UNIVERSITATEA "POLITEHNICA" DIN TIMIȘOARA FACULTATEA DE MECANICĂ

Ing. NICOLAE MARKOCSAN

TEZĂ DE DOCTORAT

Conducător științific: **Prof. Dr. Ing. DORIN DEHELEAN**

> Timişoara 2002

UNIVERSITATEA "POLITEHNICA" DIN TIMIȘOARA FACULTATEA DE MECANICĂ

Ing. Nicolae MARKOCSAN

GENERAREA FORMEI PRIN PULVERIZARE TERMICĂ

TEZĂ DE DOCTORAT

BIBLIOTECA CENTRALA UNIVERSITATEA "POLITEHNICA" TIMISOARA

*	
and an and a second	and the take
1 1 3 1	
	CANTER A
231713 <u>-</u>	
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	

Conducător științific: **Prof. Dr. Ing. Dorin DEHELEAN**

> Timişoara 2002

CUPRINS

P	ag.
Capitolul 1. INTRODUCERE	1
Capitolul 2. REALIZAREA RAPIDĂ A PROTOTIPURILOR	4
2.1 Conceptul de realizare rapidă a prototipurilor (Rapid Prototyping)	4
2.2 Clasificarea procedeelor de realizare rapidă a prototipurilor	5
Capitolul 3. REALIZAREA RAPIDĂ A COMPONENTELOR FUNCȚIONALE	8
3.1 GENERAREA FORMEI PRIN SUDARE	8
3.1.1 Generalități privind procedeul Generării formei prin sudare	8
3.1.2 Principiul metodei	9
3.1.3 Posibilități tehnice. Clasificarea procedeelor de generare a formei prin	• 0
	10
3.1.4 Procedee de sudare utilizate la generarea formei prin sudare	. 14
3.1.5 Avantaje și dezavantaje ale generării formei prin sudare	I /
3.1.6 Aplicații ale tehnologiilor de generare a formei prin sudare	20
3.2 GENERAREA FORMEI PRIN PULVERIZARE	22
3.2.1 Generalități	22
3.2.2 Principiul metodei	. 22
3.2.3. Metode de generare a formei prin pulverizare	23
3.2.4 Avantaje și dezavantaje ale tehnicilor de generare a formei prin	
pulverizare	31
3.2.5 Metode de pulverizare termică utilizate la realizarea formei prin	
pulverizare	32
3.2.6 Aplicații ale tehnologiilor de generare a formei prin pulverizare	. 39
Capitolul 4. PARTICULARITĂȚI ALE PULVERIZĂRII TERMICE ÎN	[
JET DE PLASMA	41
4.1 Generalități	41
4.2 Principiul procedeului	. 42
4.3 Comportarea particulelor în jetul de plasmă	43
4.3.1 Traiectoria particulelor	43
4.3.2 Viteza particulelor	45
4.3.3 Topirea particulelor	45
4.3.4 Transformări fizice și chimice ale particulelor	46
4.4 Stratul depus. Caracteristici	46

4.4.1 Formarea stratului depus 46
4.4.2. Caracteristicile stratului depus 48
4.5 Fenomene fizice la pulverizarea în jet de plasmă
4.5.1. Calculul vitezei particulei în jetul de plasmă
4.5.2. Calculul timpului de transfer termic
4.5.3 Cantitatea de căldură din particula pulverizată
4.5.4 Coliziunea și solidificarea particulelor individuale
4.5 Aspecte tehnologice la pulverizarea în jet de plasmă
4.6 Materiale utilizate la pulverizarea termică în jet de plasmă
4.6.1 Oxidul de zirconiu (ZrO ₂)
Capitolul 5. MODELAREA CÂMPULUI TERMIC ȘI A DISTRIBUȚIEI TENSIUNILOR REZIDUALE ÎN COMPONENTELE REALIZATE PRIN METODA GENERĂRII FORMEI PRIN PUL VERIZARE
1 OL VERIZARE
5.1. Generarea tensiunilor în timpul procesului de pulverizare în jet de plasmă 69
5.2 Model analitic de determinare a tensiunilor reziduale în straturile
componentelor conice realizate prin pulverizare termică
5.2.1 Formularea modelului
5.2.2 Caracterizarea tensiunilor reziduale în straturile componentelor cilindrice
realizate prin pulverizare termica
5.2.3 Folosirea modelului pentru calcularea tensiunilor
5.3 Determinarea tensiunilor reziduale din componentele realizate prin metoda
5.3.1 Determinarea tensiunilor reziduale din componentele conice
5.3.1 Determinarea tensiunilor reziduale din componentele contect
Conitolul 6 CEDCETĂDI EXDEDIMENTALE
6 1 Motoriale utilizate
6.1.1 Dulhari material de adage
6.1.2 Piece supert
6.1.2 Piese suport
6.1.3 Gaze de lucru 11/
6.1.4 Echipamentul de lucru 11/
6.2 Program experimental de realizare a probelor prin generarea formei prin pulverizare termică
6.2.1 Realizarea probelor prin generarea formei prin pulverizare termică prin varianta eliminării suportului prin distrugere

6.2.1 Realizarea probelor prin generarea formei prin pulverizare termică prin	
varianta eliminării suportului fără distrugere	121
6.3 Examinarea macrostructurii pieselor realizate	125
6.4. Examinarea microstructurii straturilor	126
6.5. Determinarea porozității straturilor depuse	129
6.5.1 Metoda de calcul	129
6.5.2 Rezultatele experimentale ale analizei porozității straturilor	134
6.6 Determinarea rezistenței la rupere prin tracțiune	138
6.6.1 Metoda de lucru	138
6.6.2 Rezultatele experimentale ale încercării la rupere prin tracțiune	140
6.7 Măsurători sclerometrice	145
6.8 Măsurarea rugozității straturilor	149
6.9 Analiza statistică de ansamblu a datelor experimentale	153
6.10 Încercarea la șoc termic	156
6.11 Determinarea tensiunilor reziduale utilizând fascicole incidente	161
6.11.1 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție cu radiații X	163
6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni	169
6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE	169 181
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 	169 181 181
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale	169 181 181 184
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale 7.3. Tendințe și recomandări 	169 181 181 184 186
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale	169 181 181 184 186 188
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale 7.3. Tendințe și recomandări BIBLIOGRAFIE ANEXA 1. Ecuațiile la echilibru în coordonate polare și ecuațiile Lamé pentru 	169 181 181 184 186 188
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7.1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale 7.3. Tendințe și recomandări BIBLIOGRAFIE ANEXA 1. Ecuațiile la echilibru în coordonate polare și ecuațiile Lamé pentru componente axial simetrice 	 169 181 184 186 188 197
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7.1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale 7.3. Tendințe și recomandări BIBLIOGRAFIE ANEXA 1. Ecuațiile la echilibru în coordonate polare și ecuațiile Lamé pentru componente axial simetrice ANEXA 2. Componente radial simetrice realizate prin metoda generării formei prin Pulverizare 	 169 181 184 186 188 197 200
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale	 169 181 184 186 188 197 200 208
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale	 169 181 181 184 186 188 197 200 208 214
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale	 169 181 184 186 188 197 200 208 214 225
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale 7.3. Tendințe și recomandări BIBLIOGRAFIE ANEXA 1. Ecuațiile la echilibru în coordonate polare și ecuațiile Lamé pentru componente axial simetrice ANEXA 2. Componente radial simetrice realizate prin metoda generării formei prin Pulverizare ANEXA 3. Aspectul macrostructurii pieselor realizate ANEXA 4. Aspectul microstructurii pieselor realizate ANEXA 5. Aspectul macrostructural al probelor după încercarea la șoc termic 	 169 181 184 186 188 197 200 208 214 225 220
 6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE 7. 1 Contribuții personale 7.2. Considerații finale 7.3. Tendințe și recomandări BIBLIOGRAFIE ANEXA 1. Ecuațiile la echilibru în coordonate polare și ecuațiile Lamé pentru componente axial simetrice ANEXA 2. Componente radial simetrice realizate prin metoda generării formei prin Pulverizare ANEXA 3. Aspectul macrostructurii pieselor realizate ANEXA 4. Aspectul microstructurii pieselor realizate ANEXA 5. Aspectul macrostructuria al probelor după încercarea la șoc termic ANEXA 6. Aspectul microstructurii pieselor după încercarea la șoc termic 	 169 181 184 186 188 197 200 208 214 225 229

Capitolul 1. INTRODUCERE

Dinamica dezvoltării unor noi produse sau componente este supusă în mod continuu unor mari presiuni concurențiale. Momentul apariției pe piață a unui nou produs are un rol hotărâtor privitor la șansele ca acesta să acapareze un anumit segment de piață. Din aceste considerente reducerea timpilor de concepere și realizare a unui produs constituie un permanent deziderat pentru orice producător.

În acest context, noile tehnologii de fabricație, capabile să îndeplinească cerințele economiei de piață au cunoscut o rapidă dezvoltare și diversificare. Aceste tehnologii au fost reunite sub denumirea de **"Realizare rapidă a prototipurilor"** (Rapid Prototyping - RP).[1]

În clasa procedeelor de Realizare rapidă a prototipurilor sunt cuprinse acele tehnologii care permit realizarea, într-un timp scurt, a pieselor exclusiv prin adiție de material. Prin aceasta tehnicile RP se deosebesc esențial de procedeele clasice (frezare, strunjire, erodare) la care piesa rezultă prin înlăturare de material.

În majoritatea metodelor de realizare rapidă a prototipurilor (stereolitografie, sinterizare selectivă cu laser, modelare prin depunere în stare topită a plasticelor. etc.) materialul de bază este un polimer, rășini, ceară sau hârtii speciale. Aceste materiale pot - în diferite medii - să-și piardă forma sau dimensiunile inițiale.

De asemenea proprietățile mecanice ale acestor materiale sunt mult inferioare celor din materiale metalice, în majoritatea cazurilor piesele de acest fel fiind folosite pentru studiul formei prototipului, analiza stării de tensiuni sau executarea unor piese mai puțin solicitate mecanic.

Din aceste considerente metodele de generare a formei prin sudare sau procedee conexe, metode în care materialul depus este chiar materialul impus de aplicația dată, apar ca o excelentă completare a celorlalte metode de realizare rapidă și au câștigat repede un loc important în domeniul tehnologiilor moderne de fabricație. [2]

Prin termenul de "Generare a formei prin sudare sau pulverizare" se subînțeleg toate procedeele utilizate pentru realizarea semifabricatelor sau componentelor alcătuite integral din material depus printr-un procedeu de sudare sau pulverizare termică [3].

Primele încercări de fabricație prin metode de generare a formei prin sudare s-au efectuat în anii '60 în Germania, când datorită limitatelor resurse de oțel și a problemelor economice, a apărut necesitatea dezvoltării unor metode de fabricație mai economice [3, 4]. S-a pus problema realizării unor componente de mare gabarit În anul 1985 procedeul a fost preluat și dezvoltat pe continentul american, unde a cunoscut o dezvoltare și diversificare impresionantă. S-au dezvoltat noi tehnologii de realizare a formei prin sudare, adăugându-se materialelor utilizate până atunci (oțeluri obișnuite) și oțelurile inoxidabile austenitice și aliajele pe bază de nichel. [6, 7]

Astăzi, prin intermediul echipamentelor moderne, de mare tehnicitate (roboți de sudare cu 5-6 grade de libertate, tehnici CAD/CAM, senzori de raze infraroșii. etc.), tehnica generării formei prin sudare permite controlul procesului și realizarea cu ușurință a unor piese cu grad ridicat de complexitate într-un timp scurt, având totodată posibilitatea utilizării unei game largi de materiale. [8, 9, 10]

Primele semnalări privind procedeele de fabricație prin tehnica *Generării formei prin pulverizare termică* sunt făcute spre sfârșitul anilor `80 în Germania [11]. Metodele sunt rudimentare iar piesele realizate sunt de mari dimensiuni, fiind utilizate materiale ceramice de tip oxid de aluminiu. Principalele aplicații se regăsesc în domenii ca: industria metalurgică, industria electrotehnică, industria constructoare de mașini.

La începutul anilor '90 procedeul a fost dezvoltat și în varianta realizării prin generarea formei a componentelor din materiale metalice. Principalele materiale utilizate inițial, sunt oțeluri sau aliaje pe bază de cobalt [12], respectiv aliaje nichel-aluminiu [13].

Din punct de vedere al tehnologiei de lucru procedeul a fost de asemenea îmbunătățit prin conceperea și realizarea unor piese-suport care puteau fi utilizate pentru fabricația mai multor piese, fără a fi distruse sau degradate din punct de vedere funcțional, așa cum se practica cu câțiva ani mai devreme.

Deceniul trecut cunoaște o intensă dezvoltare a procedeului atât din punct de vedere al procedeului de pulverizare termică precum și din punctul de vedere al materialelor utilizate sau a procedeelor de detașare a pieselor suport.

Sunt dezvoltate metode de fabricație prin pulverizare termică prin metode generării formei, atât pentru procedee de pulverizare termică cu mare randament de depunere (cu baie topită, cu arc) [14, 15], cât și pentru procedeele de mare energie (plasmă. HVOF, LASER) [16, 17, 18].

De asemenea, paleta materialelor utilizate este mult diversificată. Se cunosc semnalări bibliografice privind fabricația prin această metodă, de la materiale metalice ușoare până la cele refractare sau ceramice sau cu gradient compozițional.[19, 20, 21, 22, 23] Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă oferă posibilitatea fabricației unor componente din materiale (refractare) greu realizabile prin alte procedee de pulverizare termică. Posibilitatea utilizării unor materiale noi, cu performanțe tehnice superioare, precum posibilitatea obținerii prin aceste metode a unor componente cu caracteristici speciale, face ca aplicațiile tehnicilor de Generare a formei prin pulverizare în jet de plasmă să se regăsească în domenii tehnice de vârf precum: aeronautică și aerospațial sau industria automobilelor ocupând un loc tot mai important în domeniul tehnologiilor de sudare și procedee conexe.[24]

Toate semnalările bibliografice fac referire la metode de fabricație utilizând materiale ceramice prin metoda generării formei prin pulverizare în care piesa suport este distrusă după realizarea fiecărei piese. [24, 25, 26, 27, 28, 29, 30]

În prezenta lucrare, autorul dezvoltă în premieră, o metodă de realizare a componentelor ceramice de tip ajutaj prin pulverizare în jet de plasmă, în care piesa suport poate fi utilizată nu numai în regim de unicat ci pentru realizarea mai multor piese identice sau chiar fabricația în serie.

Datorită caracterului de noutate al noilor tehnologii de fabricație (noi în România și în stadiu incipient pe plan mondial), nu în puține rânduri derularea programului experimental a fost îngreunată, bibliografia de specialitate fiind precară în domeniu iar rezultatele și studiile existente pe plan mondial greu accesibile. De aceea autorul consideră aceste studii ca un început de drum, care cu siguranță vor fi dezvoltate și diversificate în viitorul apropiat.

Doresc să mulțumesc cu această ocazie domnului Prof. Dr. Ing. Dorin DEHELEAN, atât pentru propunerea de a aborda acest domeniu de studiu precum și pentru suportul continuu pe care mi l-a acordat pe parcursul cercetărilor respectiv întocmirii acestei lucrări.

Nu în ultimul rând, doresc să mulțumesc tuturor colegilor și prietenilor care. pe parcursul acestor ani au fost alături de mine prin sfaturi sau idei utile.

Doresc să aduc totodată mulțumiri următoarelor institute pentru sprijinul logistic acordat:

- Institutului Național de Cercetare-Dezvoltare în Sudură și Încercări de Materiale ISIM Timișoara unde s-au realizat cercetările experimentale. institut unde autorul își desfășoară activitatea
- Istituto Fisiche Ancona (Italia) Microscopie optică și electronică a straturilor
- Hahn-Meitner Institut Berlin (Germania) Determinarea tensiunilor reziduale din straturi prin difracție de Raze X
- Neutron Research Laboratory Studsvik (Suedia) Determinarea tensiunilor reziduale din straturi prin difracție de neutroni.

3

Capitolul 2. REALIZAREA RAPIDĂ A PROTOTIPURILOR

2.1 Conceptul de realizare rapidă a prototipurilor (Rapid Prototyping)

Dinamica pieței a făcut ca în numeroase cazuri, tehnologiile și metodele clasice de fabricație să aibă o anumită inerție în darea în funcțiune a unui produs nou. În acest context, ingineria modernă și-a concentrat eforturile în dezvoltarea unor noi metode de fabricație. Aceste tehnologii au fost reunite sub denumirea de **"Realizare rapidă a prototipurilor"** (Rapid Prototyping - RP), care cuprinde acele tehnologii care permit realizarea, într-un timp scurt a pieselor, exclusiv prin adiție de material.

În cele mai multe cazuri prototipurile materiale se construiesc pe baza unui model tridimensional existent în formă numerică pe un calculator.

Piesa este mai întâi proiectată cu ajutorul calculatorului. O cerință preliminară de realizare asistată a unui prototip constă în reprezentarea tridimensională a obiectului, fie prin proiectare asistată cu ajutorul unui sistem CAD, fie prin scanare tridimensională sau altă metodă de achiziție sau generare a formei.

Etapa următoare este modelarea piesei 3D pentru a putea fi procesată de mașina ce va construi piesa. Modelul va fi secționat după plane paralele dispuse la distanțe egale cu grosimea unui strat ce poate fi depus printr-o singură trecere.

Fișierele astfel create vor fi transferate mașinii de lucru care prin depuneri succesive va construi modelul tridimensional.

În figura 2.1 sunt prezentate schematic etapele principale parcurse, la realizarea unui prototip prin procedee RP.[31]

Realizarea rapidă prototipurilor prezintă o serie de avantaje:[32]

- reducerea timpului de lansare pe piață al unui produs nou
- flexibilitate mare a procedeului
- posibilitatea realizării unor piese complexe
- posibilitatea realizării unor prototipuri din materiale ieftine

Un alt avantaj al metodei o constituie faptul că aceleași fișiere care sunt utilizate pentru crearea prototipului pot fi utilizate și pentru trecerea de la prototip la producție, eliminându-se astfel sursele de erori umane.



Figura 2.1. Etapele realizării unui prototip prin procedee RP

Principalele dezavantaje ale procedeelor RP sunt:

- instalații scumpe și costuri mari de întreținere
- rezistența mecanică redusă a modelelor realizate din materiale nemetalice
- la unele procedee există limitări din punct de vedere al gabaritului

2.2 Clasificarea procedeelor de realizare rapidă a prototipurilor

Primele încercări în domeniul metodelor moderne de fabricație rapidă de tip Rapid Prototyping s-au semnalat începând cu anul 1985. De atunci și până în prezent procedeele RP au cunoscut o și mai intensivă dezvoltare.

În prezent tehnologiile RP permit realizarea mai rapidă, ieftină și flexibilă a prototipurilor decât tehnologiile convenționale. Reducerile privitoare la timpii și costurile de execuție pot ajunge până la 30 - 95 % [33].

Principalele criterii după care procedeele RP se clasifică sunt: [34, 35]

- Din punct de vedere al materialului din care se realizează prototipul:

- nemetalice
- metalice
- După destinație:
 - prototipuri pentru testarea formei
 - prototipuri pentru simulări de laborator
 - piese și componente
- Din punct de vedere al modului de obținere a prototipului:
 - direct (prototipul se obține imediat)
 - indirect (se obține mai întâi o formă care este utilizată pentru obținerea prototipului prin turnare.
- Din punct de vedere al modelului pe baza căruia se obține prototipul:
 - object real care trebuie scanat
 - obiect virtual, sub formă de fișier CAD.

La ora actuală, există pe piață peste treizeci de procedee aplicabile de obținere rapidă a prototipurilor, de mare acuratețe pentru diferite tipuri de materiale. Aceste procedee sunt diferite în funcție de materialul utilizat, tipul de energie folosit sau în funcție de domeniul de aplicare.

Procedeele cele mai răspândite, sunt:[36 - 49]

- Procedee RP bazate pe solidificarea unui material plastic prin fotopolimerizare:
 - Stereolitografia (Stereolitography SL)
 - Modelare laser (Laser Modeling LM)
 - Fotosolidificare (Fotosolidification FS)
 - Fotopolimerizare selectivă utilizând măști de protecție (Solid Ground Curing SGC)
- Procedee RP de obținere a modelului prin depunere de material topit:
 - Modelarea prin depunere de material topit (Fused Deposition Modeling FDM)
 - Realizarea prin proiecție de particule (Balistic Particle Manufacturing -BPM)
- **Procedee RP ce utilizează ca material de adaos pulberi:**
 - Imprimare tridimensională (Three-Dimensional Printing 3D Printing)
 - Sinterizarea selectivă cu laser (Selective Laser Sintering SLS)

- Procedee RP bazate pe tehnici de stratificare a materialului:
 - Modelarea obiectului prin stratificare (Laminated Object Manufacturing LOM)
 - Modelare prin stratificare, de mare acuratețe
- Procedee RP bazate pe tehnologii de realizare a pieselor prin depunere de metal topit:
 - Generarea formei prin depunerea metalului topit și prelucrare mecanică (Shape Deposition Manufacturing SDM)
 - Generarea formei prin depunere prin sudare (Shape Welding SW)
 - Generarea formei prin pulverizare termică (Near-Net Shape Thermal Spraying)

Capitolul 3. REALIZAREA RAPIDĂ A COMPONENTELOR FUNCȚIONALE

3.1 GENERAREA FORMEI PRIN SUDARE

3.1.1 Generalități privind procedeul Generării formei prin sudare

Procedeele de realizarea rapidă a prototipurilor (Rapid Prototyping) sau a pieselor funcționale prin tehnologii de sudare sau procedee conexe au fost recent introduse în familia procedeelor de realizare rapidă a prototipurilor, deși ideea realizării pieselor direct prin sudare a apărut cu mulți ani în urmă, fiind concretizată prin realizarea unor componente metalice de mari dimensiuni.

Așa cum s-a menționat anterior, procedeele clasice de realizare rapidă a prototipurilor sunt foarte eficiente în activități de proiectare a formei constructive, simulări sau calcule de tensiuni și deformații în vederea predimensionării viitoarelor componente funcționale. În general aceste metode utilizează, pentru realizarea prototipurilor, materiale care nu pot asigura caracteristicile mecanice și funcționale ale componentelor în timpul funcționării.

Realizarea componentelor direct din materialul (metalic) care îndeplinește cerințele impuse în funcționare prin metode de fabricație rapidă a fost pasul următor în evoluția procedeelor Rapid Prototyping, cunoscând în scurt timp o intensă și rapidă dezvoltare.

Una din posibilitățile tehnologice de realizare rapidă a componentelor funcționale din materiale metalice este generarea formei prin sudare.

Prin "Generarea formei prin sudare" se subînțeleg toate procedeele utilizate pentru realizarea semifabricatelor sau componentelor sudate alcătuite integral din metal depus. [2, 50]

Materialul este depus în tehnica multistrat.

Datorită multiplelor avantaje oferite, metoda este folosită cu succes în multe domenii ca: industria chimică, industria petrolieră, industria automobilelor, industria nucleară.

3.1.2 Principiul metodei

Generarea formei prin sudare este un procedeu de realizare a pieselor sau componentelor metalice, la care există o singură etapă de fabricare: sudarea.

Piesa rezultă prin încărcare prin sudare, strat cu strat. iar procesul este astfel condus încât forma și dimensiunile piesei vor fi generate încă din această etapă.

Modul de lucru și etapele de depunere a cusăturilor sudate sunt prezentate în figura 3.1.

Încărcarea se face prin straturi succesive, de cele mai multe ori, pe un substrat la care materialul depus poate sau nu să adere. Utilizând tehnologii avansate de sudare (roboți, tehnici CAD/CAM, senzori de temperatură) suportul de ghidare poate să lipsească.



Figura 3.1. Mod de lucru la generarea formei prin sudare a unei componente toroidale

Substratul poate fi un semifabricat confecționat dintr-un oțel obișnuit care în cele mai multe cazuri are forma piesei finite. Substratul poate fi îndepărtat după finalizarea piesei, dacă se impune din punct de vedere tehnologic sau dacă permite configurația piesei, sau poate fi înglobat în piesă.

În cazul utilizării unor dispozitive specializate, încărcarea se poate face pe un substrat "fictiv" la care materialul încărcat nu aderă (substrat de cupru răcit), astfel încât la finalizarea piesei detașarea suportului se poate realiza cu ușurință.

