, nu s-a observat nici un atac local de coroziune pe suprafața stratului de acoperire atunci când a fost testat în ceata salină cu pH neutru

În concluzie, pulberea KS-IC-45 este potrivită pentru utilizare în industrie (posibil și cu procedeu de ecruisare înainte de procesul de lustruire, deoarece suprafața primilor 10 micrometri va fi dură și va îndeplini cerințele de calitate ale industriei cilindrilor hidraulici). În interior, acoperirea este ductilă și prezintă o prelucrabilitate exemplară în comparație cu acoperirile obținute din celelalte două tipuri de pulbere. Parametrii de topire pot fi extrapolați până la diametre de 1000 mm, care în cazul acoperirilor obținute din pulberi dure, din cauza tensiunilor interne care se formează în timpul răcirii, nu se poate realiza fără o preîncălzire în cuptor a întregii piese.

Contribuții personale

- Realizarea unei sinteze privind metodele de depunere a straturilor funcționale cu accent pe analiza critică a procedeelor de pulverizare termică
- Selecția pulberilor în funcție de concentrația de crom și determinarea parametrilor de depunere pentru componente cu diametrul dat de 160 mm
- Promovarea procedurii de retopire ulterioară prin inducție electromagnetică aplicat straturilor de NiCrBSi
- Optimizarea geometriei inductorului având în vedere particularitățile procesului de retopire a straturilor
- Alegerea metodei Taguchi în vederea determinării unui număr minim de încercări necesare optimizării procesului de retopire
- Determinarea unei distanței optime inductor-piesă ținând cont de particularitățile specifice ale procesului de retopire aplicat straturilor depuse pe piese uzate
- Caracterizarea dpdv structural ,mecanic , chimic a straturilor funcționale obținute.
- Promovarea utilizării pulberii KS-IC-45 în procesul industrial.
- Implementarea în industrie a procesului tehnologic dezvoltat în cadrul experimentărilor cu aplicabilitate directă obținerea de acoperiri pentru cilindri hidraulici noi și pentru recondiționarea celor uzați,

6 Referințe bibliografice selective

- [1] Sagar A. A review on thermal spray coating processes. *International Journal of Current Trends in Engineering & Research* 2016;2:556–63.
- [2] Hermanek FJ. Thermal spraying: what it was and what it has become. *International Journal of Powder Metallurgy* 2002;38:35–44.
- [3] Vardelle A, Moreau C, Akedo J, Ashrafizadeh H, Berndt CC, Berghaus JO, et al. The 2016 Thermal Spray Roadmap. *Journal of Thermal Spray Technology* 2016;25:1376–440. doi:10.1007/s11666-016-0473-x.
- [4] Koch GH, Michiel PH, Thompson Neil. G., Virmani YP, Payer JH. *Corrosion Costs and Preventive Strategies in the United States*. Houston, US: NACE International; n.d.
- [5] M. Kroemmer, *Praxis des thermischen spritzen*, Dusseldorf: Thiebes Druck GmbH, 2014.
- [6] MS 2138-A: Metal sprayed coatings for corrosion protection aboard naval ships (Metric) 1992.
- [7] Salimijazi HR, Golozar MA, M.R. K. Effects of remelting processes on porosity of NiCrBSi flame sprayed coatings. *Surface Engineering* 2016;32:238–43. doi:10.1179/1743294415Y.0000000107.
- [8] J. L. Rosa, A. Robin, M. B. Silva, C. A. Baladan and M. P. Peres, “Electrodeposition of cooper on titanium wires: Taguchi experimental design approach,” *Journal of materials processing technology*, vol. 209, no. 3, pp. 1181-1188, 2009.
- [9] EN ISO 8501: Preparation of steel substrates before application of paints and related products - Visual assessment of surface cleanliness - Part 1: Rust grades and preparation of uncoated steel substrated and of steel substates after overall removal of previous coatings 2008.