3.1.3 Posibilități tehnice. Clasificarea procedeelor de generare a formei prin sudare

În prezent, tehnologiile de generare a formei prin sudare au fost mult dezvoltate și diversificate datorită în primul rând posibilităților tehnice disponibile (tehnici CAD/CAM, senzori de infraroșii etc.) dar și noilor performanțe impuse componentelor funcționale.

Modul de lucru este asemănător procedeelor de realizare rapidă a prototipurilor prezentate anterior. Se proiectează piesa cu ajutorul calculatorului într-un program de desenare.

Etapa următoare este cea de modelare tridimensională a piesei. Modelul 3D va fi secționat în felii paralele, de înălțime egală cu grosimea unui strat depus la o singură trecere. Fișierul ce conține modelul tridimensional va fi procesat și salvat într-un format compatibil cu unitatea de comandă și control a instalației de sudare. Fișierul conține instrucțiunile și comenzile necesare derulării procesului de sudare.

Prin utilizarea unor senzori de temperatură parametrii de sudare ce trebuie menținuți în limite strânse pot fi controlați permanent și modificați în timp real, dacă situația o impune, astfel încât să fie evitate defecte de tip "colaps" (topirea și prăbușirea piesei realizate).

În figura 3.2 a este prezentată etapa de simulare a parcursului pe care capul de sudare al unui robot trebuie să-l efectueze pentru construirea unui vas, iar figura 3.2 b prezintă produsul finit. [8, 51]





Figura 3.2 a. Etapa de simulare

Figura 3.2 b. Produsul finit

Pentru realizarea unor piese de configurație simplă, din considerente economice. se poate renunța la roboți de sudare specializați.

Piesa poate rezulta și utilizând un procedeu "clasic" de încărcare prin sudare, dar printr-o conducere atentă a procesului. Straturile sunt realizate prin depunere de cordoane de sudură în spirală simplă sau dublă în cazul pieselor sau componentelor de revoluție (figura 3.3 a și 3.3 b) sau rectilinii alăturate în cazul pieselor sau componentelor paralelipipedice sau piramidale(3.3 c) [52, 53].



Figura 3.3 a. Depunere în spirală simplă

Figura 3.3 b. Depunere în spirală dublă



Figura 3.3 c. Depunere în cordoane rectilinii alăturate

Odată construit un strat la dimensiunile stabilite, se poate trece la verificarea calității acestuia, dacă este cazul, după care se depune următorul strat, procesul repetându-se până la construirea întregii piese.

După construirea piesei, dacă sunt impuse cerințe privind starea suprafeței, urmează etapa de finisare, care de obicei se realizează prin prelucrări mecanice. Alegerea procedeelor de sudare, în tehnica realizării formei prin sudare, se va face în funcție de:

12

- configurația piesei
- rata depunerii
- materialul din care se realizează piesa

Din punctul de vedere al formei pieselor procedeul permite o gamă variată de modele. cele mai frecvent întâlnite fiind: paralelipipedice, cilindrice cu pereți cu grosime uniformă sau variabilă, tronconice, semisferice cum se poate observa și în figura 3.4.



Figura 3.4. Forme tehnologice uzuale [7]

După modul de generare al formei piesei, există mai multe metode de lucru. În tabelul 3.1 sunt prezentate schematic principalele metode de lucru, precum și avantajele, dezavantajele și posibilele aplicații industriale.

Metoda	Avantaje	Dezavantaje	Aplicații	
Metoda axială	 permite utilizarea unui număr ridicat de capete de sudare la defectarea unui cap de sudare procesul nu se întrerupe 	- necesită utilizarea unui suport dintr-un material disimilar celui depus	- arbori. - flanșe	
Metoda calotelor	 generarea de piese cu simetrie de rotație cu forme foarte variate permite utilizarea unui număr ridicat de capete de sudare nu este necesară deplasarea capului de sudare fiecare cap poate suda un strat specificat (simultan peretele și stratul placat) permite realizarea de piese cu diametre reduse 	 componenta trebuie să se deplaseze după conturul care se generează numărul de capete de sudare este limitat în special la componentele de dimensiuni reduse 	- calote. - coturi. - armături	
Metoda creșterii în spirală	- echipamente transportabile	- rată de depunere l'm'tată	- sudarea de ștuțur pe suporți	

Tabelul 3.1. Metode de realizare prin sudare a diferite componente geometrice [5]



Figura 3.5. Ștuț în construcție radială. Procedeu Figura 3.6. Cot în construcție axială cu masă de sudare SF



basculantă. Procedeu SF

Din punctul de vedere al direcției de sudare în raport cu axa de simetrie a piesei, piesa poate fi dezvoltată radial sau axial.

Figurile 3.5 și 3.6 prezintă corpuri construite radial, respectiv axial față de axele de simetrie ala acestora.[2]

Fiecare din aceste metode au fost dezvoltate existând la ora actuală variante de lucru specializate, funcție de configurația piesei. Cele mai multe studii au fost efectuate pentru metoda generării calotelor, care este foarte flexibilă.

Tabelul 3.2 redă schematic câteva din variantele de lucru pentru generarea coturilor sau semicilindrilor. [2]

Fără bascularea mesei	Fără basculare rânduri longitudinale	Fără ba s cularea mesei	Cu bascularea mesei	Cu bascularea mesei	Cu bascularea mesei
Θ	\bigcirc	$\mathbf{\nabla}$	00	20	55

Tabelul 3.2. Generarea corpurilor rotunde folosind mese basculante

3.1.4 Procedee de sudare utilizate la generarea formei prin sudare

Procedeele de sudare aplicabile fabricării pieselor prin procedeul generării formei prin sudare sunt multiple. Teoretic poate fi utilizat orice procedeu de sudare care permite depunerea unui cordon de sudură.

Alegerea unui procedeu se face însă, în funcție de mai mulți factori dintre care enumerăm următorii:

- productivitatea procedeului. Pentru a câştiga timp în procesul de fabricație atu de bază al generării formei prin sudare - se alege procedeul care permite realizarea unei productivități mari, în limitele în care gradul de automatizare, configurația piesei sau condițiile de lucru a piesei o permit;
- temperatura de topire a materialului utilizat. În cazul în care se construiesc piese din metale greu fuzibile se recomandă folosirea unor procedee de sudare care să dezvolte temperaturi ridicate (plasmă, laser, etc.);

- forma materialului de adaos. Există materiale metalice sau aliaje care nu pot fi trase sub formă de sârme sau bare. În acest caz se va folosi un procedeu de sudare la care se poate folosi material de adaos sub formă de pulbere;
- caracteristicile stratului depus. În cazul în care se cer piese la care nu sunt admise defecte în straturi (tehnica nucleară), se vor utiliza procedee de sudare, care permit oprirea procesului la intervale impuse de timp pentru controlul straturilor depuse;
- forma şi mărimea piesei. Nu se vor utiliza procedee de sudare cu rată mare de depunere în cazul în care piesele sunt de dimensiuni mici cu o grosime a peretelui mică.
- nu în puține cazuri alegerea unui procedeu de sudare este limitată și de dotarea firmei cu instalațiile și echipamentele necesare.

Procedeele cel mai des utilizate în tehnicile de generare a formei prin sudare sunt: [54, 55, 56, 57]

- sudarea cu plasmă: - cu arc de plasmă

- cu arc de plasmă în impulsuri

- sudarea sub strat de flux
- sudarea MIG/MAG
- sudarea WIG
- placarea cu electrod bandă

Condiția esențială care face un procedeu adecvat generării formei prin sudare este dată de posibilitatea realizării unui produs în condiții mai avantajoase decât prin alte metode. Un rol important îl joacă rata de depunere al procedeului precum și posibilitatea automatizării procedeului.

În momentul de față, pe plan mondial se utilizează în principal trei procedee de sudare la generarea formei prin sudare:

• Sudarea sub strat de flux a fost primul procedeu utilizat pentru generarea formei prin sudare. S-au exploatat rata ridicată de depunere, gradul ridicat de mecanizare și posibilitatea redusă de apariție a defectelor în condițiile utilizării unui echipament relativ simplu, ușor de reglat și monitorizat.

Tehnica de sudare implică utilizarea unui pat de flux depus pe suportul care orientează generarea piesei și permite utilizarea unui număr ridicat de capete de sudare (dacă este cazul). Pe lângă avantajul evident al unei rate ridicate de depunere și al ușurinței controlului procesului, sudarea sub strat de flux este un procedeu caracterizat prin energie liniară ridicată. Aportul termic ridicat poate duce la supraîncălzirea piesei și topirea acesteia. De aceea, procedeul impune utilizarea unor sisteme de răcire specializate cu apă. Soluțiile constructive utilizate în mod curent elimină apa din zona adiacentă îmbinării folosind un jet de aer comprimat. Toate acestea fac ca gabaritul unui sistem de sudare complet echipat să ajungă la 600 - 700 mm lungime – figura 3.7. [2]



O alternativă nouă la procedeul SF în generarea formei prin sudare o reprezintă sudarea în mediu de gaze protectoare.

• Sudarea MIG/MAG este, în urma evoluțiilor în controlul sinergic al procedeului, unul dintre procedeele cel mai frecvent utilizate în acest domeniu. Flexibilitatea mult mai ridicată a procedeului MIG/MAG determinată de gabaritul mai redus al echipamentului și energie liniară mai reduse au permis realizarea de componente de dimensiuni și forme foarte variate, din materiale dificil de prelucrat mecanic.

Masa redusă a pistolului de sudare face procedeul MIG/MAG foarte atractiv pentru robotizare, ceea ce a condus la o rapidă a extindere a procedeului [7, 57]. Materialele utilizate fac parte atât din clasa oțelurilor termorezistente, în special aliaje $2\frac{1}{4}$ Cr 1Mo cât și aliajelor nichelului de tip 625, pentru care au trebuit efectuate ușoare corecturi ale compoziției chimice în vederea creșterii sudabilității în tehnica multistrat. Gazele utilizate sunt Ar [57], dar și amestecuri de gaze de tip Ar + CO₂ [5].

Controlul procesului, în varianta automatizată, se face cu senzori de radiație infraroșie solidari cu pistoletul de sudare, care reglează funcție de temperatura piesei. parametrii de lucru, pentru evitarea topirii piesei.

• **Procedeul de încărcare cu plasmă și pulberi (PTA)** este o alternativă la celelalte procedee de sudare în cazul în care materialul de adaos (de încărcare) are o prelucrabilitate redusă, fiind disponibil numai sub formă de pulberi - figura 3.8.



Figura 3.8. Principiul procedeului PTA

Procedeul se folosește la realizarea componentelor cu performanțe ridicate. ce lucrează în medii agresive sau fac parte din echipamente de mare importanță. [54]

Procedeul generării formei prin sudare prin încărcare cu plasmă, este frecvent utilizat în varianta sudării în impulsuri. Motivul principal al utilizării tehnicii de sudare în impulsuri este acela de a reduce energia liniară a procedeului, ceea ce se reflectă printr-o stare de tensiuni mult mai redusă în depunere, deformații mai reduse ale pieselor și o susceptibilitate redusă la fisurare, în special în cazul depunerilor dure.

Alte procedee utilizate la generarea formei prin sudare sunt încărcarea WIG și placarea cu bandă, dar care sunt limitate datorită lipsei de flexibilitate (placarea cu bandă) și costurilor ridicate (încărcarea WIG) în comparație cu procedeele echivalente.

3.1.5 Avantaje și dezavantaje ale generării formei prin sudare

Metoda generării formei prin sudare a apărut din necesități de ordin economic, în scurt timp metoda s-a dovedit a fi extrem de avantajoasă, în multe domenii ea fiind rapid adoptată.

Avantajele procedeului generării formei prin sudare:

- scurtarea timpului de fabricare a piesei. Se elimină timpul de la faza de concepere a piesei la cea de fabricare. Nu este nevoie de proiectarea și realizarea SDV-urilor specifice, necesare în cazul forjării sau turnării.

În figura 3.9 sunt prezentate comparativ, etapele de lucru pentru realizarea unei piese prin generarea formei prin sudare respectiv prin procedee clasice de prelucrare.[54]





- îmbunătățirea proprietăților materialului. În cazul turnării pieselor de mari dimensiuni, datorită vitezei de răcire mici structura internă a materialului este grosieră, fapt ce duce la scăderea proprietăților mecanice. De asemenea viteza de răcire mică favorizează apariția macrosegregării elementelor de aliere, ducând la anizotropia proprietăților mecanice.

În cazul generării formei prin sudare, existența unui volum relativ mic de material topit face ca fenomenele prezentate mai sus să fie evitate, proprietățile mecanice fiind practic constante în toată secțiunea piesei chiar dacă aceasta este de mari dimensiuni. În plus prin ținerea sub control a temperaturii de lucru, care poate să aibă efect de tratament termic asupra straturilor depuse anterior, se poate obține o structură internă fină care face ca proprietățile mecanice ale piesei să crească;

 creșterea calității materialului. În condiții de lucru severe, în cazurile în care avarierea unor componente poate duce la pierderi mari (industria nucleară. industria chimică, industria petrolieră), utilizarea unor piese fără defecte în strat este extrem de importantă.

Cum majoritatea metodelor de investigare a calității stratului sunt limitate din punct de vedere al grosimii stratului, în cazul procedeelor "clasice" de fabricație. posibilitățile de investigare a calității stratului în cazul pieselor cu grosime mare sunt destul de reduse.

Folosind tehnica generării piesei prin sudare, se pot face investigații asupra stratului în timpul fabricării acesteia (după un număr prestabilit de straturi depuse).

astfel încât calitatea pereților componentei este cunoscută odată cu finalizarea procesului de fabricație;

 flexibilitate mare a procedeului. În cazul fabricării unor componente unicat sau prototipuri sau de serie mică, de mari dimensiuni, utilizarea unor procedee ca turnarea sau forjarea devine costisitoare şi lentă datorită conceperii şi fabricării SDV-isticii adecvate. În cazul în se fac şi modificări asupra formei sau dimensiunilor inițiale ale piesei situația devine şi mai neplăcută.

În cazul generării formei prin sudare forma și/sau dimensiunea piesei pot fi schimbate ușor și în scut timp.

Prin comandarea procesului de către calculator, eventualele modificări pot fi făcute direct pe desenele anterioare (scurtând și faza de proiectare), totodată fiind operate și modificările parametrilor de lucru;

- posibilitatea realizării de piese cu gradienți compoziționali. Dacă în funcționare pieselor li se cer proprietăți speciale (anumite proprietăți mecanice, rezistență la uzare, rezistență la coroziune, etc.) există posibilitatea ca o parte a piesei să fie construită dintr-un material cu calități inferioare (mai ieftin) şi doar suprafața care necesită anumite proprietăți să fie construită cu materialul adecvat;
- posibilitatea automatizării ridicate a procesului. Întregul proces poate fi condus de un robot conform unui program special construit în acest sens. În cazul unor programe de lucru mai sofisticate, există posibilitatea modificării unor parametri în timp real, în funcție de condițiile apărute, sesizate de senzori;
- folosirea eficientă a materialului. Piesa fiind construită dintr-o singură etapă nu există pierderi de material de tipul: adaos de prelucrare, bavuri, țunder, etc. Eficiența de utilizare a materialului este de peste 85%, în timp ce la procedeele clasice nu depăşeşte 60 - 65%;
- nu există restricții speciale din punctul de vedere al dimensiunilor piesei.

Dezavantajele procedeului:

- limitări ale procedeului din punct de vedere al complexității piesei

- costul ridicat al echipamentelor specifice metodelor de generare a formei prin sudare

- există cazuri când se impune o prelucrare mecanică ulterioară a suprafeței piesei

- în cazul în care nu sunt menținuți în limitele stabilite principalii parametrii de lucru. se poate ajunge la topirea și prăbușirea piesei sau deformarea acesteia datorită topirii materialului.

3.1.6 Aplicații ale tehnologiilor de generare a formei prin sudare

În cele ce urmează vor fi prezentate câteva din aplicațiile specifice procedeului utilizate în mod curent pe plan mondial.

Majoritatea aplicațiilor vizează execuția unor componente de dimensiuni și mase ridicate din industria chimică și energetică nucleară, de obicei dificil de realizat prin procedee clasice (turnare-forjare-prelucrare mecanică)

De asemenea au fost realizate coturi, funduri și elemente toroidale, în marea majoritate prin sudare sub strat de flux folosind sisteme complexe, cu mai multe capete de sudare, sudare MIG sau sudare cu plasmă.

1. Profile antiuzură realizate prin procedeul PTA



Figura 3.10. Corp cilindric în trepte, 600 mm lung. diametru 254, respectiv 330 mm, masa 182 kg. [7]

b. Semitoruri



Figura 3.11. Oțel 10Mn Mo Ni5 5, diametru mediu 1520 mm, sârmă S3 Ni Mo 1, flux OP 122, procedeu SF, [5]

c. Coturi



Figura 3.12. Coturi: Alloy 625 (61% Ni. 21.5% Cr. 9% Mo, 2.5% Fe, 0.2% Al, 0.2% Ti. 3.65% Ta + Co). diametru 305 mm, masa 148 kg, procedeu MIG. [7]

d. Racorduri



Figura 3.13. Cap semisferic, grosime 76 mm, diametru 915 mm, 453,5 kg cu o diuză integrată de diametru de 152 mm, procedeu MIG, [7]

3.2 GENERAREA FORMEI PRIN PULVERIZARE

3.2.1 Generalități

Progresele înregistrate în domeniile tehnice de vârf ca: industria aeronautică și aerospațială, medicină, industria constructoare de mașini, au impus utilizarea unor piese sau componente care să asigure performanțe tot mai ridicate.

Acest deziderat nu a fost posibil de îndeplinit fără elaborarea și utilizarea unor noi materiale capabile să îndeplinească cerințele impuse.

Noile materiale, de tipul materialelor ceramice, materialelor compozite sau aliajelor intermetalice, sunt însă greu de prelucrat prin metodele clasice de fabricație (turnare, forjare, prelucrări mecanice). Dificultatea prelucrării acestor materiale este dată, în primul rând, de caracteristicile fizice și mecanice ale acestora (temperatură de topire ridicată, duritate mare, fragilitate etc.)

Conceperea și utilizarea unor noi metode și tehnologii de fabricație. cu performanțe superioare, care să permită o prelucrare rapidă și ușoară a acestor noi tipuri de materiale, a devenit imperios necesară.

Printre aceste noi metode se înscriu și *Tehnicile de generare a formei prin pulverizare*, care lărgesc paleta tehnologiilor de fabricație rapidă a componentelor funcționale. [30]

Prin termenul de "Generare a formei prin pulverizare" se subînțeleg toate procedeele utilizate pentru realizarea semifabricatelor sau componentelor alcătuite integral din material depus printr-un procedeu de pulverizare termică.

3.2.2 Principiul metodei

Principial metoda generării pieselor prin pulverizare constă în următoarele: pe un suport având forma adaptată aplicației urmărite se depune prin pulverizare termică un strat de forma și dimensiunile prestabilite. În continuare, se suportul îndepărtează, rămânând piesa dorită. [13]

Schema de principiu a metodei este prezentată în figura 3.14. [30]

Tehnologia de fabricație comportă, în linii mari, trei etape:

I - acoperirea prin pulverizare termică a suportului cu un strat de grosime prestabilită;

II - îndepărtarea suportului, obținându-se produsul brut (piesa nefinisată);

III – finisarea suprafeței sau prelucrarea dimensiunilor piesei la cota finală (dacă este cazul).



Figura 3.14. Schema de principiu a metodei generării formei prin pulverizare

3.2.3. Metode de generare a formei prin pulverizare

La ora actuală se utilizează în mod curent mai multe procedee Rapid Prototyping prin pulverizare termică, care permit obținerea de scule sau componente cu caracteristicile necesare pentru utilizarea directă în producție. Prin aceste procedee piesele pot fi obținute din oțel sau alte metale dure, ceramice sau cermeți.

În continuare vor fi prezentate câteva procedee de realizare rapidă a pieselor funcționale.

3.2.3.1 Realizarea rapidă a matrițelor prin pulverizare termică

Procedeul permite realizarea unor matrițe robuste pentru injectarea maselor plastice. într-un timp de două până la trei ori mai scurt decât prin metodele clasice. Matrițele realizate permit realizarea a câtorva zeci de mii de piese.

În figura 3.15 este prezentată o matriță realizată din compozit nichel-ceramică. [58]

Realizarea viitoarei matrițe începe prin modificarea fișierului CAD al obiectului care urmează să fie injectat în aceasta, astfel încât să fie prevăzute eventuale adaosuri de prelucrare și canalele de injecție. Pe baza acestui fișier CAD se realizează un prototip, prin stereolitografie sau printr-un alt procedeu RP.



Figura 3.15. Matriță realizată din compozit nichel-ceramică

Prototipul este apoi acoperit cu un strat metalic subțire (1 - 1,5 mm). Acoperirea se face prin pulverizare termică. Pentru a nu deteriora substratul din material plastic se va utiliza un procedeu de acoperire caracterizat prin aport termic redus al stratului depus asupra substratului (pulverizare cu arc, pulverizare prin detonație etc.). Alegerea materialului metalic se va face în funcție de materialul ceramic utilizat pentru construcția matriței, pentru a se asigura o bună aderență a stratului ceramic la stratul metalic.

Stratul metalic depus urmărește cu foarte mare acuratețe toate detaliile modelului și prezintă rezistență mecanică bună, chiar și pentru cele mai solicitate porțiuni ale matriței.

După realizarea stratului metalic, modelul de plastic este utilizat în continuare ca element de fixare în timpul operației de consolidare a stratului de nichel cu material ceramic. Realizarea stratului ceramic se face uzual prin pulverizare termică în jet de plasmă sau pulverizare cu flacără de mare viteză (HVOF).

Matrița astfel realizată, este apoi fixată într-un cadru din oțel. Deoarece nu există contracții mari la solidificarea materialului ceramic, se obține o foarte bună conlucrare a elementului compozit nichel-ceramică rezultat, care permite transmiterea tensiunilor de compresiune care apar pe suprafața activă din nichel, prin intermediul stratului ceramic până pe cadrul din oțel. În timpul depunerii stratului ceramic se vor avea în vedere canalele de răcire, care vor fi plasate în proximitatea suprafeței viitoarei matrițe.

Ultima fază a realizării matriței constă în extragerea modelului din plastic. eventual prin distrugerea sa.

În momentul actual, realizarea sculelor prin această metodă și-a dovedit viabilitatea în realizarea matrițelor de înaltă presiune. Se lucrează în continuare la creșterea preciziei dimensionale, la automatizarea tehnologiei și la scăderea timpului de fabricație a matrițelor.

3.2.3.2 Procedeul LENS de obținere a prototipurilor metalice (LENS – Laser-Engineered Net Shaping)

Procedeul LENS este o metodă foarte promițătoare pentru realizarea componentelor metalice tridimensionale, direct pe baza fișierelor CAD.

Prin intermediul acestui procedeu se pot obține direct scule așchietoare sau matrițe pentru injectarea maselor plastice. Procedeul este economic avantajos, în special în cazul materialelor scumpe sau greu de prelucrat prin alte metode. De asemenea, procedeul permite realizarea componentelor cu gradient de proprietăți, prin dozarea dinamică a materialului de adaos.

Procedeul LENS se bazează pe procedeul de pulverizare cu laser caracterizat prin injectarea materialului metalic sub formă de pulbere în baia metalică creată de o rază laser de putere, care se deplasează astfel încât modelul metalic este realizat strat cu strat, ca și în majoritatea procedeelor de Rapid Prototyping.

Ca și în cazul altor procedee RP, LENS este o metodă de fabricație prin adiție de material, dar care produce direct componente metalice fără goluri, eliminându-se astfel prelucrările intermediare. Prin aceasta se reduc foarte mult costul și timpul de realizare a pieselor metalice, față de metodele clasice.

La ora actuală, prin procedeul LENS s-au obținut prototipuri metalice dintr-o gamă foarte largă de materiale, printre care se amintesc: oțeluri aliate inoxidabile. oțeluri înalt aliate pe bază de nichel, oțeluri aliate de scule, oțeluri aliate refractare. wolfram, carburi de titan și cermeți.

Trebuie subliniat din nou faptul că prin acest procedeu nu se sinterizează pulberile metalice, ci acestea sunt complet topite. Analiza metalografică a pieselor metalice obținute a demonstrat acest lucru și a evidențiat, de asemenea, absența porilor. În plus s-a constatat faptul că grăunții cristalini se dezvoltă transversal pe limita dintre straturile depuse. Testele mecanice au dovedit caracteristici mecanice înalte, superioare față de cele ale materialului în stare recoaptă.

Precizia dimensională în planul straturilor depuse este între $\pm 0,05$ și $\pm 0,07$ mm. fiind direct influențată de precizia de deplasare în planul x-y a sistemului de poziționare. La fel ca în cazul altor procedee cu adaos de material, acuratețea dimensională în direcția z este de numai ± 0.25 până la ± 0.4 mm. Precizia dimensională în direcția z este influențată în special de volumul materialului topit. În general, diametrul băii topite este de numai 0.5 mm. [58]

Laserul este incorporat într-o incintă cu atmosferă controlată de argon și eventual o cantitate scăzută de oxigen. Izolarea zonei de lucru rezolvă și problemele care apar datorită pulberii de metal care ar putea contamina mediul.

Capul de injectare a pulberii metalice este construit astfel încât să proiecteze jetul de argon, care transportă pulberea, direct în punctul de focalizare a razei laser. Cerințele cele mai importante, de care depinde în mare măsură precizia procedeului. sunt dozarea cât mai precisă a debitului de pulbere și fluxul cât mai constant al acestuia.

În figura 3.16 este prezentat un cap de pulverizare, în construcție monobloc cu lentila pentru focalizarea razei laser. Această soluție constructivă asigură robustețea sistemului și creșterea preciziei sistemului [55].



Figura 3.16. Cap de injectare a pulberii în construcție monobloc cu lentila laser

În stadiul actual de dezvoltare a procedeului LENS pot fi produse doar componente metalice care nu au o variație prea mare a secțiunii în direcția verticală.

Nişa tehnologică pe care o ocupă la ora actuală cu succes procedeul se referă la materialele scumpe. De asemenea procedeul este competitiv pentru reparații și realizarea unor piese monolitice din diferite materiale, chiar și multicompozite sau cu gradient compozițional, prin dozarea asistată de calculator a amestecurilor de pulberi.

3.2.3.3 Generarea formei prin depunerea metalului topit și prelucrare mecanică (Shape Deposition Manufacturing – SDM)

Generarea formei prin depunerea metalului topit și prelucrare mecanică (SDM), este o tehnologie Rapid Prototyping pentru piese metalice, relativ complexă, care prezintă ca element inovativ, construirea concomitentă a piesei și a suportului, respectiv utilizarea prelucrării mecanice 3D (utilizând roboți cu 5 axe).[29]

Principial, metoda de construire a piesei este asemănătoare cu cea specifică altor procedee RP, dezvoltate însă pentru materiale nemetalice, piesa rezultând prin adiție de material. Fiecare strat depus este compus atât din materialul piesei cât și din cel al suportului.

Modelul este proiectat și desenat 3D într-un fișier CAD. În funcție de rata de depunere a procedeului de acoperire ales modelul este divizat în "felii" egale ca înălțime cu grosimea de material depus la o trecere. Etapa următoare este cea a transferului fișierului unității de lucru.

Prin intermediul unui procedeu de acoperire prin pulverizare termică (uneori poate fi utilizat și un procedeu de acoperire prin sudare) se depune mai întâi stratul de material pentru suport (figura 3.17 a) [33]. După construirea acestui strat, întreg ansamblul va fi transferat unității de prelucrări mecanice (mașină de frezat cu 5 axe), unde se va îndepărta surplusul de material, forma stratului ajustându-se conform modelului proiectat (figura 3.17 b).

În etapa următoare se va depune stratul de material pentru piesă (figura 3.17 c) care la rândul lui va fi prelucrat prin așchiere (figura 3.17 d). Urmează apoi completarea golurilor sau a locurilor neîncărcate cu material pentru suport, până la grosimea de strat prestabilită (figura 3.17 e) după care, în final întregul strat va fi prelucrat mecanic și pregătit pentru construirea următorului strat (figura 3.17 f).

Procesul se repetă până la construirea întregii piese.

În figura 3.17 se prezintă principiul metodei *Generării formei prin depunerea* metalului topit și prelucrare mecanică. [33]



Figura 3.17. Generarea formei prin depunerea metalului topit și prelucrare mecanică

După construirea tandemului suport-piesă se va trece la îndepărtarea suportului. De obicei se apelează tot la prelucrările mecanice prin așchiere dar pot fi utilizate și alte metode (dizolvare, topire).

Pentru o îndepărtare mai ușoară a suportului, este indicat ca materialele pentru piesă și suport să fie disimilare, pentru a nu se crea legături puternice între ele. Rezultate bune s-au obținut prin utilizarea cuprului pentru suport. în cazul în care piesa a fost construită din oțel inoxidabil. Cuprul topit poate fi depus pe oțelul inoxidabil fără ca acesta să se topească iar oțelul inoxidabil topit la rândul lui nu va topi cuprul datorită conductivității termice ridicate a cuprului. Cuprul poate fi. în final, îndepărtat prin dizolvare în acid nitric, fără ca oțelul inoxidabil să fie afectat.

3.2.3.4 Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă

Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă constă în următoarele: pe un suport având suprafața și forma adaptată aplicației urmărite se depune prin pulverizare în jet de plasmă un strat de forma și dimensiunile prestabilite. În continuare, stratul depus (piesa) se îndepărtează de pe suport, rezultând piesa dorită.

Schema de principiu a procedeului este prezentată în figura 3.18.



Figura 3.18. Schema de principiu a procedeului Generării formei prin pulverizare în jet de plasmă

După modul de îndepărtare a piesei realizate prin pulverizare de pe suport pe care s-a efectuat pulverizarea, procedeul permite două variante tehnologice:

• "Generarea formei prin pulverizare prin distrugerea suportului" fiind aplicată, în general, atunci când suportul este realizat dintr-un material cu temperatură de topire joasă (materiale plastice) sau când stratul depus aderă puternic la suport. nefiind posibilă simpla "extragere" a piesei de pe suport.

După acoperirea cu materialul de compoziție și de grosime dorită, suportul poate fi îndepărtat prin una din metodele de mai jos:

- dizolvare - care se poate realiza fie prin dizolvare fizică într-un solvent adecvat al suportului, fie prin trecerea în soluție a suportului, prin reacție chimică;

- topire - prin încălzirea ansamblului piesă - suport la o temperatură care să topească piesa suport fără afectarea piesei rezultate;

- ardere – distrugerea prin combustie a piesei suport.

Una dintre aplicațiile de bază ale aceste metode este realizarea rapidă a sculelor de tipul matrițelor de injecție a maselor plastice.

• "Generarea formei prin pulverizare fără distrugerea suportului", variantă prin care suportul poate fi utilizat pentru realizarea unui număr ridicat de piese, fără a suferi degradări semnificative.

Procedeul se aplică în cazurile în care se poate utiliza, pentru piesa suport, un material cu caracteristici fizice mult diferite față de cele ale materialului din care se realizează piesa. Îndepărtarea piesei de pe suport se poate face prin răcirea rapidă a suportului, ceea ce va avea ca și consecințe contractarea mai rapidă a suportului decât a piesei pulverizate. Datorită aderenței relativ scăzute a stratului pulverizat (piesei) pe suport, respectiv a modificărilor de volum diferite, piesa se desprinde de pe suport. putând fi îndepărtată cu uşurință.

Răcirea suportului se realizează prin trecerea unui volum de apă, prin canale special practicate în suport astfel încât să fie asigurată o răcire rapidă și eficientă.

La realizarea pieselor prin pulverizare fără distrugerea suportului, trebuie respectate câteva condiții, considerate de bază:

- materialul suportului se alege în funcție de materialul din care va fi realizată piesa. Astfel, aderența stratului depus trebuie să fie asigurată, cu precădere. de fenomene de tip ancorare mecanică și nu fenomene ca: microsuduri, difuzie. legături interatomice etc.

- trebuie asigurată o rugozitate optimă a suprafeței suportului astfel încât aderența stratului depus să fie minimă, pentru a permite o desprinderea ușoară a piesei de pe suport, fiind totodată evitate fenomene de tipul exfolierii sau chiar neaderării totale a stratului depus;

- geometria și dimensiunile suportului trebuie alese corespunzător aplicației date. Totodată, grosimile pereților suportului se vor calcula astfel încât să fie asigurată o răcire rapidă și eficientă;

Uzual, procedeul generării formei prin pulverizare în jet de plasmă este folosit la realizarea pieselor metalice de rotație cu pereți subțiri, dar printr-o conducere atentă cu respectarea riguroasă a parametrilor de lucru și utilizând dispozitivări adecvate (manipulatoare 3D, sisteme CAD/CAM) pot fi realizate piese de configurații complicate. [12, 30]

Principalele aplicații ale generării formei prin pulverizare se regăsesc în domenii ca: industria aerospațială, industria automobilelor, metalurgie, aparatură medicală și de laborator.

Datorită temperaturilor ridicate dezvoltate de jetul de plasmă, procedeul este de neînlocuit în cazul procesării materialelor greu prelucrabile sau refractare din categoria: materialelor ceramice, metalelor refractare, cermeților.

Câteva dintre materialele uzual utilizate la fabricația prin tehnica generării prin pulverizare termică, sunt: [11, 12, 20]

- wolframul și aliaje de wolfram;
- molibdenul și aliaje de molibden;
- aliaje NiCrB sau NiCrBSi;
- diferite oțeluri;
- aliaje metalice de tip AlCuMgAg;
- materiale ceramice (Al₂O₃, Cr₂O₃, TiO₂, ZrO₂, Al₂TiO₅, 3Al₂O₃ 2SiO₂);
- cermeți (Al₂O₃ 30(Ni-20Al), Cr 28Ni 12Co 6C 2Al 2Mo 1B 1Si, MgZrO3 35NiCr).

Specificul tehnologiei de pulverizare termică permite realizarea pieselor cu gradienți compoziționali. Astfel, o piesă care va lucra în mediu abraziv, în condiții de coroziune la temperaturi ridicate va fi construită din straturi succesive, după cum urmează: un strat antiuzură peste care se depune un strat rezistent la coroziune, urmată de acoperirea cu un strat izolator termic, încheindu-se cu depunerea unui strat antiuzură. Între straturile funcționale se pot intercala straturi tampon în scopul creșterii aderenței între straturi.

3.2.4 Avantaje și dezavantaje ale tehnicilor de generare a formei prin pulverizare

Metodele de generare a formei prin pulverizare termică prezintă certe **avantaje**, câteva dintre acestea fiind prezentate în cele ce urmează:

- posibilitatea realizării unor componente din materiale greu sau imposibil de prelucrat prin alte procedee. Datorită temperaturilor ridicate din jetul de plasmă nu există practic restricții care să limiteze procedeul la materiale de adaos cu anumite caracteristici fizico-mecanice (temperatură de topire, duritate, fragilitate) de care, la alte procedee de fabricație, trebuie să se țină cont;

- scurtarea timpului de fabricație prin eliminarea timpilor necesari execuției SDV-urilor specifice turnării sau forjării. Procedeul având o singură etapă de fabricație modificările de tip formă sau dimensiune sunt ușor de aplicat pieselor realizate;

- posibilitatea realizării unor piese cu gradienți compoziționali, utilizând materiale disimilare. Față de generarea formei prin sudare, procedeul prezintă avantajul ca nu este necesară o compatibilitate metalurgică între materialele din stratul cu gradient compozițional. Așa cum s-a arătat anterior, pot fi realizate componente cu straturi metal-ceramică sau ceramică-metal-ceramică. metal-ceramică metal-ceramică.
- reducerea practic totală a fenomenelor de tip segregări, retasuri etc. Datorită răcirii rapide a granulei de pulbere pulverizată, precum și a volumului redus de material depus la o trecere, fenomenele uzual întâlnite la alte procedee de fabricație sunt evitate

- posibilitatea de a realiza componente cu porozitate controlată. O caracteristică de bază a straturilor pulverizate este porozitatea. Prin conducerea atentă a procesului de pulverizare se poate estima porozitatea stratului depus. Acest avantaj este materializat în aplicații de tip: bariere termice, elemente de ungere, straturi biocompatibile etc.

- uşurință de încorporare a particulelor cu proprietăți speciale (ex. faze dure) în stratul pulverizat. În aplicații în care componentele sunt puternic solicitate (abraziune severă) este recomandată utilizarea unor materiale de adaos compozite (matrice metalică moale ranforsată cu elemente dure de tip carburi), care în majoritatea cazurilor sunt dificil de depus prin metode de sudare, dar nu prezintă probleme în cazul tehnicilor de generare a formei prin pulverizare în jet de plasmă;

- posibilitatea de a obține produse apropiate de forma finală fără a fi necesară o prelucrare ulterioară. În cazurile când nu există specificații speciale privind starea suprafeței piesei realizate, aceasta poate fi folosită fără prelucrări mecanice suplimentare.

Totodată procedeul are și câteva dezavantaje:

- randament de depunere scăzut, specific pulverizării
- consum de gaze ridicat
- straturi poroase cu densitate variabilă a stratului
- necesitatea unor tratamente termice (degazare, sinterizare) în unele cazuri

3.2.5 Metode de pulverizare termică utilizate la realizarea formei prin pulverizare

Conform EN 657 "pulverizarea termică cuprinde toate procedeele în care materialele de adaos pentru pulverizare sunt aduse în stare plastică în interiorul sau exteriorul aparatelor de pulverizare (pistol arzător) și apoi pulverizate pe suprafața pregătită a materialului de bază. Suprafața materialului de bază nu trebuie să ajungă în stare topită."

Procesele de pulverizare termică sunt diferențiate prin sursa de energie (combustie sau electrică), material de adaos (particule sau solid), și mediul de pulverizare (aer, depresiune, gaz inert).

Pulverizarea termică este tipic separată în trei mari categorii: [59]

- cu combustie (flacără-pulbere sau sârmă, cu flacără de mare viteză),
- cu arc electric (aer sau gaz inert)
- plasmă (curent direct, aer-plasma, vacuum plasma, gaz inert, sau inducție de frecvență radio).

In continuare vor fi prezentate principalele tehnologii de pulverizare utilizate în tehnologiile de Generare a formei prin pulverizare termică.

3.2.5.1 Pulverizarea cu flacără și pulbere

Pulverizarea cu flacără este sub aspect istoric primul procedeu de pulverizare și este cunoscut totodată ca procedeul cel mai puțin intens energetic.

În timp, datorită multiplelor avantaje pe care le prezintă, procedeul a fost dezvoltat și diversificat.

Principial, materialul de adaos se topește în sistemul de duze de către o flacără oxi-gaz și este propulsat pe suprafața substratului. Energia necesară topirii provine dintr-o reacție exotermă de ardere în oxigen a unui gaz combustibil (acetilenă, propan. butan, hidrogen etc.).

Energia cinetică a particulelor este de nivel scăzut și rezultă ca acțiune a transferului de energie termică de la gazele de ardere fierbinți la particulele de material de adaos și ca urmare a antrenării particulelor de către jetul de gaze prin frecare.

Figura 3.19 prezintă schematic principiul pulverizării cu flacără și pulbere [60].





În tehnicile de generare a formei prin pulverizare, pulverizarea cu flacără și pulbere este utilizată pentru realizarea unor piese din aliaje metalice ușoare sau în cazurile în care piesa realizată trebuie să prezintă porozitate ridicată (elemente filtrante sau de ungere). De asemenea se optează pentru pulverizarea cu flacără și pulbere în cazul în care stratul depus pe piesa suport nu trebuie să aibă o aderență ridicată (în cazul aplicării tehnologiilor de generare a formei prin pulverizare fără distrugerea suportului).

3.2.5.2 Pulverizarea prin detonare

Instalațiile de pulverizare prin detonare a amestecului gazos se bazează pe accelerarea particulelor de către unda de șoc a exploziilor ce au loc în interiorul pistolului, propulsând particulele în afara țevii pistoletului cu o viteză de până la 800 m/s. [61]

Amestecul de gaze în care se găsește pulberea, în suspensie, se aprinde printr-o scânteie electrică.

Instalația funcționează cu 4 - 8 explozii/s, putând depune până la 5 mm grosime strat de metal depus.

Temperatura din interiorul tunului (pistoletului) poate atinge 4 700 ^oC, fiind posibilă și pulverizarea materialelor cu temperaturi de topire ridicate.

Figura 3.20 prezintă schematic principiul pulverizării prin detonare. [61]



Figura 3.20. Pulverizarea prin detonare

Specificul tehnologiei de pulverizare prin detonare permite realizarea unor componente prin metoda generării formei prin pulverizare cu compactitate mare. Se utilizează atât în cazul materialelor de adaos metalice, cât și pentru materiale ceramice.

Utilizând așa numita "tehnică de pulverizare la rece" este posibil să se efectueze acoperiri pe piese suport cu temperatură de topire scăzută (lemn, plastic).

3.2.5.3 Pulverizarea cu flacără de mare viteză

Între procedeele de mare energie se numără și procedeul denumit HVOF (High Velocity Oxi-Fuel) sau pulverizare cu flacără de mare viteză, care permite de asemenea depunerea prin pulverizare termică a materialelor metalice sau ceramice cu temperatura de topire ridicată (Al₂O₃, TiO₂, Cr₂O₃).

Acest procedeu de mare energie folosește sisteme de injecție a gazelor la presiuni ridicate (până la 8 bar). Majoritatea sistemelor au fost dezvoltate pentru gaze combustibile din grupul propan, hidrogen sau heptan.

Datorită similitudinilor și performanțelor tehnologice asemănătoare cu pulverizarea prin detonare, paleta aplicațiilor în domeniul generării formei prin pulverizare cu flacără de mare viteză este asemănătoare cu cea a pulverizării prin detonare.

În figura 3.21 este prezentat principiul pulverizării cu flacără de mare viteză. [61]



Figura 3.21. Pulverizarea cu flacără de mare viteză

3.2.5.4 Pulverizarea cu arc electric

La pulverizarea cu arc electric energia termică necesară topirii materialului de adaos, este furnizată de un arc electric amorsat între două cu sârme (material de adaos) ce se topesc la capete și au o mișcare de avans, astfel încât lungimea liberă a arcului electric rămâne constantă. Materialul metalic topit este atomizat și proiectat pe suprafața de acoperit de un jet de gaz, cu debit ridicat (tipic >1 500 m³/h). [61]



Figura 3.22 prezintă schema de principiu a pulverizării cu arc electric [59].

Figura 3.22. Pulverizarea cu arc electric

Un pistol de pulverizare cu arc electric constă dintr-o duză care direcționează jetul de aer cu mare presiune (sau în cazuri speciale gaz inert) la locul de topire și un mecanism de avans al sârmei care și poziționează sârma. Rata de topire și controlul tensiunii electrice a electrodului, lungimea arcului și mărimea distribuției picăturilor ce părăsesc electrozii afectează structura finală a stratului depus.

Viteza particulelor variază, dar este mai mare decât la flacără și mai mică decât la HVOF sau plasmă.

Spre deosebire de oricare alt proces de pulverizare termică, pulverizarea cu arc utilizează un jet de aer rece pentru a desprinde capetele topite de arcul electric ale sârmei; prin urmare componentele ce se acoperă nu sunt încălzite semnificativ. avantaj pentru materialele sensibile la temperaturi ridicate.

În domeniul tehnicilor de generare a formei prin pulverizare, procedeul se aplică atunci când se cere o rată de depunere ridicată (Ex. Generarea formei prin depunerea metalului topit și prelucrare mecanică), iar materialul de adaos este metalic, în special aliaje de tip aluminiu, alamă, bronz.

Dezavantajul de a se putea utiliza ca material de adaos, la pulverizarea cu arc, doar materiale ce pot fi trase sub formă de sârmă este compensat de posibilitatea de a realiza componente din aliaje intermetalice, prin utilizarea a două sârme de compoziții diferite.

3.2.5.5 Pulverizarea cu baie topită

Schema de principiu a pulverizării cu baie topită este prezentată în figura 3.23. [62]



Figura 3.23. Pulverizarea cu baie topită

Metalul topit este trecut dintr-un rezervor printr-o duză calibrată într-un atomizor unde este preluat de un gaz pulverizator (uzual aer comprimat). în prealabil încălzit. Rezultă astfel, un jet cu particule fine topite, care este depus pe piesa pregătită anterior. În funcție de rata de depunere se va regla viteza de avans a piesei.

În tehnicile Rapid Prototyping procedeul este folosit la fabricarea tablelor subțiri. Depunerea se va face pe o bandă transportoare (curea). Datorită energiei cinetice mici a particulelor topite respectiv a rugozității mici a bandei transportoare. aderența stratului depus (tablei) pe substrat (banda transportoare) este scăzută, astfel încât, după trecerea prin cele două role care au rolul dimensionării grosimii tablei. desprinderea se realizează ușor, tabla realizată trecând în continuare în laminor.

Procedeul este frecvent utilizat la fabricarea tablelor subțiri din aliaje speciale de aluminiu. [62]

3.2.5.6 Pulverizarea cu laser

Pulverizarea cu laser se realizează prin injectarea unei pulberi într-un fascicul laser prin intermediul unui injector specializat, topirea acesteia de către radiațiile laser și proiectarea pe substratul ce urmează a fi acoperit. Particulele sunt antrenate spre metalul de bază de un gaz purtător, dar și sub efectul atracției gravitaționale. Baia topită este protejată printr-o atmosferă gazoasă.

Avantajul major al pulverizării cu laser se referă la posibilitatea realizării unor straturi cu diluție extrem de redusă, rezultând straturi de mare puritate. Acest avantaj permite utilizarea unor metale de bază ieftine.

De asemenea, aderența statului este foarte ridicată, iar căldura indusă în metalul de bază este redusă, deformațiile piesei fiind foarte mici. Influența scăzută a căldurii asupra materialului de bază face posibilă prelucrarea de precizie a conturului final.

În figura 3.24 este prezentată schema de principiu a procedeului. [63]



Figura 3.24. Principiul pulverizării cu laser

Pulverizarea cu laser prezintă două variante tehnologice: [63]

- *Pulverizarea cu laser în două faze*. Mai întâi, se aplică un strat de grosime prestabilită de pulbere pe suprafața materialului de bază. Stratul se depune, uzual, printr-un procedeu de pulverizare de mică energie. Faza a doua este aceea a retopirii stratului depus, cu ajutorul unui fascicol laser.
- *Pulverizarea cu fascicul laser într-o singură fază*. Prin acest procedeu se realizează atât depunerea de material pulverizat, cât și topirea acestui strat prin

intermediul unui fascicul concentrat de laser. Aceasta este metoda utilizată în tehnicile de generare a formei prin pulverizare.

Pulverizarea cu laser permite realizarea unor rate de depunere de 1 - 2 kg/h. Temperatura de lucru este >10 000 K iar viteza particulelor >1 m/s.

În domeniul metodelor de generare a formei prin pulverizare termică. pulverizarea cu laser cunoaște o mare răspândire, procedeul consacrat fiind denumit LENS și a fost anterior prezentat. [55]

3.2.5.7 Pulverizarea în jet de plasmă

Pulverizarea în jet de plasmă, fiind principalul procedeu de pulverizare utilizat în cadrul programului experimental al prezentei lucrări, va fi prezentat mai amplu, în capitolul următor.

3.2.6 Aplicații ale tehnologiilor de generare a formei prin pulverizare

Principalele aplicații soluționate prin tehnici de generare a formei prin pulverizare. vor fi prezentate în continuare

a. Corpuri cilindrice realizate din aliaje de Ni, rezistente la uzare și coroziune. Exemplul prezentat de în figura 3.25 se referă la realizarea unor corpuri cilindrice din aliajul COLMONOY 62 cu compoziția chimică 13,5%Cr, 3% B, 4,25%Si restul Ni. Proba are formă cilindrică, cu diametrul de 30 mm și lungimea de 90 mm respectiv grosimi de strat de 0,25 mm. Procedeul de pulverizare utilizat a fost pulverizarea cu arc electric. [12]



Figura 3.25. Procedeu: pulverizare cu arc, material: COLMONOY 62

b. Duze și componente de duze din materiale înalt refractare

Figurile 3.26 prezintă duze realizate din molibden, iar figurile 3.27 și 3.28, componente realizate din wolfram. [20] Molibdenul are o comportare excelentă la pulverizare termică, permițând obținerea unor straturi de grosime ridicată, de ordinul mm.

Wolframul se utilizează sub formă de componente pulverizate la construcția elementelor de motoare de rachetă (figura 3.28), solicitate în condiții extreme de temperatură. Creuzetele prezentate în figura 3.27 sunt destinate utilizării în laboratoarele chimice la temperaturi ce depăşesc 1300 °C.



Figura 3.26. Duze din molibden și miezul reutilizabil (la mijloc). Procedeu: plasmă în vid

Figura 3.27. Creuzete și recipienți din wolfram. Procedeu: plasmă atmosferică

c. Componente realizate din aliaje ușoare

O altă aplicație de interes este realizarea unor elemente din aliaje destinate unor componente ale avioanelor comerciale de mare viteză, respectiv compresoare. Figura 3.29 [21] prezintă configurația unei astfel de turbine, confecționată dintr-un aliaj Al-Cu dezvoltat special pentru aplicații la temperaturi ridicate în domeniul aviatic, utilizând procedee de fabricație rapidă prin pulverizare.

Pentru soluționarea problemelor legate de exploatarea de durată la temperaturi ridicate a fost dezvoltat un nou set de aliaje de tip AlCuMgAg, care prezintă o limită de curgere și de fluaj mult mai ridicată decât celelalte aliaje comerciale din această familie.



Figura 3.28. Diuză pentru rachete din wolfram Grosime strat: 8 mm, plasmă în vid



Figura 3.29. Turbină din aliaj Al-Cu

Capitolul 4. PARTICULARITĂȚI ALE PULVERIZĂRII TERMICE ÎN JET DE PLASMĂ

4.1 Generalități

Primul strat depus prin pulverizare termică în jet de plasmă s-a realizat în anul 1939 de către Reinecke, care a conceput și realizat un generator de plasmă, cu ajutorul căruia a făcut primele încercări de metalizare. [64]

Primul model comercial de generator de plasmă a fost, însă, dezvoltat abia la sfârșitul anilor '50. Varianta "modernizată" avea un sistem fiabil de răcire, puterea arcului de 10-20 kW, iar debitul de gaz plasmagen de 30-50 l/min., utilizând pulbere ca material de adaos.

Pulverizarea în jet de plasmă a cunoscut însă o rapidă dezvoltare, ajungând în scurt timp, cel mai utilizat procedeu de pulverizare termică.

Rezultatele unui studiu recent relevă dinamica ridicată a tehnologiilor de pulverizarea termică. Astfel, dacă în anul 1990, piața straturilor pulverizate termic. în SUA, era estimată la 610 - 675 milioane USD în anul 2000 s-a constatat o creștere de până la 1,8 – 2 miliarde USD. Dacă se adaugă și piața asiatică, europeană și a Americii de Sud, suma totală absorbită de piața pulverizării termice se ridică la 3 miliarde USD. [64]

La ora actuală, chiar dacă a pierdut câteva domenii în favoarea altor procedee de pulverizare (pulverizarea cu flacără de mare viteză, pulverizarea prin detonație. pulverizarea cu laser), pulverizarea în jet de plasmă deține încă supremația. monopolizând 60 % din totalul aplicațiilor soluționate prin pulverizare termică [64].

Procedeul oferă posibilitatea ca unele ansambluri sau organe de mașini să fie confecționate din materiale obișnuite și numai anumite părți ale acestora, care trebuie să reziste unor solicitări specifice aplicației, să fie acoperite cu straturi din materiale a căror proprietăți corespund acestor solicitări. Astfel, prin pulverizare se pot obține straturi rezistente la uzură, la șocuri termice, la coroziune, izolante din punct de vedere electric sau termic, straturi antifricțiune etc.

Straturile pulverizate termic în jet de plasmă, au importanță deosebită în creșterea performanțelor tehnice și tehnologice a unor componente din domenii ca: construcția de mașini, industria aerospațială, industria chimică, industria energetică. industria textilă, industria alimentară, etc.

Noi materiale de tipul cermeților, materialelor ceramice, metalelor refractare, materialelor supraconductoare, oxizilor, precum și a materialelor biocompatibile au

fost adăugate gamei existente de materiale pulverulente. În aceste condiții, se întrevede posibilitatea diversificării aplicațiilor industriale ale straturilor pulverizate în jet de plasmă și chiar dezvoltarea unor noi domenii industriale.

4.2 Principiul procedeului

Procedeul constă din trecerea unui material, de regulă sub formă de pulbere (mai rar sub formă de sârmă), prin jetul de plasmă - generat cu ajutorul unui arc electric amorsat între electrodul de wolfram și ajutajul din cupru al generatorului de plasmă. Datorită presiunii și temperaturii ridicate ale jetului de plasmă materialul se topește și este antrenat spre piesa de prelucrat. Particulele topite sunt proiectate pe suprafața piesei, la care aderă, formând prin suprapunere stratul pulverizat.

Principiul procedeului este prezentat în figura 4.1. [65]



Figura 4.1. Principiul pulverizării termice în jet de plasmă

Pulberea se introduce în jetul de plasmă în direcție radială, prin unul sau mai multe orificii practicate în ajutaj, ori în exteriorul acestuia.

Datorită efectului puternic de comprimare a jetului de plasmă la trecerea prin ajutaj, prin efecte termodinamice de răcire și de strangulare magnetică, se obțin temperaturi ridicate și viteze mari ale jetului de gaz ionizat. Temperatura și viteza jetului de plasmă depind de natura și debitul de gaz plasmagen, precum și de geometria și parametrii tehnici ai generatorului de plasmă.

Temperatura jetului de plasmă, rezultată în urma recombinării atomilor. respectiv moleculelor, ajunge până 20 000 K. [66]

Materialul pulverulent părăsește pistoletul cu viteze între 50 și 700 m/s, viteza fiind dependentă de debitul gazului plasmagen și geometria duzei.

Gazele plasmagene utilizate frecvent la pulverizarea în jet de plasmă sunt: argon, azot, amestecuri de gaze $Ar+H_2$, Ar+He, N_2+H_2 , N_2+He sau chiar aer.

Alegerea gazului plasmagen se face în funcție de caracteristicile fizice ale pulberii utilizate (granulație, temperatura de topire), respectiv de afinitatea chimică a pulberii topite față de jetul fierbinte de gaz plasmagen.

Dacă nu se impun anumite restricții în alegerea gazului plasmagen se preferă utilizarea gazelor biatomice care transferă pulberii o cantitate de căldură mai mare decât cele monoatomice, datorită temperaturii suplimentare dezvoltate la disocierea moleculară a gazului plasmagen.

Grosimea stratului depus la o trecere variază între 5 și 100 μ m. Grosimea finală a stratului nu depinde de procedeu, ci de aplicația dată, putându-se realiza grosimi de până la 2 mm în cazul materialelor metalice, respectiv 50 și 500 μ m în cazul materialelor ceramice. [65]

Datorită concentrării și temperaturii ridicate procedeul de pulverizare cu plasmă și pulberi deține întâietatea față de alte procedee de pulverizare termică în ceea ce privește pulverizarea materialelor cu temperatură de topire ridicată, de tipul ceramicelor sau metalelor refractare.

În funcție de natura materialului pulverizat, substrat și aplicație, se va opta pentru un procedeu de pregătire a suprafeței, respectiv se va alege un strat de aderență.

4.3 Comportarea particulelor în jetul de plasmă

4.3.1 Traiectoria particulelor

În mod obișnuit pulberea se introduce în jetul de plasmă prin intermediul unui gaz transportor, în direcție radială. Prin suprapunerea vitezei radiale a pulberii cu viteza axială a jetului de plasmă și datorită gradienților mari de viteză în jet, particulele de pulbere au traiectorii diferite care depind și de granulația (densitatea și configurația geometrică) pulberii.

În figura 4.2 este prezentată schematic traiectoria particulelor topite în jetul de plasmă, în funcție de granulația acestora. [64]

La parcurgerea câmpului termic al jetului de plasmă, caracterizat prin gradienți mari de temperatură, particulele de pulbere ajung la un grad diferit de topire.



Figura 4.2. Traiectoria particulelor de pulbere în jetul de plasmă

La ieșirea din ajutajul de plasmă, pulberea are o distribuție sub formă de con, cu un unghi de deschidere α și înclinație β față de axa jetului (figura 4.3). Unghiul de înclinare β al conului particulelor față de axa jetului de plasmă depinde de viteza inițială a pulberii, dar și de caracteristicile pulberii (granulație, greutate specifică, formă) și de unghiul sub care se face admisia în jet (ϕ). Cu cât unghiul de înclinare β este mai mare, cu atât randamentul pulverizării și calitatea stratului obținut scad datorită faptului că particulele ajung pe suprafața de prelucrat mai reci și nu aderă. Din acest punct de vedere, cele mai bune rezultate se obțin dacă admisia pulberii se face axial ($\phi = 90$). Introducerea axială a pulberii în jetul de plasmă este însă greu de realizat datorită dificultăților de ordin constructiv.

În figura 4.3 este prezentată dependența dintre unghiul de admisie în jet și unghiul de înclinare a conului particulelor față de conul jetului de plasmă. [66]



Figura 4.3. Dependența dintre unghiul de admisie ϕ și unghiul de înclinare a jetului β

În cazul utilizării materialului de adaos sub formă de sârmă se obțin straturi depuse cu caracteristici corespunzătoare atunci când se realizează o corelare între viteza de avans a sârmei și puterea jetului, în așa fel încât topirea să se producă în axa jetului de plasmă, iar presiunea gazului plasmagen să permită obținerea unor stropi mici (fini) dispuși în formă de con.

4.3.2 Viteza particulelor

Viteza particulelor la părăsirea ajutajului generatorului de plasmă este foarte diferită. fiind în strânsă dependență cu dimensiunea (granulația) acestora.

Cercetările efectuate în acest sens au arătat că viteza particulelor este maximă la o anumită distanță față de orificiul de ieșire al ajutajului, după care se observă o scădere bruscă, frânarea fiind cu atât mai intensă cu cât granulația particulelor este mai mică. În figura 4.4 se prezintă dependența vitezei particulelor în funcție de distanța față de ajutaj, pentru diferite granulații de pulberi. [65]



Figura 4.4. Dependența vitezei particulelor în funcție de distanța față de ajutaj

4.3.3 Topirea particulelor

Mecanismul trecerii căldurii de la jetul de plasmă spre pulbere este puțin cunoscut. Cercetările efectuate au evidențiat ca posibilități de transmitere două căi:

a) Principalul mod de transmitere a căldurii se realizează prin recombinarea ionilor gazului plasmagen pe suprafața granulelor de pulbere. Această reacție are loc cu punerea în libertate a energiei absorbite la ionizare. În cazul gazelor biatomice se eliberează și energia de disociere a moleculelor de gaz. Rezultă că transmiterea căldurii pe această cale este mult mai intensă dacă materialul de adaos se comportă ca un catalizator al reacției de recombinare.

b) O altă posibilitate de transmitere a căldurii între jetul de plasmă și pulbere este conducția termică. Cum însă timpul de expunere în jet a particulei este foarte mic (de

ordinul milisecundelor) transferul de căldură pe seama conducției este substanțial mai redus.

La unele materiale (de ex. SiO₂) care deși au o temperatură relativ scăzută de topire (1986 K), topirea particulelor este greu de realizat întrucât încălzirea în jet este încetinită datorită proprietăților catalitice reduse, respectiv coeficientului mic de conductivitate termică (0.003 Cal/cm s grad). Alte materiale, ca wolframul sau cromul, care au temperaturi de topire ridicate (3653 K, respectiv 2176 K), nu pun probleme la metalizare datorită acțiunii lor catalitice puternice.

4.3.4 Transformări fizice și chimice ale particulelor

În timpul trecerii particulelor prin jetul de plasmă au loc unele transformări fizice și chimice care favorizează sau împiedică procesul de pulverizare.

Materialele care sublimează, de exemplu, nu pot fi depuse prin pulverizare. Datorită absorbției masive de căldură răcirea lor între generator și piesă este foarte intensă și nu mai aderă pe piesă.

Unii oxizi disociază și produc componente volatile fapt ce face imposibilă pulverizarea lor cu gaze plasmagene sau echipamente uzuale. Este cazul oxidului de magneziu. Pentru eliminarea acestei situații se adaugă o cantitate de oxigen care favorizează reacția inversă.

Spre deosebire de aceste cazuri, unde un adaos de oxigen este benefic, în cazul pulverizării altor materiale avide de oxigen se iau măsuri pentru a împiedica procesul de oxidare. În aceste situații, folosirea argonului nu este suficientă și trebuie luate măsuri speciale de precauție, ca depuneri în atmosferă controlată sau în vid.

In cazul pulverizării într-un mediu reactiv (C_2H_2 , CH_4 , C_3H_3 , S_2H_6) se pot obține straturi din materiale noi, diferite de materialul de adaos (pulbere) utilizat. Noul material rezultă în urma reacției dintre particula topită și mediul reactiv. Se pot obține astfel straturi cu proprietăți speciale de tipul celor îmbogățite cu carburi, aliaje MoSi₂, oțeluri îmbogățite cu azot sau diamant.

Tehnologia de pulverizare se numește pulverizare în plasmă reactivă (Reactive Spray Forming) și deschide un nou drum în domeniul elaborării de noi materiale.[67, 68]

4.4 Stratul depus. Caracteristici

4.4.1 Formarea stratului depus

Procesul de pulverizare se desfășoară în următoarele faze: [65]

• introducerea pulberii în jetul de plasmă;

- topirea și accelerarea particulelor topite;
- zborul particulelor;
- impactul cu suprafața piesei de acoperit.

Materialul de adaos se topește datorită temperaturilor ridicate dezvoltate de sursele termice utilizate, și datorită tensiunii superficiale, în faza de zbor acestea iau o formă aerodinamică (apropiată de cea sferică). La ieșirea din ajutaj, în drumul lor spre piesa de prelucrat sunt puternic accelerate, apoi frânate. La ciocnirea particulelor topite cu suprafața rece a piesei de prelucrat ele se strivesc în asperitățile acesteia și se ancorează mecanic. Particulele astfel dispuse vor căpăta o configurație foarte neregulată. cu o rugozitate pronunțată, constituind o bază ideală pentru ancorarea particulelor următoare.

În figura 4.5 sunt prezentate etapele parcurse de picătura topită în cazul pulverizării termice în jet de plasmă. [61]



Figura 4.5. Etapele formării stratului pulverizat

La început, energia cinetică a particulelor topite se transformă în energie de deformare. prin care picăturile se aplatizează și iau o formă lamelară, apoi în energie termică care este cedată piesei de prelucrat.

Prin suprapunerea mai multor picături aplatizate, sub formă lamelară, care aderă între ele se formează stratul depus.

Un rol foarte important în formarea stratului depus îl au temperatura și viteza particulelor. Pentru ca particula să adere pe suprafața piesei trebuie ca temperatura ei să fie superioară temperaturii de plastifiere. Particulele a căror temperatură este sub această valoare nu aderă la suprafață sau aderența lor este foarte mică. De asemenea, dacă viteza particulei este mică se formează un strat mai puțin dens și mai neomogen.

Particulele incomplet topite, prin înglobarea lor în strat, formează goluri (pori). care ulterior nu mai pot fi umplute de particulele următoare rezultând un strat cu porozitate mare. O altă parte a particulelor incomplet topite sau netopite nu va adera pe suprafața piesei ci se pierde prin ricoșare, scăzând randamentul de utilizare a pulberii.

Datorită temperaturilor diferite atinse de metalul de bază și de stratul depus. precum și a coeficienților de dilatare/contracție diferiți, în stratul depus apar tensiuni care pot conduce la apariția fisurilor sau chiar la desprinderea stratului. Printr-o tehnologie adecvată acestea pot fi mult diminuate sau chiar eliminate. De exemplu, prin realizarea unor straturi intermediare (tampon) din alte materiale cu coeficienți de dilatare/contracție intermediari între materialul de bază și materialul depus final.

4.4.2. Caracteristicile stratului depus

Un strat depus prin pulverizare în jet de plasmă se caracterizează prin: aderență. structură și densitate sau porozitate.

Aderența

Aderența este una din caracteristicile de bază ale stratului depus care condiționează rezistența și durabilitatea lui, precum și gradul de protecție al piesei pe care este aplicat. Aderența se definește ca un complex de factori care concură la realizarea legăturilor între stratul depus și materialul de bază.

Ca măsură a aderenței se poate defini forța necesară desprinderii stratului depus.

În afara parametrilor regimului de pulverizare un principal factor care influențează aderența este rugozitatea suprafeței pe care se execută pulverizarea. În general, un strat depus prin pulverizare nu aderă pe o suprafață netedă. Singura excepție o fac straturile de molibden datorită capacității acestuia de difuzie, fapt care face ca acesta să fie folosit ca strat intermediar (tampon) în cazul depunerii unor materiale cu aderență slabă.

În majoritatea cazurilor pregătirea suprafețelor în vederea depunerii unui strat prin pulverizare se face prin sablare.

Mecanismul aderării între particulele topite de pulbere și materialul de bază. precum și între particule este un fenomen complex și constă din:

• ancorare mecanică a particulelor în asperitățile de pe suprafeței piesei;

- existența unor forțe de atracție moleculară;
- existența condițiilor de apariție a unor microsuduri;
- apariția fenomenului de difuzie între materialul de bază și materialul depus.

Cea mai mare parte a forțelor de aderență se datorează ancorării mecanice, dar sunt și situații când la realizarea forței de aderență poate fi predominantă una din cauzele enumerate sau poate fi rezultatul acțiunii combinate a mai multor cauze.

La realizarea straturilor metalice depuse pe alt metal, pe lângă forța de ancorare mecanică a particulelor s-au putut observa fenomene de difuzie locală combinate cu forțe Van der Waals și apariția de microsuduri la vârful asperităților.

În cazul straturilor ceramice depuse pe suport ceramic s-au observat fenomene de difuzie la suprafața de separație strat depus-material suport care duc la mărirea aderenței. [69, 70, 71]

Aderența depinde de mulți factori dintre care cei mai importanți sunt:

- forma piesei;
- modul de pregătire al suprafeței;
- natura pulberii utilizate;
- grosimea stratului depus;
- distanța generator-piesă.
- *Forma piesei* influențează aderența stratului depus prin unghiul de incidență al particulei de pulbere cu suprafața prelucrată. În acest sens, aderența este maximă dacă impactul particulei cu suprafața prelucrată se face sub un unghi de 90⁰ (perpendicular pe suprafața piesei). Cu cât impactul particulei se face mai oblic față de suprafața piesei cu atât aderența stratului depus scade.
- Modul de pregătire al suprafeței afectează în mod direct aderența stratului prin rugozitatea suprafeței rezultată în urma sablării. Rugozitatea suprafeței trebuie să fie în directă concordanță cu granulația pulberii. O granulație mică a pulberii necesită o rugozitate redusă a substratului, iar o granulație grosieră impune o rugozitate mai mare a substratului. De asemenea, este important intervalul de timp dintre sablare şi pulverizarea primului strat. Primul strat trebuie depus înaintea oxidării substratului sablat, ceea ce ar putea avea consecințe negative asupra mecanismelor de difuzie. atracții moleculare, microsuduri etc.
- *Natura pulberii* utilizate influențează aderența stratului depus prin coeficienții de dilatare/contracție. Cu cât acești coeficienți sunt mai diferiți între materialul de bază și materialul depus, cu atât aderența este mai slabă.
- Grosimea stratului depus influențează aderența prin creșterea tensiunilor introduse în stratul depus odată cu creșterea grosimii. De aceea, cu cât stratul depus este mai

subțire cu atât aderența este mai bună. Din acest motiv un strat depus prin pulverizare nu va depăși, în general, 2 mm la materialele metalice și 0,4 mm în cazul materialelor ceramice [72]

 Distanța de pulverizare este un factor esențial în determinarea unei anumite valori a aderenței. Reducerea distanței de pulverizare influențează favorabil aderența, dar aceasta atrage după sine o încălzire excesivă a piesei. Distanța de pulverizare se determină experimental, ținându-se cont de configurația piesei de acoperit. materialul de adaos, respectiv caracteristicile impuse stratului depus.

Structura

Datorită tensiunii superficiale particulele de pulbere topite în jet au formă aproape sferică. La impactul cu materialul de bază aceste particule devin filiforme sau lamelare.

În figura 4.6 este prezentată structura stratului pulverizat termic [61]



Figura 4.6. Structura stratului pulverizat termic

Straturile depuse prin pulverizare sunt alcătuite din fâșii alăturate și suprapuse. fiecare din acestea fiind constituite dintr-o aglomerare de picături aplatizate sub formă de lamele care aderă între ele prin mecanismele arătate anterior.

Această structură neomogenă a stratului depus este caracteristică tuturor tehnicilor de metalizare prin pulverizare. Utilizarea jetului de plasmă ca sursă termică nu poate modifica această structură însă poate aduce unele îmbunătățiri, în special în domeniul depunerii materialelor ceramice sau refractare. Această afirmație se bazează pe faptul că în cazul pulverizării cu flacără oxigaz apare o peliculă superficială de oxizi la suprafața particulei, motiv pentru care stratul obținut este mai puțin aderent.

La pulverizarea în jet de plasmă oxidarea particulelor poate fi redusă, în special în cazul utilizării gazelor neutre (argon) ca și gaz plasmagen. În plus, temperatura jetului de plasmă fiind mai ridicată decât a flăcării oxigaz, particulele se topesc mai bine și. având și o viteză mai mare, straturile depuse sunt mai dense și mai omogene.

Porozitatea

Porozitatea straturilor depuse prin pulverizare este o consecință directă a modului specific de formare al acestora.

La pulverizarea materialelor ductile ca: tantal, niobiu, platină. argint, porozitatea poate fi redusă mult (sub 1%). [74]

În cazul materialelor dure (carburi, nitruri) porozitatea este mai ridicată. La pulverizarea materialelor ceramice densitatea relativă a straturilor depuse nu depăşeşte 95 %. [75]

În cazul acoperirilor de protecție împotriva coroziunii, porozitatea are o importanță deosebită, știut fiind că aceasta este în directă legătură cu permeabilitatea stratului la agentul corosiv.

Sunt însă cazuri în care se urmărește menținerea porozității în anumite intervale. Este cazul straturilor izolatoare termic, a straturilor biocompatibile sau suprafețe unde este necesară asigurarea unei bune lubrifieri în care porozitatea trebuie să aibă o valoare bine determinată. Aceste caracteristici ale straturilor se pot obține prin: ajustarea corespunzătoare a parametrilor de pulverizare, utilizarea unor pulberi cu o granulație mai grosieră sau prin aplicarea unui tratament termic. Prin încălzire peste temperatura de recristalizare, structura lamelară a stratului depus se transformă într-o structură granulară. [76, 77, 78, 79, 80]

4.5 Fenomene fizice la pulverizarea în jet de plasmă

Morfologia depunerii unei particule este determinată în general de viteza și temperatura sa. Calitatea finală a stratului ceramic depus depinde de totalitatea proceselor fizice care au loc în timpul procesului de depunere, ceea cu justifică analiza de detaliu a comportării unei singure particule.

4.5.1. Calculul vitezei particulei în jetul de plasmă

Atunci când o particulă este injectată în jetul de plasmă aceasta va fi accelerată și încălzită. Viteza de impact a particulei are o influență hotărâtoare asupra morfologiei stratului depus.

Viteza momentană a unei particule, cu viteza inițială V_p , într-un jet de gaz cu viteza V_g poate fi descrisă de ecuația (4.1), dată de Das și Savikumar [81, 82].

$$\frac{dV_{p}}{dt} = \frac{3}{4} \frac{C_{d}}{D_{p}} \frac{\rho_{g}}{\rho_{p}} (V_{g} - V_{p}) | V_{g} - V_{p} |$$
(4.1)

unde: Vp – viteza particulei [m/s]

Vg – viteza gazului [m/s] Cd – coeficientul Drag al particulei [-]

ρg – densitatea gazului [kg/m3]

ρp – densitatea particulei [kg/m3]

Dp - diametrul particulei [m]

Coeficientul Drag al unui corp sferic într-un jet de gaz este dat de ecuația (4.2).

$$C_{d} = \frac{24}{Re} (1 + 0.1315 \,Re^{(0.82 - 0.05 \,w)})$$
(4.2)

unde: w = lg Re

$$Re = \frac{\rho_g | V_g - V_p | D_p}{\mu_g}$$
(4.3)

 μ_{g} – Vâscozitatea dinamică a jetului de plasmă [Nsm⁻²]

Viteza jetului de plasmă V_g descrește cu distanța. La ieșirea din duză, viteza maximă este cca. 500 - 800 m/s și descrește până la 100 - 200 m/s la 100 mm distanță. [83]

Vâscozitatea μ_g a gazului este puternic dependentă de temperatură și compoziția jetului de plasmă. Atunci când sunt cunoscute viteza gazului (V_g) și proprietățile fizice ale gazului plasmagen, este posibilă determinarea vitezei particulei (V_p) prin rezolvarea numerică a ecuației (4.1).

4.5.2. Calcului timpului de transfer termic

Încălzirea particulei în jetul de plasmă apare datorită transferului energetic dinspre gazul plasmagen fierbinte spre particule, iar accelerarea se datorează transferului de impuls de la ionii atomilor de gaz cu viteză mare înspre particulă. Transferul de căldură și de energie cinetică poate fi caracterizat prin trei durate de timp, astfel:

- timpul absorbției de căldură t_{ac}
- timpul transferului de căldură t_{tc}
- timpul de menținere t_m

Timpul absorbției de căldură este egal cu timpul necesar pentru ca particula să ajungă la o temperatură uniform distribuită și este în principal determinat de difuzivitatea termică a particulei a_p .

Timpul absorbției de căldură pentru o particulă bine definită este conform lui Houben [84] și poate fi definit de ecuația (4.4).

$$t_{ac} = 0.3 \frac{R_{p}^{2}}{a_{p}}$$
(4.4)

unde: $a_p = \frac{\lambda_p}{\rho_p c_p}$

R_p - raza particulei [m]

 λ_p – conductivitatea termică a particulei [Wm⁻¹K⁻¹]

 ρ_p – densitatea particulei [kgm⁻³]

 c_p – capacitatea termică a particulei [Jkg⁻¹K⁻¹]

Timpul transferului de căldură este egal cu timpul necesar pentru încălzirea particulei la o temperatură medie T_p . Timpul de încălzire este determinat de transferul de căldură de la gazul de plasmă la particulă și este guvernat de ecuația (4.5).

$$t_{tc} = \frac{1}{3} \frac{R_{p}^{2}}{a_{p}} \frac{\lambda_{p}}{\lambda_{g}} \ln(\frac{T_{g} - T_{p,0}}{T_{g} - T_{p}})$$
(4.5)

unde: λ_g – conductivitatea termică a gazului plasmagen [Wm⁻¹K⁻¹]

T_g – temperatura jetului de plasmă [K]

T_{p.0} – temperatura inițială a particulei [K]

T_p – temperatura necesară a particulei [K]

Căldura furnizată de jetul de plasmă nu poate fi în întregime absorbită de particulă dacă timpul absorbției de căldură este mai mare decât timpul transferului de căldură $(t_{ac} > t_{tc})$. Acest fenomen apare în general pentru materiale cu conductivitate termică scăzută, ceea ce duce la supraîncălzirea suprafeței particulei și subîncălzirea interiorului acesteia.

Dacă timpul absorbției de căldură este mai mic decât timpul transferului de căldură ($t_{ac} < t_{tc}$), căldura furnizată de jetul de plasmă va fi în întregime absorbită de particulă, ceea ce conduce la o temperatură uniform distribuită a particulei.

Pentru îndeplinirea condițiilor legate de timpul absorbției de căldură (t_{ac}) și timpul transferului de căldură (t_{tc}) , timpul de menținere a particulei în jetul de plasmă (t_m) trebuie să fie suficient de lung. Timpul de menținere este determinat de viteza și vâscozitatea plasmei, precum și de densitatea și raza particulei injectate.

Viteza particulei este invers proporțională cu raza particulei, pe când timpul de transfer termic este proporțional cu raza particulei. Acest lucru implică faptul că particulele grosiere (cu diametru mare) se încălzesc aproximativ în aceiași măsură ca și particulele fine, datorită faptului că timpul de menținere a acestora este mai mare.

Conform lui Houben [84], pentru a se obține o particulă corespunzător încălzită, trebuie îndeplinită condiția: $t_m \ge t_{tc} \ge t_{ac}$.

Pentru oxidul de zirconiu (ZrO₂), în tabelul 4.1 sunt prezentate valorile timpului de absorbție a căldurii și timpului de transfer a căldurii iar în tabelul 4.2 sunt prezentate, pentru oxidul de zirconiu, valorile de calcul conform ecuației (4.4) și (4.5). [81]

Conform datelor din tabelul 4.1 rezultă că nu este îndeplinită condiția $t_{ac} < t_{tc}$, pentru particulele de dimensiunile menționate în tabel. Acest lucru se datorează faptului că ZrO_2 are conductivitate termică foarte scăzută și deci este dificil să fie încălzit în întregime. Totuși, dacă încălzirea are loc un timp suficient de mare. topirea totală a particulei poate fi obținută.

Nr. crt.	R _p [μm]	t _{ac} [s]	t _{tc} [s]
1	11.0	5.9 e ⁻⁵	$3.70 e^{-5}$
2	15.0	1.1 e ⁻⁴	6.98 e ⁻⁵
3	19.0	1.8 e ⁻⁴	1.12 e ⁻⁴
4	22.5	2.5 e ⁻⁴	1.57 e ⁻⁴

Tabelul 4.1.	Valoarea timpului de absorbție a căldurii (t_{ac}) și a timpului
	de transfer a căldurii (t_{tc}) funcție de raza particulei (R_p)

Tabelul 4.2 Valorile de calcul conform ecuației (4.4) și (4.5) pentru ZrO₂

$a_p [Jm^{-1}K^{-1}]$	$\lambda_p [Wm^{-1}K^{-1}]$	$\lambda_{g} [Wm^{-1}K^{-1}]$	T _g [K]	T _{p,0} [K]	T _p [K]
$6.2 e^{-7}$	1.5	0.8	10 500	293	3000

În graficul din figura 4.7 este prezentată variația timpului de absorbție a căldurii (t_{ac}) și a timpului de transfer a căldurii (t_{tc}) funcție de raza particulei (R_p) [81].



Figura 4.7. Variația timpului de absorbție a căldurii (t_{ac}) și a timpului de transfer a căldurii (t_{tc}) funcție de raza particulei (R_p)

În vederea calculării valorii razei particulei sub care este îndeplinită condiția $t_{ac} < t_{tc}$. se calculează ecuațiile de regresie ale celor două curbe din figura 4.7. Aceste ecuații sunt :

$$t_{ac} = 4.9 \ e{-7} \cdot R_{p}^{2} \tag{4.6}$$

$$t_{tc} = 3.1 \ e^{-7} \cdot R_p^{-2} \tag{4.7}$$

Din sistemul de ecuații (4.6) și (4.7) rezultă că nu există nici o valoare pozitivă și nenulă a razei particulei pentru care să fie îndeplinită condiția $t_{ac} < t_{tc}$.

4.5.3 Cantitatea de căldură din particula pulverizată

Timpul în care particula se găsește în jetul de plasmă (timpul de menținere $-t_m$) trebuie să fie suficient de lung pentru ca particula să se topească în întregime. În cazul în care particula este incomplet topită, miezul solid ricoșează de pe suprafața de impact, ceea ce duce la scăderea randamentului depunerii. Acest lucru explică necesitatea topirii complete a particulei înainte de coliziunea acesteia cu materialul de bază.

Cantitatea de căldură conținută de un material la o anumită temperatură, față de o temperatură de referință este definită prin relația:

$$H(T = T_a) = \int_{T=273.15}^{T_m} C_p(T) dT + L + \int_{T_m}^{T_a} C_{pm}(T) dT$$
(4.8)

unde: H – Entalpia [kJ/kg]

T_m – Temperatura de topire [K]

C_p – Căldura specifică la presiune constantă [kJ/kg/K]

L – Căldura latentă de topire [kJ/kg]

C_{pm} – Căldura specifică a materialului topit la presiune constantă [kJ/kg/K]

Cu ajutorul relației (4.8) se poate calcula temperatura medie a particulei topite, dacă se poate măsura entalpia materialului și dacă se cunosc proprietățile fizice ale acesteia.

4.5.4 Coliziunea și solidificarea particulelor individuale

Modelul matematic utilizat pentru calculul timpilor de solidificare, a temperaturii metalului de bază și a stratului depus este dat de Verbeek [81].

O depunere lichidă cu temperatura inițială T_m este în contact cu substratul la temperatura T_{S0} . La un moment t > 0, începe procesul de solidificare și suprafața de solidificare de coordonată x = X(t) avansează în materialul lichid.

Se presupune că viteza de împrăștiere a particulei după impact este cu un ordin de mărime mai mare decât viteza de solidificare a acesteia. Datorită acestei presupuneri se poate considera că solidificarea începe după aplatizarea particulei sub formă de disc datorită impactului.

În plus, se mai fac următoarele ipoteze simplificatoare:

- materialul lichid are temperatura uniformă;
- nu apare fenomenul de suprarăcire sau alte efecte datorate presiunii pe suprafața de contact cu substratul;
- se poate neglija efectul de topire a substratului.

Dacă temperatura inițială a particulei, imediat după depunere, este egală cu temperatura de topire T_m , atunci:

- pentru t = 0 și x < 0 rezultă $\theta_0 = T_{S0}$
- pentru t = 0 și x > 0 rezultă $\theta_2 = T_m$

Ecuațiile conducției de căldură sunt date de relațiile (4.9) și (4.10):

$$\frac{\delta^2 \theta_0}{\delta x^2} - \frac{1}{a_0} \frac{\delta \theta_0}{\delta t} = 0, \quad x \le 0$$
(4.9)

$$\frac{\delta^2 \theta_1}{\delta x^2} - \frac{1}{a_1} \frac{\delta \theta_1}{\delta t} = 0, \quad 0 \le x \le X(t)$$
(4.10)

Condițiile la limită pentru rezolvarea problemei Cauchy la integrarea ecuațiilor (4.9) și (4.10) sunt date de relațiile (4.11) - (4.15).

$$\theta_0 = T_{S0} \quad \text{pentru } x \to -\infty \tag{4.11}$$

$$\theta_0 = \theta_1 \quad \text{pentru } \mathbf{x} = 0 \tag{4.12}$$

$$\lambda_0 \frac{\delta \theta_0}{\delta x} = \lambda_1 \frac{\delta \theta_1}{\delta x}$$
 pentru $x = 0$ (4.13)

$$\lambda_1 \frac{\delta \theta_0}{\delta x} = L_p \frac{\delta X}{\delta t}$$
 pentru $x = X(t)$ (4.14)

$$\theta_1 = \theta_2 = T_m \quad \text{pentru } \mathbf{x} \ge \mathbf{X}(\mathbf{t})$$

$$(4.15)$$

În continuare sunt prezentate soluțiile acestor ecuații.

Variația temperaturii în metalul de bază este dată de relația (4.16).

$$\frac{\theta_0 - T_{s0}}{T_m - T_{s0}} = \frac{B}{B + erf(p)} (1 + erf \frac{x}{\sqrt{4a_0 t}})$$
(4.16)

Variația temperaturii în stratul depus este dată de relația (4.17).

$$\frac{\theta_1 - T_{so}}{T_m - T_{so}} = \frac{B}{B + erf(p)} (B + erf\frac{X}{\sqrt{4a_1t}})$$
(1.17)

Ecuațiile (4.16) și (4.17) sunt valabile numai în domeniile semi-infinite specificate și descriu exact solidificarea unei depuneri lichide pe un substrat solid. Datorită acestui fapt, cele două ecuații sunt valabile numai pe durata solidificării t_{sol} .

Timpul de solidificare poate fi calculat cu relația (4.19), pe baza ipotezei lui Neumann, dată de (4.18).

$$\mathbf{x} = \mathbf{p}\sqrt{4\mathbf{a}_1 \mathbf{t}} \tag{4.18}$$

$$t_{sol} = \frac{X}{4a_1p^2}$$
 (4.19)

În tabelul 4.3 sunt prezentați timpii de solidificare a particulelor individuale de ZrO_2 pe substrat de ZrO_2 , pentru diferite diametre ale particulei și pentru diferite temperaturi ale substratului [84].

Tabelul 4.3 Timpii de solidificare a particulelor individuale de ZrO_2 pe substrat de ZrO_2

D _p	Temperatura substratului [°C]						
[µm]	20 200 400 600		800	1000			
2	7,58E-06	8,24E-06	9,13E-06	1,03E-05	1,17E-05	1,36E-05	
4	3,03E-05	3,30E-05	3,65E-05	4,10E-05	4,68E-05	5,43E-05	
6	6,82E-05	7,42E-05	8,22E-05	9,22E-05	1,05E-04	1,22E-04	
8	1,12E-04	1,32E-04	1,46E-04	1,64E-04	1,87E-04	2,17E-04	
10	1,89E-04	2,06E-04	2,28E-04	2,56E-04	2,92E-04	3,40E-04	
12	2,73E-04	2,97E-04	3,29E-04	3,69E-04	4,21E-04	4,89E-04	

În figura 4.8 este prezentată grafic variația timpului de solidificare a particulei de ZrO_2 ca funcție de diametrul particulei și temperatura substratului alcătuit tot din oxid de zirconiu.



Figura 4.8. Timpii de solidificare a particulelor în funcție de diametrul particulei și temperatura substratului

4.5 Aspecte tehnologice la pulverizarea în jet de plasmă

Tehnologia de pulverizare în jet de plasmă cuprinde următoarele etape:

- pregătirea suprafețelor de prelucrat;
- pulverizarea propriu-zisă.

Pentru asigurarea unei aderențe bune între suprafața piesei de prelucrat și stratul depus este necesară o *pregătire specială a materialului de bază* și anume: curățirea și degresarea suprafeței și asigurarea unei rugozități corespunzătoare a acesteia (cca. 16 - 64 μ m).

În acest sens, la pulverizarea în jet de plasmă se folosește, de obicei, sablarea. Pentru prelucrare prin sablare se utilizează particule metalice din fontă, electrocorindon, carbură de siliciu, nisip cuarțos sau alte materiale, antrenate de obicei cu aer comprimat.

Materialul abraziv se alege în funcție de dimensiunea, forma și densitatea piesei. respectiv de condițiile prescrise pentru rugozitatea suprafeței. În unele cazuri la realizarea depunerilor de oxizi ceramici pe suprafețe metalice (de tipul oțelului inoxidabil sau aluminiului), este recomandat să se aplice pe metalul de bază un strat intermediar din Mo sau Ni-Al, Ni-Ti, care au proprietatea de a difuza cu uşurință atât în materialul suport, cât și în stratul depus, realizându-se o aderență foarte bună și preluând eforturile care apar datorită diferențelor dintre coeficienții de dilatare ai stratului și substratului.

Pulverizarea termică în jet de plasmă se poate face manual, semimecanizat sau automat, în funcție de numărul, forma și dimensiunile pieselor de prelucrat.

Jetul de plasmă utilizat la pulverizare poate funcționa în atmosferă, situație ce are loc în mod obișnuit, sau în mediu controlat, când se impun condiții speciale pentru calitatea stratului depus.

Există aproximativ 150 parametri care influențează procesul de pulverizare cu plasmă și pulberi [61]. Relațiile de interdependență ce apar între cei mai importanți parametri tehnologici la pulverizare sunt prezentate în figura 4.9.

Granulația pulberii trebuie să fie uniformă. Dimensiunea particulelor de pulbere exercită o influență asupra vitezei de depunere, dar mai ales asupra densității și rugozității stratului depus. O pulbere grosieră va conduce la o suprafață rugoasă și poroasă, iar o pulbere fină va da acoperiri dense și netede.

Unghiul de incidență (între axa jetului de plasmă și axa orificiului de acces a pulberii) este determinat de natura pulberii folosite. Pulberi cu temperatura de topire scăzută se insuflă sub un unghi înclinat în sensul de curgere a gazului plasmagen. iar cele cu temperatură de topire ridicată în sens invers.

Debitul gazului de transport se stabilește de obicei experimental, în funcție de natura pulberii (greutatea specifică) și granulația ei, astfel încât să se asigure o alimentare continuă și uniformă a pistolului de pulverizare.

Viteza de depunere este un parametru care are o mare influență asupra proprietăților stratului depus. La viteze mari de depunere se obțin straturi poroase.

Pentru obținerea unor straturi de calitate superioară, compacte, viteza de depunere trebuie să fie scăzută, nu însă sub limite care ar putea conduce la supraîncălzirea stratului, deoarece în această situație apar condiții de producere a fisurilor.

Puterea jetului de plasmă, determinată de curentul de lucru și tensiunea pe jet, influențează procesul de pulverizare în sensul că, odată cu creșterea puterii jetului crește randamentul de depunere. Mărirea puterii jetului de plasmă este însoțită de o creștere a temperaturii stratului depus, legăturile dintre particule devin mai puternice, fapt ce conduce la o scădere a porozității. Scăderea porozității, însă, conduce la mărirea tensiunilor interne care pot provoca fisuri sau chiar desprinderea stratului depus.

Debitul gazului plasmagen influențează atât densitatea stratului cât și randamentul de pulverizare. Prin mărirea lui, randamentul și densitatea cresc datorită faptului că unghiul dintre cele două conuri (ale jetului și ale pulberii) scade.

Prin mărirea debitului de gaz plasmagen peste anumite limite. însă, temperatura jetului scade și se produce o scădere bruscă a randamentului.



Figura 4.9. Relațiile de interdependență dintre parametrii tehnologici la pulverizare

În condiții normale de lucru, randamentul de pulverizare este de 50 - 80 %, dacă mărimea granulelor de pulbere se află într-un domeniu restrâns de dimensiuni $(15 - 45 \ \mu m)$. La materiale cu punct de topire ridicat randamentul scade mult, iar pentru metale el poate atinge valori de 80 - 90 %. [85, 86]

În cazul folosirii gazelor biatomice (N_2 , H_2), puterea jetului de plasmă crește și deci crește și randamentul de depunere.

Debitul de pulbere este, de asemenea, un factor care influențează eficiența depunerii. El este în dependență directă cu densitatea stratului depus. Injectarea în jetul de plasmă a unor cantități mari de pulbere va produce aglomerări, fapt ce conduce la o topire necorespunzătoare (incompletă) a particulelor, influențând negativ calitatea

stratului depus. La o putere constantă a jetului de plasmă, randamentul de depunere scade odată cu creșterea cantității de pulbere introduse în jet.

Pulberile cu densitate scăzută au tendința de a fi suflate (expulzate) din jet. În asemenea cazuri orificiul de injecție trebuie micșorat pentru ca viteza gazului transportor să crească și astfel să se mărească energia particulelor și a le conduce în regiunea caldă a jetului.

Tehnica de pulverizare are un rol important în obținerea unor straturi de calitate. În mod normal jetul de particule trebuie să cadă perpendicular pe suprafața ce va fi acoperită. Dacă unghiul jetului față de suprafața de pulverizat este mai mic de 60°, randamentul de pulverizare scade substanțial datorită ricoșării particulelor, iar aderența și densitatea stratului depus scad, de asemenea mult.

În cazul în care condițiile în care se desfășoară pulverizarea ar putea conduce la supraîncălzirea stratului depus, pentru eliminarea inconvenientelor ce le provoacă (tensiuni, fisuri), se face o răcire a stratului prin insuflarea unui gaz care poate fi Ar, He, CO₂, aer comprimat. Debitele de până la 200 l/min nu vor influența negativ calitatea depunerii. [87]

Parametrii regimului tehnologic de pulverizare în jet de plasmă conținuți în diverse publicații de specialitate au un caracter informativ întrucât depind de foarte mulți factori, printre care construcția pistolului de pulverizare și puritatea gazelor folosite nu sunt de neglijat. De obicei, parametrii se stabilesc pe cale experimentală pentru condițiile concrete existente la locul de muncă.

4.6 Materiale utilizate la pulverizarea termică în jet de plasmă

În general, materialele destinate depunerii prin pulverizare în jet de plasmă se prezintă sub formă de pulbere.

Esențial este faptul ca acestea să se prezinte sub o formă corespunzătoare (apropiată de sferică), pentru a se asigura o vâscozitate mică (curgere ușoară prin sistemele de alimentare - dozare), să nu fie higroscopice și dimensiunile să fie cuprinse într-un interval granulometric cât mai restrâns (uzual 15 - 45 μ m).

Datorită temperaturilor ridicate din jetul de plasmă, se poate practic utiliza orice tip de materiale pentru acoperiri prin pulverizare. Prețul de cost relativ înalt ale gazelor plasmagene, face ca pulverizarea în jet de plasmă să fie preponderent utilizată în cazul materialelor refractare, greu pulverizabile prin alte procedee de pulverizare termică, sau în cazul în care se impun anumite caracteristici stratului depus (porozitate redusă, lipsa oxizilor în strat, îmbogățirea în elemente de aliere etc.).

Unul dintre materialele ceramice cu o utilizare frecventă în domeniul straturilor utilizate ca bariere termice și depuse prin pulverizare în jet de plasmă este oxidul de zirconiu.

Întrucât în programul experimental al prezentei lucrări s-a utilizat cu precădere oxidul de zirconiu, în continuare se va face o prezentarea mai detaliată a acestuia.

4.6.1 Oxidul de zirconiu (ZrO₂)

Datorită conductivității termice scăzute și temperaturii de topire ridicate, materialele ceramice de tipul oxidului de zirconiu sunt folosite în mod curent sub formă de depuneri pentru izolarea termică a diferitelor componente metalice.

Utilizarea oxidului de zirconiu este decisiv influențată de modificările structurii cristalină, care au loc conform schemei: [88]



Oxidul de zirconiu are diferite stări alotropice în funcție de temperatura mediului ambiant. La temperatura camerei, are o structură monoclinică stabilă, având parametrii de rețea: a = 515 pm, b = 521 pm, c = 532 pm și $\beta = 99^{\circ}15'$. La cca. 1150 $^{\circ}$ C are loc transformarea reversibilă din faza monoclinică în fază tetragonală. Structura acesteia este caracterizată de parametrii a = 364 pm, și c = 527 pm la 1250 $^{\circ}$ C.

La trecerea din faza monoclinică în tetragonal apare o contractare de volum. teoretic de cca. 12% (experimental s-a stabilit cu 8%), care slăbește rezistența corpurilor sinterizate. La trecerea din faza tetragonală în cea monoclinică (la $850 - 970^{0}$ C) apare o creștere de volum ceea ce conduce la apariția tensiunilor în material.

Aceste modificări volumice se pun în evidență în mod clar în curba de dilatare, așa cum se arată în figura 4.10. [88]

63



Figura 4.10. Curbele de dilatare ale ZrO_2 . pur și parțial sau total stabilizat

1	pur
2	stabilizat cu 5 % CaO
3	parțial stabilizat
	cu 19.% CaO

Histereza transformării oxidului de zirconiu a făcut obiectul multor cercetări. temperatura exactă de transformare și lățimea histerezei depinzând de antecedente. Cercetările la nivel de structură, au obținut ca rezultat faptul că la această transformare au loc doar puține dislocări a unor ioni și că elementele de structură însemnate se mențin.

La cca. 2300 ⁰C are loc o altă transformare a oxidului de zirconiu, din faza tetragonală în cea cubică care, de asemenea are loc cu modificări de volum.

Pentru a profita de proprietățile termice bune ale ZrO_2 , s-a încercat evitarea transformărilor deranjante de la 1000 până la 1200 ⁰C. Acest lucru este posibil prin obținerea unei structuri cubice sau tetragonale la temperatura camerei ceea ce se face prin adaosul unor oxizi ca: CaO, MgO, CeO₂ sau Y₂O₃.

În funcție de cantitatea de oxizi introdusă în amestec se poate obține o structură cubică sau tetragonală iar oxidul de zirconiu se va numi total sau parțial stabilizat.

Adaosul de oxid, care este necesar pentru stabilizare și limitele de stabilizare în ceea ce privește temperaturile se vor extrage din diagrama fazelor.

Punctul de topire al oxidului de zirconiu pur este la cca. 2680 0 C, cel al oxidului stabilizat este ceva mai scăzut și depinde de tipul și concentrația oxidului adăugat. Duritatea ZrO₂ (Baddeleyt) este 7 pe scala Mohr.

Câteva dintre elementele stabilizatoare sunt:

• Oxidul de ytriu (Y_2O_3) - Stabilizator folosit în mod curent în aplicațiile de tip barieră termică, a cărei rețea cristalină este cubic centrată, cu un parametru de masă elementară a = 10,586 Å [89].

S-au studiat diferite variante ale combinării oxidului de zirconiului cu cel de ytriu, în prezent fiind trasată diagrama de echilibru a celor două elemente. S-a stabilit că oxidul de zirconiu este stabilizat sub o formă cristalină cubică pentru un conținut masic de oxid de ytriu mai mare de 12%. Parametrul de masă crește liniar cu procentajul de oxid de ytriu, până la saturarea soluției solide.

Pentru un conținut de oxid de ytriu de 4 și 5 % mol (7- 9 % masic), structura obținută este bifazică și conține forme cubice și monoclinice în proporții variabile în funcție de procentajul de oxid de ytriu prezent. În aceste condiții oxidul de zirconiu este considerat parțial stabilizat.

În tabelul 4.4 sunt prezentate structurile obținute după înghețare a sistemului binar $ZrO_2 - Y_2O_3$ la diferite procente ale oxidului de ytriu în amestec. [91]

Conținutul	de ytriu	Structura obținută			
YO _{1.5} % mol % masice		La echilibru	În afara de echilibru		
0 - 3 %	0 - 2,8 %	Monoclinic	Monoclinic		
4 - 5 %	3,7 - 4,6 %	Monoclinic	Monoclinic + tetragonal		
6 - 11 %	5,5 - 10,2 %	+	Tetragonal metastabil		
12 - 13 %	11,1 - 12 %	cubic	Tranziție tetragonal - cubic		
Peste 15 %	Peste 14 %	cubic	Cubic		

Tabelul 4.4. Structuri obținute în funcție de conținutul de oxid de ytriu

Variația structurii tetragonale obținută prin înghețare rapidă pentru conținutul de ytriu de 6 - 10 % în masă este diferită de forma alotropică a zirconiului pur stabil la temperatură înaltă. Ea rezultă dintr-o transformare fără difuzie prin efect de dezghețare. dintr-o soluție solidă a structurii cubice existentă la temperaturi înalte.

• Oxidul de cesiu (CeO₂) - posedă o singură variație cristalină a structurii cubice (a = 5,398 $\pm 0,002$ Å), stabil până la temperatura sa de topire, cca. 2600° C [67], și prezintă o mare solubilitate în zirconiu. Stoechiometria sa este identică cu aceea a zirconiului, fără a introduce, spre deosebire de oxidul de ytriu, lacune de oxigen în rețeaua cristalină a zirconiului plasată în soluția solidă.

S-a studiat experimental dilatația termică până la 1200° C a ceramicilor refractare pe bază de zirconiu cu diverși stabilizatori, precum oxidul de cesiu [92]. Lucrările de dilatometrie care au fost realizate au dat următoarele rezultate:

- pentru conținuturile de 13,5 și 19,8 %mol CeO₂ (respectiv între 17,9 și 25,6% masic), curba de dilatare termică indică faptul că are loc o transformare alotropică, respectiv între 800 și 600° C;
- pentru conținuturile de 25,9 și 3,5 %mol (respectiv între 32,8 și 45,6% masic), variația de volum care însoțește transformarea alotropică nu mai este observată, ceea ce indică că zirconiul este eficient stabilizat.

Tabelul 4.5 indică structurile sistemului ZrO₂-CeO₂ în afară de echilibru, după refrigerarea rapidă, respectiv parametrii de rețea pentru diferitele faze identificate.

Conținut de CeO ₂		Structura obținută după refrigerarea rapidă ș			
%mol	Masic%	parametrii de rețea (Å)			
0% 0%		Monoclinic $-a = 5,16$; $b = 5.25$; $c = 5.29$; $\beta = 80^{\circ}10^{\circ}$			
10%	13,44%	Monoclinic – a =5.19; b = 5.28; c = 5.32; β = 80°10'			
20%	25.88%	Quadratic $-a = 5,131; c = 5,210; c/a = 1,015$			
24 la 100%	30 la 100%	Cubic $- a = 0,229X + 5,101 (X = \% mol CeO_2)$			

 Tabelul 4.5. Structurile în dezechilibru în funcție de conținutul în oxid de cesiu [92]

Un aport mai mare de oxid de cesiu este necesar pentru stabilizarea zirconiului sub o formă cristalină, alta decât cea de badeleită. Pentru o asemenea varietate cristalină, valoarea parametrilor de rețea crește liniar cu concentrația în elementul stabilizant, în cazul unui material monofazic.

Materii prime

Cele mai importante minerale de zirconiu sunt Baddeleyt - ZrO_2 și amestecul - $ZrSiO_4$. Toate conțin în cantitate redusă legături de hafniu.

Proprietăți

În tabelul 4.6 sunt prezentate principalele proprietăți ale oxidului de zirconiu total stabilizat respectiv parțial stabilizat precum și ale straturilor de oxid de zirconiu depus prin pulverizare în jet de plasmă. [93]

Material	Structura	Densitatea	Duritatea	Rezistența	Tenacitatea	Modulul	Coefic.	Coefic.	Conductiv
	cristalină	teoretică,	HK sau HV,	la rupere,	$MPa.m^{1/2}$	Young	Poisson	dilatare	termică.
	Cristanna	g/cm ³	GPa	MPa (ksi)	(ksi. In ^{1/2})	GPa		termică,	W/m K
			(10 ⁶ psi)			(10 ⁶ psi)		10 ⁻⁶ K ⁻¹	
ZrO ₂	Cubic,	5.70 - 5.75	10 - 11	600 - 700	6 - 6.5	205	0.23	8.9 -	1.8-2.2
parțial	monoclinic		(1.5 - 1.5)	(87 - 102)	(5.5 - 5.9)	(30)		10.6	
stabilizat	tetragonal								
ZrO ₂ total	Cubic	5.56 - 6.1	10 - 15	245	2.8	97 - 207	0.23-	13.5	1.7-1.9
stabilizat			(1.5 - 2.2)	(36)	(2.5)	(14 - 30)	0.32		
ZrO ₂	Cubic	5.6 - 5.7		6 - 80	1.3 - 3.2	48	0.25	7.6 -	0.69-2.4
depus în	monoclinic			(0.9 - 12)	(1.2 - 2.9)	(7)		0.5	
jet de	tetragonal	ĺ							
plasma									

Tabelul 4.6. Proprietățile oxidului de zirconiu

> Proprietăți fizice

Ca urmare a multiplelor posibilități de variație în ceea ce privește compoziția cristalelor de amestec cubice, ce apar în cazul oxidului de zirconiu stabilizat, rezultatele publicate pot avea doar caracter orientativ.

Proprietăți termice

Conductibilitatea termică a oxidului de zirconiu stabilizat e scăzută și aproape independentă de temperatură, ceea ce poate fi pus pe seama structurii cu defecte. În cazul oxidului de zirconiu depus prin pulverizare în jet de plasmă, valoarea redusă a conductivității termice este accentuată de porozitatea stratului depus, specifică materialelor ceramice.

Proprietăți mecanice

Rezistența mecanică depinde de compoziție și de microstructura ce rezultă din aceasta. Din tabelul 4.6 se pot observa proprietăți mecanice deosebite ale oxidului de zirconiu parțial stabilizat. Rezistența ridicată și tenacitatea materialului sunt puse pe seama prezenței precipitării fazei tetragonale din matricea cubică a cărei transformare este suprimată, astfel încât la temperatura camerei există în formă metastabilă.

Absorbția de energie care este legată de transformarea martensitică a fazei tetragonale și a fazei monocline duce la o energie de rupere ridicată pentru materiale ceramice. Un aport suplimentar la creșterea rezistenței pot furniza tensiunile de apăsare de la suprafață ca urmare a prelucrărilor mecanice. De asemenea și alte mecanisme mai pot fi discutate în legătură cu modul de variație al proprietăților mecanice.

Prin cercetarea creșterii subcritice a fisurilor în oxidul de zirconiu parțial stabilizat, pe baza rezultatelor, s-a explicat modelul transformării particulelor de ZrO_2 din modificația tetragonală în cea monoclină, transformare indusă de tensiuni. Cercetări asupra tenacității și rezistenței de rupere la temperaturi mai înalte relevă că rezistența de rupere critică scade puternic cu creșterea temperaturii, parțial până la 50% la 1000 ^{0}C . O fază amorfă existentă duce la o disipare de energie în domeniul de temperaturi de 600 la 800 ^{0}C [94]. S-a cercetat și dependența între parametrii structurii și proprietățile oxidului de zirconiu stabilizat cu CaO și care a fost sinterizat cu adaos de 2% caolin. Prin adaos de silicat se formează ghelenit (2CaO·Al₂O₃·SiO₂). Faza cristalină se transformă în domeniul de temperatură 1300 la 1400 ^{0}C într-o fază topită, ceea ce duce între 600 și 800 ^{0}C la un maxim de rezistență [94].

Au fost efectuate încercări de fluaj a oxidului de zirconiu stabilizat cu CaO care au arătat că viteza de fluaj are o valoare maximă pentru 15% CaO. Pentru concentrații mai scăzute se explică valoarea mai scăzută a vitezei de fluaj pe seama separării oxidului de zirconiu tetragonal la limitele grăunților, concentrațiile mai ridicate ducând la o relaxare a rețelei prin creșterea cotei-parte a "locurilor goale de oxigen" [94].

Fluajul oxidului de zirconiu stabilizat cu Y_2O_3 a fost studiat până la temperatura de 2008 0 C și s-au obținut valori ale energiei de activare de 536 kJ/mol la temperaturi de peste 1500 0 C independent de conținutul în Y_2O_3 , impurități, de mărimea grăunților sau
repartiția porozității. Această "constanță a transformării la temperatură" este explicată pe seama coeficientului de dilatare scăzut al materialului în comparație cu cel total stabilizat. [95]

Unii cercetători indică diferite alte mecanisme propuse de mai de mult timp pentru explicarea acestui comportament la cald, iar pe baza cercetărilor asupra sistemului CaO-ZrO₂ se evidențiază rolul și importanța microstructurii pentru descompunerea tensiunilor [94]. Ei presupun că prin transformarea fazei - care poate avea loc ca urmare a tensiunilor termice și sub domeniul temperaturilor de transformare - se produce o densitate ridicată de microfisuri care contribuie la o "constanță a transformărilor la temperatură" mai ridicată. S-a stabilit că oxidul de zirconiu parțial stabilizat cu 7,6 % CaO prezintă constanță maximă, în comparație cu ZrO₂ pur sau stabilizat.

Proprietăți electrice

ZrO₂ pur prezintă la presurizare parțială cu oxigen o conductibilitate de electroni prin "defecte" (conductibilitate de tip p). Odată cu scăderea presiunii parțiale a oxigenului. apare o anumită valoare a conductibilității pe bază de ioni. La o presiune parțială foarte joasă și temperaturi înalte apare o conductibilitate de tip n.

Se pot găsi referiri în literatura de specialitate asupra rezultatelor obținute în urma măsurătorilor proprietăților electrice, a structurii defectelor în domeniul modificației monocline sau fazei tetragonale. Astfel, s-a determinat prin măsurători ale pragului de supraîncărcare și conductibilității electrice, că sub 700 ⁰C, oxidul de zirconiu este un conducător de ioni primar, iar de la 700 la 1000 ⁰C este un conducător pe bază de electroni, pentru domeniul presiunilor parțiale de oxigen de 10⁻²² până la 1 bar. La încorporarea de cationi de valori reduse, așa cum este cazul oxidului de zirconiu stabilizat, se ajunge la o conductibilitate electrică pe bază de ioni, pură.

Utilizare

Principalele aplicații prin care oxidul de zirconiu se distinge față de alte materiale ceramice se regăsesc, în principal, în domeniul protecției componentelor la temperaturi ridicate (șocuri termice sau coroziune la temperaturi ridicate) din industria aeronautică. energetică, metalurgică sau a automobilelor. Materiale pe bază de oxid de zirconiu sunt folosite la izolarea termică a paletelor de turbine, ale camerei de ardere și pistoanelor. ajutaje de eliminarea gazelor fierbinți, creuzete, cochile de turnare de mare precizie.

Datorită calităților anterior menționate ale straturilor de oxid de zirconiu precum și a tehnologiei facile de pulverizare termică a pulberilor de oxid de zirconiu, un domeniu în plină dezvoltare în care își găsește utilitate este acela al fabricației prin pulverizare ca și cel al generării formei prin pulverizare.

Datorită caracterului relativ inert față de medii biologice, acoperirile cu oxid de zirconiu sunt utilizate și la realizarea implanturilor din chirurgia ortopedică sau maxilo-facială.

Capitolul 5. MODELAREA CÂMPULUI TERMIC ȘI A DISTRIBUȚIEI TENSIUNILOR REZIDUALE ÎN COMPONENTELE REALIZATE PRIN METODA GENERĂRII FORMEI PRIN PULVERIZARE

5.1. Generarea tensiunilor în timpul procesului de pulverizare în jet de plasmă

Generarea tensiunilor la pulverizarea în jet de plasmă poate fi împărțită în trei etape distincte.

Prima etapă este legată de solidificarea particulelor individuale. Datorită diferențelor foarte mari dintre temperatura picăturii topite și substrat, în picătura solidificată apar tensiuni foarte mari. Această etapă se numește *răcire primară*.

Etapa a doua implică încălzirea substratului în timpul procesului de acoperire. datorită transferului de căldură dinspre stratul acoperitor înspre substrat. Acest proces conduce la dilatarea substratului, ceea ce induce tensiuni în stratul depus, deja tensionat. În continuare, noile straturi sunt depuse pe un substrat dilatat.

A treia etapă este legată de tensiunile cauzate de răcirea sistemului substrat – strat acoperitor. Această etapă se numește *răcire secundară*.

Cele trei etape determină împreună *tensiunile reziduale* rezultante în substrat și în stratul acoperitor.

În literatură [81, 84], dilatările datorită răcirii primare sunt descrise de ecuația (5.1).

$$\varepsilon = \alpha_{\rm c} \left(T_{\rm m} - T_{\rm s} \right) \tag{5.1}$$

unde: ε – dilatările din particulă;

 α_c – coeficientul de dilatare termică a particulei [K⁻¹];

T_m – temperatura de topire a particulei [K];

T_s – temperatura substratului [K].

Temperatura de contact dintre particula din material ceramic (ZrO_2) și majoritatea substraturilor metalice este scăzută. Acest lucru indică faptul că și temperatura din particulă în timpul solidificării este, de asemenea, scăzută. În consecință, partea stratului depus în contact direct cu substratul nu se poate deforma plastic în timpul contracției de răcire. Când o anumită valoare a tensiunii este depășită, apar fisuri care

se dezvoltă sub forma unei rețele dense în interiorul fiecărei particule. Acest mecanism este prezentat schematic în figura 5.1.



Figura 5.1. Solidificarea unei particule ceramice pe substrat, a) distribuția de temperaturi pe secțiunea unei particule depuse; b) alura gradienților termici

După solidificare, temperatura particulei scade foarte rapid până la temperatura substratului T_s . Materialul substratului de sub particula solidificată se dilată datorită căldurii latente de solidificare a particulei. Deformația maximă determinată de răcirea de la temperatura de contact până la temperatura substratului este dată de relația (5.2)

$$\varepsilon_{T_c - T_s} = (\alpha_c - \alpha_s) \cdot (T_c - T_s)$$
(5.2)

unde: α_s – coeficientul de dilatare termică [K⁻¹];

T_c – temperatura de contact dintre particulă și substrat [K]

T_s – temperatura substratului [K].

Deformațiile unei particule individuale la temperatura camerei sunt egale cu deformațiile induse de tensiunea datorată răcirii de la temperatura T_m până la T_c minus deformațiile datorate contracției metalului de bază. În cazul în care materialul depus este identic cu materialul substratului, deformațiile depind numai de temperatura de contact.

Utilizarea frecventă în diferite aplicații a componentele axial-simetrice realizate prin pulverizare termică, a impus sporirea cercetărilor în domeniul calității straturilor, în scopul oferirii unor noi alternative de evaluare a performanțelor acestora [71 - 81].

În timp ce mai multe studii au fost orientate către determinarea tensiunilor reziduale din sistemele de probe cu geometrie plană, acestea sunt rare în sistemele cu geometrie (formă) axial-simetrică. Evans și alții [105] au determinat tensiunile datorate contracțiilor termice diferite în straturile subțiri pe substraturi cilindrice. Hsueh și Evans [106] au studiat inducerea tensiunilor în substraturile ceramice de formă cilindrică și a tensiunilor datorate contracțiilor termice diferite ce apar în cilindrii metalici încastrați într-o matrice ceramică infinită [107]. Tsui și Clyne [108] au elaborat o metodă de calcul analitic pentru determinarea tensiunilor reziduale generate la depunerea prin pulverizare termică pe substraturi cilindrice.

În continuare este prezentat modelul analitic pentru determinarea tensiunilor reziduale generate în timpul depunerii straturilor pe suporturi conice de grosime limitată. Acesta ia în considerare două mecanisme de generare a tensiunilor reziduale și anume tensiuni apărute la depunerea particulei pe substrat și tensiuni apărute datorită diferențelor de contracție termică dintre strat și substrat. Modelul se bazează pe aplicarea ecuației lui Lamé pentru componente axial-simetrice. Stabilirea condițiilor la limită pentru un sistem în echilibru din punctul de vedere al deformațiilor, permite determinarea tensiunilor apărute prin cele două mecanisme.

5.2.1 Formularea modelului

5.2.1.1 Tensiuni reziduale apărute la depunere

A. Depunerea primului strat

Tensiunile de depunere σ_q se definesc ca fiind tensiunile ce apar în straturi, înaintea stabilirii unui echilibru dintre strat și substrat, la o temperatură dată a substratului. Prin analogie, tensiunile de depunere pot fi considerate ca fiind tensiunile ce apar numai în stratul depus în timpul depunerii în cazul în care depunerea se face pe un substrat cu grosime infinită (în acest caz se poate considera că substratul nu se dilată și nu este afectat de tensiuni în timpul depunerii).

În figura 5.2 este prezentat schematic modul de apariție a tensiunilor reziduale la depunerea primului strat.



Figura 5.2. Prezentarea schematică a modului de apariție a tensiunilor reziduale la depunerea primului strat

Deformațiile ce apar în timpul depunerii straturilor, atât după direcția axială (longitudinală) cât și tangențială, sunt caracterizate de relația:

$$\Delta \varepsilon = \frac{\sigma_q}{E_d} \tag{5.3}$$

Când grosimea stratului este finită, substratul și depunerea se deformează sub acțiunea tensiunilor apărute la depunere (σ_q), iar E_d este modulul lui Young al materialului depus (d – depunere, s – substrat).

Utilizând legea lui Hooke generalizată pentru domeniul deformațiilor elastice și punând condiția de egalizare a deformațiilor din strat și substrat în direcție longitudinală, într-un punct oarecare pe axa z, vom avea:

$$\Delta \varepsilon(z) = \varepsilon_{Lwl}(z) - \varepsilon_{Lsl}(z) = \frac{1}{E_d} \left(\sigma_{Lwl}(z) - \nu_d(\sigma_{\theta wl}(z) + \sigma_{rwl}(z)) \right) - \frac{1}{E_s} \left(\sigma_{Lsl}(z) - \nu_s(\sigma_{\theta sl}(z) + \sigma_{rsl}(z)) \right)$$
(5.4)

unde:

 $\epsilon_{Lw1}(z)$ - deformația în direcție longitudinală a primului strat, datorată depunerii termice;

 $\epsilon_{Ls1}(z)$ - deformația în direcție longitudinală a substratului, datorată depunerii primului strat;

 $\sigma_{Lw1}(z)$ - tensiunea longitudinală în primul strat, datorată depunerii termice;

v - coeficientul lui Poisson (d - depunere, s - substrat);

 $\sigma_{\theta w1}(z)$ - tensiunea tangențială în primul strat, datorită depunerii termice

 $\sigma_{rw1}(z)$ - tensiunea radială în primul strat, datorită depunerii termice;

 $\sigma_{Lsl}(z)$ - tensiunea longitudinală în substrat, datorată depunerii primului strat;

 $\sigma_{\theta s1}(z)$ - tensiunea tangențială în substrat, datorată depunerii primului strat;

 $\sigma_{rs1}(z)$ - tensiunea radială în substrat, datorată depunerii primului strat;

Tensiunile longitudinale ce apar în substrat respectiv depunere, într-un punct oarecare de pe suprafața depusă, sunt:

$$\sigma_{L_{s1}}(z) = \frac{-F_1(z)}{\pi (b^2(z) - a^2(z))}$$
(5.5)

$$\sigma_{Lw1}(z) = \frac{F_1(z)}{\pi((b(z) + w)^2 - b^2(z))}$$
(5.6)

unde:

 $F_1(z)$ este forța axială;

a(z), b(z) - raza interioară, respectiv exterioară a substratului într-un punct oarecare pe axa z;

w - grosimea stratului depus;

Contracția stratului conduce la o tensiune de comprimare (presiune), $P_{i1}(z)$ în direcție radială la interfață (Figura 5.3).



(a) Contracție liberă – diametrul exterior al substratului este mai mare decât diametrul interior al primului strat depus



(b) Sistem în echilibru – diametrul exterior al substratului este egal cu diametrul interior al primului strat depus – apariția unei presiuni de interfață $P_{il}(z)$

Figura 5.3. Prezentarea schematică a apariției presiunii de interfață, la depunerea primului strat

Distribuția tensiunii reziduale ca rezultat al contractării este bine cunoscută. Utilizând ecuațiile Lamé pentru coordonate polare (Anexa 1) și particularizând pentru cazul unor presiuni de comprimare P_i pe o suprafață conică, vom avea:

$$\sigma_{rs1}(z) = \frac{-P_{il}(z) \cdot b^2(z)}{(b^2(z) - a^2(z))} (1 - \frac{a^2(z)}{r^2(z)})$$
(5.7)

tensiunile sunt date de:

$$\sigma_{\text{the}1}(z) = \frac{-P_{il}(z) \cdot b^2(z)}{(b^2(z) - a^2(z))} (1 + \frac{a^2(z)}{r^2(z)})$$
(5.8)

unde $a(z) \le r(z) \le b(z)$. De fapt r(z) reprezintă ecuația generatoarei. La r(z) = b(z),

$$\sigma_{rs1}(z) = -P_{il}(z), \sigma_{ls1}(z) = \frac{-P_{il}(z) \cdot (b^2(z) + a^2(z))}{(b^2(z) - a^2(z))}$$
(5.9)

Grosimea stratului depus poate fi considerat ca fiind mult inferioară substratului. Un simplu echilibru de forțe conduce la cunoscuta expresie pentru tensiunile radiale și tangențiale din componenta conică.

$$\sigma_{rw1}(z) \approx 0,$$

$$\sigma_{\theta w1}(z) = \frac{P_{il}(z) \cdot b(z)}{w}$$
(5.10)

Ecuația de compatibilitate a deformațiilor în direcția tangențială la interfața r(z) = b(z) poate fi scrisă:

$$\Delta \varepsilon(z) = \frac{1}{E_d} \left(\sigma_{\theta v1}(z) - \nu_d \left(\sigma_{rw1}(z) + \sigma_{Lw1}(z) \right) \right) - \frac{1}{E_s} \left(\sigma_{\theta v1}(z) - \nu_s \left(\sigma_{rs1}(z) + \sigma_{Ls1}(z) \right) \right)$$
(5.11)

Înlocuind ecuațiile (5.5), (5.6), (5.7) și (5.8) în ecuația (5.4) și (5.11), cei doi parametri necunoscuți, $F_1(z)$ și $P_{il}(z)$ pot fi scriși ca:

$$Q_{11}(z) F_1(z) + Q_{12}(z) P_{il}(z) = Q_{13}(z)$$
(5.12a)

$$Q_{14}(z) F_1(z) + Q_{15}(z)P_{il}(z) = Q_{16}(z)$$
 (5.12b)

Unde:

$$Q_{11}(z) = \frac{1}{\pi((b(z) + w)^2 - b^2(z))E_d} + \frac{1}{\pi(b^2(z) - a^2(z))E_s}$$
(5.13a)

$$Q_{12}(z) = \frac{-b(z)v_d}{wE_d} - \frac{(b^2(z0 + a^2(z))v_s)}{(b^2(z) - a^2(z))E_s} - \frac{v_s}{E_s}$$
(5.13b)

$$Q_{14}(z) = \frac{-v_d}{\pi((b(z)+w)^2 - b^2(z))E_d} - \frac{v_s}{\pi(b^2(z) - a^2(z))E_s}$$
(5.13c)

$$Q_{15}(z) = \frac{b}{wE_d} + \frac{(b^2(z) + a^2(z))}{(b^2(z) - a^2(z))E_s} - \frac{v_s}{E_s}$$
(5.13d)

$$Q_{13}(z) = Q_{16}(z) = \Delta \varepsilon(z)$$
 (5.13e)

aşadar,

$$F_{1}(z) = \frac{Q_{13}(z)Q_{15}(z) - Q_{12}(z)Q_{16}(z)}{Q_{11}(z)Q_{15}(z) - Q_{12}(z)Q_{14}(z)}$$
(5.14a)

$$P_{ii}(z) = \frac{Q_{11}(z)Q_{16}(z) - Q_{13}(z)Q_{14}(z)}{Q_{11}(z)Q_{15}(z) - Q_{12}(z)Q_{14}(z)}$$
(5.14b)

Relațiile permit determinarea tensiunilor apărute la depunerea primului strat folosind ecuațiile (5.5) - (5.8) și (5.10).

B. Depunerea celui de-al j-lea strat:

Deformațiile ce apar la depunerea stratului j sunt aceleași ca și în paragraful A și sunt date de ecuația (5.3).

Considerăm stratul j care se depune pe stratul j-1.



Figura 5.4. Prezentarea schematică a modului de apariție a tensiunilor reziduale la depunerea stratului j

Ecuația de compatibilitate a deformațiilor din strat și substrat în direcția longitudinală este dată de relația:

$$\Delta \varepsilon(z) = \varepsilon_{Lwi}(z) - \varepsilon_{Ldj}(z) = \frac{1}{E_d} (\sigma_{Lwj}(z) - \nu_d (\sigma_{\theta wj}(z) + \sigma_{rwj}(z))) - \frac{1}{E_d} (\sigma_{Ldj}(z) - \nu_d (\sigma_{\theta dj}(z) + \sigma_{rdj}(z)))$$
(5.15)

Unde:

 $\varepsilon_{Lwj}(z)$ - deformația stratului j în direcția longitudinală, datorată depunerii termice; $\varepsilon_{Ldj}(z)$ - deformația stratului depus (j-1) în direcția longitudinală, datorită depunerii stratului j;

 $\sigma_{Lwi}(z)$ - tensiunea longitudinală în stratul j, datorată depunerii termice;

v - coeficientul lui Poisson (d – depunere, s – substrat);

 $\sigma_{\theta w j}(z)$ - tensiunea tangențială în stratul j, datorită depunerii termice

 $\sigma_{rwi}(z)$ - tensiunea radială în stratul j, datorită depunerii termice;

 $\sigma_{Ldi}(z)$ - tensiunea longitudinală în stratul depus (j-1), datorată depunerii stratului j:

 $\sigma_{\theta dj}(z)$ - tensiunea tangențială în stratul depus (j-1), datorată depunerii stratului j;

 $\sigma_{rdj}(z)$ - tensiunea radială în stratul depus (j-1), datorată depunerii stratului j;

Forța $F_j(z)$ este poziționată între startul j-1 și substrat (Figura 5.4). Forța $F_{js}(z)$, ce acționează pe substrat este:

$$F_{js}(z) = Aria \times E_{s} \times deformatie = \pi (b^{2}(z) - a^{2}(z))E_{s} \left(\frac{-F_{j}(z)}{\pi ((b(z) + (j-1)w)^{2} - a^{2}(z))E_{je}(z)} \right) = \frac{-(b^{2}(z) - a^{2}(z)) \cdot E_{s} \cdot F_{j}(z)}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))E_{s} + ((b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z))E_{d}}$$
(5.16)

unde $E_{je}(z)$ este echivalentul modulului lui Young pentru conul compozit (strat + substrat), și poate fi determinat cu relația:

$$E_{je}(z) = \frac{(b^{2}(z) - a^{2}(z))E_{s} + ((b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z))E_{d}}{((b(z) + (j-1)w)^{2} - a^{2}(z))}$$
(5.17)

similar, forța $F_{jw}(z)$ ce acționează pe cele j-1 straturi este:

$$F_{jw}(z) = \frac{-((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2)E_d F_j(z)}{(b^2(z) - a^2(z))E_s + ((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d}$$
(5.18)

unde $F_i(z)$ este forța ce acționează pe stratul j.

Tensiunea longitudinală în substrat ce apare datorită depunerii stratului j, este:

$$\sigma_{Lsj}(z) = \frac{-E_s F_j(z)}{\pi ((b^2(z) - a^2(z))E_s + ((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d)}$$
(5.19)

în timp ce în depunere (cele j-1 straturi) este:

$$\sigma_{Ld_j}(z) = \frac{-E_d F_j(z)}{\pi((b^2(z) - a^2(z))E_s + ((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d)}$$
(5.20)

iar tensiunea longitudinală în stratul j:

$$\sigma_{Lwj}(z) = \frac{F_j(z)}{\pi((b(z) + jw)^2 - (b(z) + (j-1)w)^2)}$$
(5.21)

Ecuația Lamé poate fi aplicată numai pentru o secțiune cu tensiuni axiale uniforme.

Din ecuațiile (5.19) - (5.21) rezultă că la depunerea stratului j apar tensiuni longitudinale (axiale) diferite. Așadar este necesar să dividem proba în 3 secțiuni pentru determinarea tensiunilor radiale și tangențiale. Considerăm două presiuni necunoscute: P_j(z) la interfața dintre staturile j și j-1 (la r(z)=b(z)+(j-1)w) și P_{ij}(z) la interfața dintre substrat și primul strat depus (la r(z) = b(z)).

Versiunea apropiată a ecuațiilor A 1.18 și A 1.19 din Anexa A1 este:

$$\sigma_{rdj}(z) = \frac{-P_{ij}(z)b^{2}(z)}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))} \left(1 - \frac{a^{2}(z)}{r^{2}(z)}\right)$$
(5.22)

$$\sigma_{ikj}(z) = \frac{-P_{ij}(z)b^{2}(z)}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))} \left(1 + \frac{a^{2}(z)}{r^{2}(z)}\right)$$
(5.23)

unde $a(z) \le r(z) \le b(z)$, când r(z) = b(z)

$$\sigma_{rsy}(z) = -P_{ij}(z), \sigma_{ikj}(z) = \frac{-P_{ij}(z)(b^2(z) - a^2(z))}{(b^2(z) - a^2(z))}$$
(5.24)

Pentru depunere (cu excepția stratului j), tensiunile radiale și tangențiale (vezi ecuațiile A 1.14 și A1.15 din Anexa A1) sunt date de relațiile:

$$\sigma_{rdj}(z) = \frac{P_{ij}(z)b^{2}(z) - P_{j}(z)(b(z) + (j-1)w)^{2}}{(b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z)} - \frac{(P_{ij}(z) - P_{j}(z))b^{2}(z)(b(z) + (j-1)w)^{2}}{((b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z))r^{2}(z)}$$
(5.25)

şi

$$\sigma_{\ell d j}(z) = \frac{P_{i j}(z) b^{2}(z) - P_{j}(z) (b(z) + (j-1)w)^{2}}{(b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z)} + \frac{(P_{i j}(z) - P_{j}(z)) b^{2}(z) (b(z) + (j-1)w)^{2}}{((b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z))r^{2}(z)}$$
(5.26)

unde
$$b(z) \le r(z) \le b(z)+(j-1)w$$
, la $r(z) = b(z)$

$$\sigma_{rdj}(z) = -P_{ij}(z), \sigma_{\theta dj}(z) = \frac{P_{ij}(z)((b(z) + (j-1)w)^2 + b^2(z)) - 2P_j(z)(b(z) + (j-1)w)^2}{(b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z)}$$
(5.27)

si la r(z) = b(z) + (j-1)w

$$\sigma_{rdj}(z) = -P_{j}(z), \sigma_{\theta dj}(z) = \frac{2P_{ij}(z)b^{2}(z) - P_{j}(z)((b(z) + (j-1)w)^{2} + b^{2}(z))}{(b(z) + (j-1)w)^{2} - b^{2}(z)}$$
(5.28)

Pentru stratul j, considerând din nou stratul de grosime mică,

$$\sigma_{rwj}(z) \approx 0, \sigma_{\theta wj}(z) = \frac{P_j(z)(b(z) + (j-1)w)}{w}$$
(5.29)

la r(z) = b(z) + (j-1)w, suma dintre tensiunea tangențială din stratul j și cea remanentă din stratul depus este egală cu tensiunea reziduala de depunere (Figura 5.5)



Figura 5.5. Prezentarea schematică a apariției presiunii $P_j(z)$, la interfața dintre stratul j-1 și stratul j, și a presiunii $P_{ij}(z)$ la interfața dintre primul strat și substrat în direcție radială, la depunerea stratului j

$$\frac{1}{E_d} \left(\sigma_{\theta w_j}(z) - v_d \left(\sigma_{rw_j}(z) + \sigma_{Lw_j}(z) \right) \right) - \frac{1}{E_d} \left(\sigma_{\theta dj}(z) - v_d \left(\sigma_{rdj}(z) + \sigma_{Ldj}(z) \right) \right) = \Delta \varepsilon(z)$$
(5.30)

La r(z) = b(z) tensiunile tangențiale din primul strat sunt egale cu cele din substrat:

$$\frac{1}{E_s}(\sigma_{\theta dy}(z) - v_d(\sigma_{rsy}(z) + \sigma_{l.sy}(z))) = \frac{1}{E_d}(\sigma_{\theta dy}(z) - v_d(\sigma_{rdy}(z) + \sigma_{l.dy}(z)))$$
(5.31)

aşadar, 3 necunoscute $F_j(z)$, $P_j(z)$ şi $P_{ij}(z)$ se află în 3 ecuații.

Din ecuațiile (5.19) - (5.21), (5.24), (5.27) -(5.29), (5.15), (5.30), și (5.31) se poate scrie:

$$Q_{J1}(z)F_{J}(z) + Q_{J2}(z)P_{J}(z) + Q_{J3}(z)P_{JJ}(z) = Q_{J4}(z)$$

$$Q_{J5}(z)F_{J}(z) + Q_{J6}(z)F_{J}(z) + Q_{J7}(z)P_{JJ}(z) = Q_{J8}(z)$$

$$Q_{J9}(z)F_{J}(z) + Q_{J10}(z)P_{J}(z) + Q_{J11}(z)P_{JJ}(z) = Q_{J12}(z)$$
(5.32a)
(5.32b)
(5.32c)

unde $Q_{jk}(z)$ (k = 1....12) sunt funcții care nu variază decât în lungul axei z și sunt egale cu:

$$Q_{j1}(z) = \frac{1}{\pi((b(z) + jw)^2 - (b(z) + (j-1)w)^2)E_d} + \frac{1}{\pi((b^2(z) - a^2(z))E_s + ((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_a)}$$
(5.33a)

$$Q_{j2}(z) = \frac{-(b(z) + (j-1)w)v_d}{wE_d} - \frac{((b(z) + (j-1)w)^2 + b^2(z))v_d}{((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d} - \frac{v_d}{E_d}$$
(5.33b)

$$Q_{j3}(z) = \frac{2b^2(z)v_d}{((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d}$$
(5.33c)

$$Q_{j5}(z) = \frac{-v_d}{\pi ((b(z) + jw)^2 - (b(z) + (j-1)w)^2)E_d} - \frac{v_d}{\pi ((b^2(z) - a^2(z))E_s + ((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d)}$$
(5.33d)

$$Q_{j6}(z) = \frac{(b(z) + (j-1)w)}{wE_d} + \frac{((b(z) + (j-1)w)^2 + b^2(z))}{((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d} - \frac{v_d}{E_d}$$
(5.33e)

$$Q_{j7}(z) = \frac{2b^2(z)}{((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d}$$
(5.33f)

$$Q_{j9}(z) = \frac{v_s - v_d}{\pi((b^2(z) - a^2(z))E_s + ((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d)}$$
(5.33g)

$$Q_{j10}(z) = \frac{2(b(z) + (j-1)w)^2}{((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d}$$
(5.33h)

$$Q_{j11}(z) = \frac{-(b^2(z) + a^2(z))}{(b^2(z) - a^2(z))E_s} + \frac{v_s}{E_s} - \frac{((b(z) + (j-1)w)^2 + b^2(z))}{((b(z) + (j-1)w)^2 - b^2(z))E_d} - \frac{v_d}{E_d}$$
(5.33i)

$$Q_{j4}(z) = Q_{j8}(z) = \Delta \varepsilon(z), Q_{j12}(z) = 0$$
(5.33j)

Aşadar, funcțiile necunoscutele $F_j(z)$, $P_j(z)$, și $P_{ij}(z)$ pot fi determinate din:

$$F_{i}(z) = \frac{Q_{i4}(z)(Q_{i6}(z)Q_{j11}(z) - Q_{i7}(z)Q_{j10}(z)) - Q_{i8}(z)(Q_{i2}(z)Q_{i11}(z))}{D(z)} - \frac{Q_{i3}(z)Q_{i10}(z)) + Q_{j12}(z)(Q_{i2}(z)Q_{i7}(z) - Q_{i3}(z)Q_{i6}(z))}{D(z)}$$
(5.34a)

$$P_{j}(z) = \frac{Q_{j1}(z)(Q_{j8}(z)Q_{j11}(z) - Q_{j7}(z)Q_{j12}(z))}{D(z)} - \frac{Q_{j5}(z)(Q_{j4}(z)Q_{j11}(z) - Q_{j3}(z)Q_{j12}(z)) + Q_{j9}(z)(Q_{j4}(z)Q_{j7}(z) - Q_{j3}(z)Q_{j8}(z))}{D(z)}$$
(5.34b)

$$P_{ij}(z) = \frac{Q_{j1}(z)(Q_{j6}(z)Q_{j12}(z) - Q_{j8}(z)Q_{j10}(z)) - D(z)}{D(z)}$$

$$\frac{Q_{j5}(z)(Q_{j2}(z)Q_{f12}(z) - Q_{j4}(z)Q_{j10}(z)) + Q_{j9}(z)(Q_{j2}(z)Q_{j8}(z) - Q_{j4}(z)Q_{j6}(z))}{D(z)}$$
(5.34c)

Unde:

$$D(z) = Q_{j1}(z)(Q_{j6}(z)Q_{j11}(z) - Q_{j7}(z)Q_{j10}(z)) - Q_{j5}(z)(Q_{j2}(z)Q_{j11}(z) - Q_{j3}(z)Q_{j10}(z)) + Q_{j9}(z)(Q_{j2}(z)Q_{j7}(z) - Q_{j3}(z)Q_{j6}(z))$$

(5.35)

pentru $2 \le j \le n$, unde n este numărul total de straturi. Odată determinate cele trei funcții, se pot determina tensiunile radiale și tangențiale din întreaga probă, apărute la depunerea stratului j, folosind ecuațiile 5.19 – 5.23, 5.25, 5.26 și 5.29.

5.2.1.2 Contracții diferite în timpul răcirii

Datorită caracteristicilor fizice și mecanice diferite dintre stratul depus și substrat. contracțiile la răcire ale stratului, respectiv substratului vor avea valori diferite, ceea ce dă naștere la tensiuni în strat (Figura 5.6)

Ecuația de comptabilitate a deformațiilor din strat și substrat în direcție longitudinală poate fi scrisă ca:

$$\Delta \varepsilon(z) = \varepsilon_{Ld}(z) - \varepsilon_{Ls}(z) = \frac{1}{E_d} \left(\sigma_{Ld(CDT)}(z) - v_d \left(\sigma_{\theta d(CDT)}(z) + \sigma_{rd(CDT)}(z) \right) \right) - \frac{1}{E_s} \left(\sigma_{Ls(CDT)}(z) - v_s \left(\sigma_{\theta d(CDT)}(z) + \sigma_{rs(CDT)}(z) \right) \right)$$
(5.36)

Unde:

 $\varepsilon_{Ld}(z)$ - deformația stratului în direcție longitudinală, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;

 $\varepsilon_{Ls}(z)$ - deformația substratului în direcție longitudinală, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;

- $\sigma_{Ld(CDT)}(z)$ tensiunea longitudinală în strat, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;
- v coeficientul lui Poisson (d depunere, s substrat);
- $\sigma_{\theta d(CDT)}(z)$ tensiunea tangențială în strat, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;
- $\sigma_{rd(CDT)}(z)$ tensiunea radială în strat, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;
- $\sigma_{Ls(CDT)}(z)$ tensiunea longitudinală în substrat, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;
- $\sigma_{\theta_{s(CDT)}}(z)$ tensiunea tangențială în substrat, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;



 $\sigma_{rs(CDT)}(z)$ - tensiunea radială în substrat, datorită coeficientului de dilatare termică diferit;

Figura 5.6. Prezentarea schematică a modului de apariție a tensiunilor reziduale datorită contracțiilor termice diferite

Tensiunile reziduale (de depunere) sunt negative când ΔT este negativ (ΔT – diferența dintre temperatura de depunere și temperatura camerei) și contracția termică în substrat este mai mare decât contracția termică în depunere. Tensiunile axiale apărute în substrat și depunere sunt:

$$\sigma_{Ls(CDT)}(z) = \frac{F_{(CDT)}(z)}{\pi(b^2(z) - a^2(z))}$$
(5.37)

şi

$$\sigma_{Ld(CDT)}(z) = \frac{-F_{(CDT)}(z)}{\pi(c^2(z) - b^2(z))}$$
(5.38)

unde: c(z) = b(z) + nw.

 $F_{(CDT)}(z)$ – forța care apare datorită contracțiilor termice diferite;

Considerând $\alpha_s > \alpha_d$, (α_s și α_d – coeficienții de dilatare termică a materialului substratului respectiv depunerii) răcirea la temperatura camerei are ca și consecință o contractare mai pronunțată a substratului decât a depunerii ($\Delta \epsilon$ este negativ). Presiunea P_(CDT) (negativă în acest caz) este dezvoltată la interfața între substrat și depunere, așa cum este ilustrat în Figura 5.7.

Tensiunile radiale și tangențiale în substrat sunt date de ecuațiile:

$$\sigma_{\theta_{S(CDT)}}(z) = \frac{-P_{(CDT)}(z) \cdot b^{2}(z)}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))} (1 - \frac{a^{2}(z)}{r^{2}(z)})$$
(5.39)

şi

$$\sigma_{rs(CDT)}(z) = \frac{-P_{(CDT)}(z) \cdot b^{2}(z)}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))} (1 + \frac{a^{2}(z)}{r^{2}(z)})$$
(5.40)

unde $a(z) \le r(z) \le b(z)$, la r(z) = b(z)

$$\sigma_{rs(CDT)}(z) = -P_{(CDT)}(z), \sigma_{\theta s(CDT)}(z) = \frac{-P_{(CDT)}(z) \cdot (b^2(z) + a^2(z))}{(b^2(z) - a^2(z))}$$
(5.41)

Pentru depunere, tensiunile radiale și tangențiale sunt date prin:

$$\sigma_{rd(CDT)}(z) = \frac{P_{(CDT)}(z) \cdot b^{2}(z)}{(c^{2}(z) - b^{2}(z))} (1 - \frac{c^{2}(z)}{r^{2}(z)})$$
(5.42)

Şİ

$$\sigma_{\theta d(CDT)}(z) = \frac{P_{(CDT)}(z) \cdot b^{2}(z)}{(c^{2}(z) - b^{2}(z))} (1 + \frac{c^{2}(z)}{r^{2}(z)})$$
(5.43)

unde $b(z) \le r(z) \le c(z)$, la r(z) = b(z)

$$\sigma_{rd(CDT)}(z) = -P_{(CDT)}(z), \sigma_{\theta d(CDT)}(z) = \frac{P_{(CDT)}(z) \cdot (b^2(z) + c^2(z))}{(c^2(z) - b^2(z))}$$
(5.44)



Figura 5.7. Prezentare schematică a apariției, la răcirea componentei, a presiunilor negative P_(CDT) datorate coeficienților de dilatare diferiți ale depunerii respectiv substratului

Ecuația de compatibilitate a deformațiilor în direcție tangențială este:

$$\frac{1}{E_{d}}(\sigma_{\theta d(CDT)}(z) - \nu_{d}(\sigma_{rd(CDT)}(z) + \sigma_{Ld(CDT)}(z))) - \frac{1}{E_{s}}(\sigma_{\theta s(CDT)}(z) - \nu_{s}(\sigma_{rs(CDT)}(z) + \sigma_{Ls(CDT)}(z))) = \Delta\varepsilon(z)$$
(5.45)

Înlocuind ecuațiile (5.37), (5.38), (5.41) și (5.44) în ecuațiile (5.36) și (5.45), necunoscutele $F_{(CDT)}$ și $P_{(CDT)}$ sunt date prin:

$$C_{1}(z) \cdot F_{(CDT)}(z) + C_{2}(z) \cdot P_{(CDT)}(z) = C_{3}(z)$$

$$C_{4}(z) \cdot F_{(CDT)}(z) + C_{5}(z) \cdot P_{(CDT)}(z) = C_{6}(z)$$
(5.46b)

Unde:

$$C_1(z) = \frac{-1}{\pi(b^2(z) - a^2(z))E_s} - \frac{1}{\pi(c^2(z) - b^2(z))E_d}$$
(5.47a)

$$C_{2}(z) = \frac{-(b^{2}(z) + a^{2}(z))v_{s}}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))E_{s}} - \frac{v_{s}}{E_{s}} - \frac{(c^{2}(z) + b^{2}(z))v_{d}}{(c^{2}(z) - b^{2}(z))E_{d}} + \frac{v_{d}}{E_{d}}$$
(5.47b)

$$C_{4}(z) = \frac{v_{s}}{\pi (b^{2}(z) - a^{2}(z))E_{s}} - \frac{v_{d}}{\pi (c^{2}(z) - b^{2}(z))E_{d}}$$
(5.47c)

$$C_{2}(z) = \frac{(b^{2}(z) + a^{2}(z))}{(b^{2}(z) - a^{2}(z))E_{s}} - \frac{v_{s}}{E_{s}} + \frac{(c^{2}(z) + b^{2}(z))}{(c^{2}(z) - b^{2}(z))E_{d}} + \frac{v_{d}}{E_{d}}$$
(5.47d)

$$C_5(z) = C_6(z) = \Delta \varepsilon(z) \tag{5.47e}$$

deci,

$$F_{(CDT)}(z) = \frac{C_3(z)C_5(z) - C_2(z)C_6(z)}{C_1(z)C_5(z) - C_2(z)C_4(z)}$$
(5.48a)

$$P_{(CDT)}(z) = \frac{C_1(z)C_6(z) - C_3(z)C_4(z)}{C_1(z)C_5(z) - C_2(z)C_4(z)}$$
(5.48b)

Cunoscând $F_{(CDT)}$ și $P_{(CDT)}$, tensiunile apărute datorită diferențelor de contracție termică a componentei conice compozite pot fi determinate din ecuațiile (5.37) - (5.40), (5.42) și (5.43).

5.2.1.3 Valori finale ale tensiunilor

Starea finală a tensiunilor reziduale datorate atât tensiunilor apărute la depunere, cât și celor datorate diferențelor de contracție termică, sunt descrise în continuare.

Pentru substrat, starea de tensiuni este dată de:

$$\sigma_{L}(z) = \sum_{m=1}^{n} \sigma_{Lsm}(z) + \sigma_{Ls(CDT)}(z)$$
(5.49)

$$\sigma_{r}(z) = \frac{b^{2}(z)}{b^{2}(z) - a^{2}(z)} \left(1 - \frac{a^{2}(z)}{r^{2}(z)} \right) \left(-\sum_{m=1}^{n} P_{im}(z) - P_{(CDT)}(z) \right)$$
(5.50)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{b^{2}(z)}{b^{2}(z) - a^{2}(z)} \left(1 + \frac{a^{2}(z)}{r^{2}(z)}\right) \left(-\sum_{m=1}^{n} P_{im}(z) - P_{(CDT)}(z)\right)$$
(5.51)

unde $a(z) \le r(z) \le b(z)$.

Valorile σ_{Lsm} și $\sigma_{Ls(CDT)}$ pot fi obținute din ecuațiile (5.5), (5.19), și (5.37), în timp ce P_{im} și $P_{(CDT)}$ pot fi determinate folosind ecuațiile (5.14b), (5.34c) și (5.48b).

Pentru depunere, tensiunile longitudinale, radiale și tangențiale într-un punct la mijlocul stratului k (Figura 5.8) sunt:



Figura 5.8. Prezentare schematică a poziției stratului k, 1 < k < n, n numărul total de straturi

$$\sigma_{L}(z) = \sigma_{Lwk}(z) + \sum_{m=k+1}^{n} \sigma_{Ldm}(z) + \sigma_{Ld(CDT)}(z)$$

$$\sigma_{r}(z) = \sum_{m=k-1}^{n} \left(\frac{P_{im}(z)b^{2}(z) - P_{m}(z)(b(z) + (m-1)w)^{2}}{(b(z) + (m-1)w)^{2} - b^{2}(z)} - \frac{(P_{im}(z) - P_{m}(z))b^{2}(z)(b(z) + (m-1)w)^{2}}{((b(z) + (m-1)w)^{2} - b^{2}(z)(b(z) + (m-1)w)^{2}} \right)$$

$$+ \frac{P_{(CDT)}(z) \cdot b^{2}(z)}{c^{2}(z) - b^{2}(z)} \left(1 - \frac{c^{2}(z)}{(b(z) + (k - \frac{1}{2})w)^{2}} \right)$$
(5.52)
$$(5.52)$$

$$\sigma_{\psi}(z) = \sum_{m=k+1}^{n} \left(\frac{P_{im}(z) \cdot b^{2}(z) - P_{m}(z)(b(z) + (m-1)w)^{2}}{(b(z) + (m-1)w)^{2} - b^{2}(z)} + \frac{(P_{im}(z) - P_{im}(z)) \cdot b^{2}(z) \cdot (b(z) + (m-1)w)^{2}}{((b(z) + (m-1)w)^{2} - b^{2}(z))(b(z) + (k-\frac{1}{2})w)^{2}} \right) + \frac{P_{i}(z) \cdot (b(z) + (m-1)w)}{w}$$

$$+ \frac{P_{i}(CDT)(z) \cdot b^{2}(z)}{c^{2}(z) - b^{2}(z)} \left(1 + \frac{c^{2}(z)}{(b(z) + (k-\frac{1}{2})w)^{2}} \right) + \frac{P_{k}(z) \cdot (b(z) + (k-1)w)}{w}$$

$$(5.54)$$

unde $1 \le k \le n$. De exemplu, pentru al n-lea strat tensiunile axiale. radiale și tangențiale în mijlocul stratului sunt:

$$\sigma_{L}(z) = \sigma_{Lun}(z) + \sigma_{Ld(CDT)}(z)$$
(5.55)

$$\sigma_{r}(z) = \frac{P_{(CDT)}(z) \cdot b^{2}(z)}{c^{2}(z) - b^{2}(z)} \left(1 - \frac{c^{2}(z)}{\left(b(z) + \left(n - \frac{1}{2}\right)w\right)^{2}} \right)$$
(5.56)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{P_n(z)(b(z) + (n-1)w)}{w} + \frac{P_{(CDT)}(z) \cdot b^2(z)}{c^2(z) - b^2(z)} \left(1 + \frac{c^2(z)}{\left(b(z) + \left(n - \frac{1}{2}\right)w\right)^2}\right)$$
(5.57)

Valorile tensiunii $\sigma_{Lwn}(z)$ (m = 1...n) pot fi obținute din ecuațiile (5.46 și (5.21), iar $\sigma_{Ldm}(z)$ (m = 2....n) pot fi obținute din ecuațiile (5.20), în timp ce $\sigma_{Ld(CDT)}(z)$ pot fi determinate din (5.38). Presiunile $P_m(z)$ (m = 2...n), $P_{im}(z)$ (m = 1...n) și $P_{(CDT)}(z)$ pot fi evaluate folosind ecuațiile (5.14b), (5.34c) și (5.48b).

5.2.2 Caracterizarea tensiunilor reziduale în straturile componentelor cilindrice realizate prin pulverizare termică

Pentru dezvoltarea unui model analitic de calcul al tensiunilor reziduale ce apar în componentelor cilindrice realizate prin pulverizare termică, ipotezele simplificatoare sunt aceleași ca și în cazul componentelor conice:

- componentele sunt axial simetrice;
- straturile sunt realizate prin depuneri succesive;
- solicitări termice identice (aceleași regimuri tehnologice);
- apariția tensiunilor reziduale are loc după aceleași mecanisme: tensiuni apărute la depunere și tensiuni datorate diferențelor de contracție termică.

Având în vedere ipotezele simplificatoare, modelul analitic se bazează pe ecuațiile Lamé și Hooke generalizată (aceleași ca și în cazul componentelor cilindrice).

În aceste condiții relațiile de calcul sunt identice cu cele determinate pentru componente conice, cu mențiunea că în cazul componentelor cilindrice nu există variație a razei componentei de-a lungul axei Z (pe lungimea componentei). Prin urmare relațiile nu vor mai fi dependente de variabila z, cazul componentelor cilindrice putând fi considerat un caz particular al modelului determinat pentru componente conice.

În figura 5.9 este prezentată schematic componenta cilindrică analizată.



Figura 5.9. Prezentarea schematică a componentei cilindrice

Urmând pașii prezentați la elaborarea modelului pentru componente conice, relațiile pentru determinarea tensiunilor reziduale din straturile cu substrat cilindric vor avea forma:

- Pentru substrat, starea de tensiuni este dată de:

$$\sigma_L = \sum_{m=1}^n \sigma_{Lsm} + \sigma_{Ls(CDT)}$$
(5.58)

$$\sigma_r = \frac{b^2}{b^2 - a^2} \left(1 - \frac{a^2}{r^2} \right) \left(-\sum_{m=1}^n P_{im} - P_{(CDT)} \right)$$
(5.59)

$$\sigma_{\theta} = \frac{b^2}{b^2 - a^2} \left(1 + \frac{a^2}{r^2} \right) \left(-\sum_{m=1}^n P_{im} - P_{(CDT)} \right)$$
(5.60)

unde $a \le r \le b$.

- Pentru depunere, tensiunile longitudinale, radiale și tangențiale într-un punct la mijlocul stratului k sunt:

$$\sigma_L = \sigma_{Lwk} + \sum_{m=k+1}^n \sigma_{Ldm} + \sigma_{Ld(CDT)}$$
(5.61)

$$\sigma_{r} = \sum_{m=k+1}^{n} \left(\frac{P_{im}b^{2} - P_{m} \cdot (b + (m-1)w)^{2}}{(b + (m-1)w)^{2} - b^{2}} - \frac{(P_{im} - P_{m}) \cdot b^{2} \cdot (b + (m-1)w)^{2}}{((b + (m-1)w)^{2} - b^{2})(b + (k - \frac{1}{2})w)^{2}} \right)$$

$$+ \frac{P_{(CDT)} \cdot b^{2}}{c^{2} - b^{2}} \left(1 - \frac{c^{2}}{(b + (k - \frac{1}{2})w)^{2}} \right)$$
(5.62)

$$\sigma_{\theta} = \sum_{m=k+1}^{n} \left(\frac{P_{im} \cdot b^{2} - P_{m} (b + (m-1)w)^{2}}{(b + (m-1)w)^{2} - b^{2}} + \frac{(P_{im} - P_{m}) \cdot b^{2} \cdot (b + (m-1)w)^{2}}{((b + (m-1)w)^{2} - b^{2})(b + (k - \frac{1}{2})w)^{2}} \right)$$

$$+ \frac{P_{(CDT)} \cdot b^{2}}{c^{2} - b^{2}} \left(1 + \frac{c^{2}}{(b + (k - \frac{1}{2})w)^{2}} + \frac{P_{k} \cdot (b + (k - 1)w)}{w} \right)$$
(5.63)

unde $1 \le k \le n$

Termenii care apar în relațiile 5.58 – 5.63 au aceeași semnificație ca și în paragraful anterior, în modelul analitic prezentat pentru componente conice.

5.2.3 Folosirea modelului pentru calcularea tensiunilor

Pentru a folosi modelul prezentat este necesar să cunoaștem modulul lui Young pentru substrat și pentru depunere, coeficienții Poisson, coeficienții de dilatare termică și variațiile lor cu temperatura, media temperaturii în timpul depunerii, caracteristicile mecanice ala stratului și substratului și dimensiunea probei. Tensiunea totală ce apare în timpul depunerii este suma tensiunilor ce apar la depunerea fiecărui strat. Ele pot fi calculate folosind ecuațiile 5.5 - 5.8, 5.10, 5.19 - 5.23, 5.25, 5.26 și 5.29 din parametrii $F_m(z)$ (m = 1...n) $P_m(z)$ (m = 2..n), $P_{im}(z)$ (m = 1...n) obținuți folosind ecuațiile 5.14a și 5.14b și ecuațiile 5.34a, 5.34b și 5.34c unde n este numărul total de straturi.

Tensiunile datorate diferențelor dintre contracțiile termice pot fi determinate din ecuațiile 5.37 - 5.40 și 5.42, 5.43. Determinarea separată a celor două tipuri de tensiuni permite evaluarea ponderii acestora asupra tensiunii totale din straturile depuse.

Utilizând modelul analitic prezentat s-au determinat valorile tensiunilor din straturile depuse în cadrul programului experimental, atât pentru componente conice, cât și pentru componente cilindrice realizate din oxid de zirconiu parțial stabilizat cu $8\% Y_2O_3$ (ZPS). Depunerea s-a efectuat pe substraturi (piese suport) din aluminiu iar îndepărtarea piesei suport s-a realizat prin răcire rapidă.

Principalele proprietăți fizice și mecanice ale stratului depus (ZPS), cât și ale substratului conic respectiv cilindric (Aluminiu), sunt prezentate în tabelul 5.1. [93, 109, 110, 111]

Proprietăți fizice	$ZrO_2 + 8\% Y_2O_3$	Al
Coeficientul de dilatare	7,9 la 283 K	22,8
termică [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	8,6 la 483 K	24,1
	9,5 la 683 K	26,2
Modulul lui Young [GPa]	48	68,2
Coeficientul lui Poisson	0,25	0,33
Limita elastică [MPa]	50	159
Rezistența la compresiune [MPa]	2	76

Tabelul 5.1. Proprietăți fizice ale materialelor utilizate

În figurile 5.10 și 5.11 sunt prezentate componentele conice, respectiv cilindrice analizate, iar în tabelele 5.2 și 5.3 sunt prezentate caracteristicile geometrice, precum și datele tehnice privitoare la procesul de pulverizare termică în jet de plasmă pentru componente conice, respectiv componente cilindrice necesare aplicării modelului.



Figura 5.10. Piesă conică din oxid de zirconiu parțial stabilizat realizată prin metoda generării formei prin pulverizare în jet de plasmă



Figura 5.11. Piesă cilindrică din oxid de zirconiu parțial stabilizat realizată prin metoda generării formei prin pulverizare în jet de plasmă

	-
Diametrul exterior al bazei mici a substratului [mm]	25
Diametrul exterior al bazei mari a substratului [mm]	40
Lungimea substratului [mm]	50
Grosimea peretelui substratului [mm]	6
Grosimea stratului depus [mm]	1,2
Numărul de treceri (depuneri)	12
Temperatura de pulverizare [K]	900

Tabelul 5.2. Caracteristici geometrice și date tehnice la realizarea componentelor conice

6 1	
Diametrul exterior al substratului [mm]	32
Lungimea substratului [mm]	60
Grosimea peretelui substratului [mm]	6
Grosimea stratului depus [mm]	1,2
Numărul de treceri (depuneri)	12
Temperatura de pulverizare [K]	900

Tabelul 5.3. Caracteristici geometrice și date tehnice la realizarea componentelor cilindrice

În figura 5.12 se prezintă valorile calculate ale tensiunii reziduale în stratul componentei conice din ZPS. Calculele s-au efectuat utilizând un diametru mediu al conului de $\phi_{med} = 33$ mm.

Alegerea diametrelor de calcul de valori sensibil egale pentru cele două tipuri de componente (cilindrice și conice) s-a efectuat în scopul relevării influenței formei substratului asupra nivelului de tensiuni reziduale din stratul depus, în cazul depunerii în condiții identice a stratului.



Figura 5.12. Valorile calculate ale tensiunii reziduale din stratul componentei conice din ZPS, $\phi_{med} = 33$ mm

În figura 5.13 se prezintă valorile calculate ale tensiunii reziduale din stratul componentei cilindrice din ZPS.



Figura 5.13. Valorile calculate ale tensiunii reziduale din stratul componentei cilindrice din ZPS

După cum se poate constata, valorile tensiunilor reziduale din straturile depuse sunt relativ scăzute. Aceasta se poate datora proprietăților materialelor substratului. respectiv ale stratului depus. Datorită coeficientului de conductivitate termică ridicată a aluminiului, căldura transferată de picăturile topite pe suprafața substratului este repede disipată în volumul substratului, iar în continuare în atmosferă. Pe de altă parte, datorită coeficientului de conductivitate termică redusă a stratului depus. transferul termic dinspre straturile depuse înspre substrat se realizează din ce în ce mai lent, pe măsură ce grosimea stratului depus crește. În consecință supraîncălzirea substratului nu se realizează brusc, ceea ce face ca dilatarea acestuia să fie mai lentă. deci și nivelul tensiunilor reziduale datorate coeficienților de dilatare diferiți ($\sigma_{Ls(CDT)}$, $\sigma_{\theta s(CDT)}(z)$, $\sigma_{rs(CDT)}$) din stratul depus să fie mai redus.

Proprietățile fizice ale oxidului de zirconiu parțial stabilizat pot fi și cauza nivelului redus al tensiunilor reziduale ce apar la depunere. Așa cum s-a arătat. datorită coeficientului de conductivitate termică redus al stratului depus, după depunerea câtorva straturi (după câteva treceri) disiparea căldurii picăturii topite în stratul depus, iar apoi în substrat se realizează mai lent. De asemenea, în atmosferă. într-un interval foarte scurt de timp după depunere, disiparea căldurii se realizează anevoios datorită jetului fierbinte de gaz plasmagen care mai este în că în zona picăturii depuse. În aceste condiții răcirea picăturii topite se face cu o viteză mai redusă, ceea ce permite relaxarea tensiunilor ce apar la depunere datorită răcirii bruște a picăturii topite.

Toate aceste fenomene au ca și consecință un nivel redus al tensiunilor reziduale din straturile de ZPS depuse pe substraturi axial - simetrice din aluminiu.

După cum se poate observa, cele mai mici valori ale tensiunilor reziduale le au tensiunile radiale. Acest lucru poate fi considerat normal ținând cont de anizotropia stratului depus, precum și de forma unei picături depuse (aplatizate), dimensiunea acesteia după direcția radială fiind neglijabilă în comparație cu dimensiunile după direcțiile longitudinale sau tangențiale. De altfel în marea majoritate a lucrărilor din literatura de specialitate aceste tensiuni sunt neglijate la calculul tensiunilor reziduale din straturile depuse prin pulverizare termică.

Valorile negative ale tensiunilor longitudinale și tangențiale relevă existența unor tensiuni de contracție după cele două direcții. Tensiunile negative se datorează coeficientului de dilatare termică mai mare al substratului de aluminiu, astfel acesta "trage" stratul ceramic depus atât în timpul depunerii (încălzirii), cât și în timpul răcirii după terminarea procesului de pulverizare. La răcire, datorită contractării mai pregnante a substratului, tensiunile din stratul depus după direcții longitudinale și tangențiale au valori negative.

Se poate, de asemenea, constata o stare a tensiunilor reziduale asemănătoare în straturile componentelor cilindrice, respectiv conice. Nivelul tensiunilor tangențiale și longitudinale, mai ridicat în componentele conice, se datorează constructiv volumului de material al substratului mai mare decât al substratului cilindric, ceea ce influențează procesul de dilatare în timpul depunerii.

5.3 Determinarea tensiunilor reziduale din componentele realizate prin metoda generării prin pulverizare utilizând metoda elementului finit

Scopul cercetărilor a fost acela de a dezvolta variante noi de calcul pentru determinarea, respectiv predicția tensiunilor reziduale ce apar în straturile ceramice ale componentelor realizate prin metoda generării prin pulverizare. De asemenea, utilizând metode diferite de calcul al tensiunilor reziduale, atât experimentale cât și analitice, se pot face studii comparative în scopul validării rezultatelor obținute prin una dintre metode. Aceste studii sunt necesare datorită problemelor tipice care apar în cazul determinării tensiunilor reziduale din straturile ceramice date de morfologia specifică acestora (goluri, incluziuni, microfisuri), care de cele mai multe ori nu pot fi luate în considerare în cazul modelelor analitice.

Trebuie menționat că modelul de calcul cu element finit utilizat s-a dezvoltat pe componente identice din punctul de vedere al modului de pulverizare, compoziție chimică, formă și dimensiuni, mod de îndepărtare a suportului, cu cele utilizate la dezvoltarea modelului analitic prezentat anterior.

5.3.1 Determinarea tensiunilor reziduale din componentele conice

5.3.1.1 Condiții inițiale

Modelul de calcul cu element finit ia în calcul tensiunile ce apar datorită diferențelor de contracție termică dintre substrat și strat în timpul procesului de răcire. Aceste tensiuni reziduale sunt produse prin așa numita *răcire secundară* (descrisă în acest capitol), fiind preponderente în totalul tensiunilor reziduale din stratul depus.

Dimensiunile și forma componentelor conice utilizate la modelarea cu elemente finite sunt identice cu cele utilizate la modelarea analitică anterioară, fiind prezentate în tabelul 5.2, respectiv figura 5.10.

Caracteristicile fizice de material, suplimentar față de cele prezentate în tabelul 5.1, sunt prezentate în tabelul 5.4.

Proprietăți fizice	Aluminiu	$ZrO_2 + 8\% Y_2O_3$
Densitatea [kg m ⁻³]	2713	5700
Conductivitatea termică [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	221	1,8
Capacitatea calorică [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	100,5	450

Tabelul 5.4. Proprietățile suportului metalic și ale materialului ceramic:

După cum se poate observa, există o diferență mare între coeficienții de dilatare termică ai celor două materiale, ceea ce conduce la tensiuni reziduale în timpul răcirii sistemului strat-substrat. Diferența între proprietățile elastice ale acestor materiale este o altă sursă a tensiunilor reziduale

Pentru aplicarea modelului calculului cu elemente finite în scopul determinării tensiunilor reziduale, s-au acceptat următoarele ipotezele simplificatoare:

- materiale omogene;
- materiale izotrope;
- componentele sunt axial simetrice.

5.3.1.2 Modelarea procesului

Stratul ceramic de oxid de zirconiu are o grosime de 1,0 mm. Straturile sunt depuse prin pulverizare termică în jet de plasmă, prin combinarea a două mişcări: rotirea suportului și înaintarea axială a generatorului de plasmă (Figura 5.14) [112]. Straturile individuale de grosime 0,1 mm sunt depuse în 10 treceri. Fiecare strat individual este complet depus la intervale succesive de câte 7 secunde (5 secunde timpul de depunere al unui strat + 2 secunde timpul de întoarcere al pistolului de pulverizare).



Figura 5.14. Schema procesului de pulverizare

La determinarea tensiunilor reziduale în straturile ceramice depuse, fiecare strat va fi considerat separat.

Primul strat este depus pe substratul rece în timp ce următorul strat este depus peste stratul anterior încălzit.

Câmpul de temperaturi este calculat după depunerea fiecărui strat, după care este calculată distribuția tensiunilor reziduale.

5.3.1.2 Discretizarea rețelei de noduri

Gradienții de tensiune reziduală se presupun a avea valori maxime pe suprafața stratului depus, respectiv pe suprafața suportului (la interfață). Din această cauză, în această zonă s-a lucrat cu rețeaua cea mai fină.

Distribuția rețelei de noduri utilizate pentru analiză este prezentată în figura 5.15.

5.3.1.3 Calcularea câmpului termic

Pentru calcularea câmpului termic valorile parametrilor tehnologici utilizați sunt prezentați în continuare:

- puterea în arcul de plasmă: 31,5 kW (I = 450 A, U = 70 V);
- eficiența transferului de căldură a fost apreciată la 25% ($\eta = 0.25$), pentru distanța de pulverizare de 90 mm [81];
- temperatura picăturii de oxid de zirconiu pe substrat este apreciată la 900 K;
- viteza de rotație a suportului 2 rot/s;

 viteza axială a generatorului de plasmă este de 10 mm/s, ceea ce însemnă că fiecare strat este depus în 5 secunde.



Figura 5.15. Distribuția rețelei de noduri

Pentru a calcula tensiunile reziduale, este necesar a se determina câmpul termic după depunerea ultimului strat. Procesul de calcul este iterativ, deoarece valorile obținute pentru câmpul termic după depunerea unui strat sunt utilizate ca date inițiale pentru calcularea câmpului termic ce apare la depunerea stratului următor, mecanismul de calcul repetându-se pentru straturile următoare, până la ultimul strat.

În figura 5.16 este reprezentat schematic modul de calcul al câmpului termic după depunerea fiecărui strat.



Figura 5.16. Calcul iterativ, strat cu strat

În figura 5.17 este reprezentată distribuția câmpului termic după depunerea primului strat. Așa cum s-a arătat anterior, aceste rezultate parțiale sunt folosite ca date de

intrare pentru analiza și calculele aferente pentru stratul următor, mecanismul repetându-se până la ultimul strat.

Figura 5.18 prezintă distribuția radială a temperaturii în suportul de aluminiu și componenta ceramică pentru diferite straturi după depunerea acestora, respectiv timpii suplimentari (intervalul de timp de le finalizarea unui strat și începerea stratului următor). După cum se poate vedea, fluxul de căldură trebuie atent controlat în timpul depunerii cu plasmă, deoarece temperatura de topire a suportului (în jur de 940 K pentru aliajul de aluminiu folosit ca suport) poate fi ușor de atins.



Figura 5.17. Distribuția temperaturii după primul strat



Figura 5.18. Distribuția radială a temperaturii după depunerea mai multor straturi

Proprietățile de izolator termic ale oxidului de zirconiu joacă un rol important împotriva supraîncălzirii substratului pe parcursul pulverizării termice. În timpul depunerii succesive a straturilor, fiecare strat ceramic protejează substratul împotriva supraîncălzirii, datorită conductivității termice scăzute a oxidului de zirconiu comparativ cu cea a aluminiului (în jur de 100 de ori mai mică - tabelul 5.4). Aceasta se poate observa în figura 5.19, unde curbele au diferite profiluri în stratul ceramic comparativ cu substratul metalic.



Figura 5.20. Distribuția tensiunilor reziduale

În figura 5.20 este prezentată distribuția tensiunilor reziduale (axiale și tangențiale) din stratul ceramic depus, iar în tabelul 5.5 valoarea medie a tensiunilor reziduale din stratul depus.

Tabelul 5.5. Valoarea medie a tensiunilor reziduale din stratul depus

Tensiuni longitudinale (axiale) [Mpa]	-1,5
Tensiuni tangențiale [Mpa]	2,5

După cum se poate vedea, tensiunile reziduale (acestea fiind calculate în ipoteza unei comportări liniare a materialului ceramic în timpul depunerii) au valori, într-o porțiune a secțiunii, mai ridicate decât rezistența la rupere a ZPS depus prin pulverizare termică cu plasmă (6 - 80 MPa).

Din experiența practică este însă cunoscut faptul că în primele straturi depuse în majoritatea cazurilor se dezvoltă o rețea fină de fisuri, datorită dilatării mai accentuate a substratului. Densitatea de fisuri precum și adâncimea acestora în strat depind de proprietățile fizice ale cuplului de materiale strat-substrat. Aceste fisuri nu au efecte negative asuprea funcționalității stratului depus deoarece, odată cu depunerea straturilor următoare, picăturile topite de material vor umple aceste fisuri, făcând ca în final piesa să fie compactă. Pe de altă parte, dacă se cunosc cuplurile de materiale strat-substrat, se pot calcula grosimile critice de strat, pentru ca stratul să prezinte caracteristicile fizice și mecanice în concordanță cu cerințele funcționale.

Comparând rezultatele obținute prin modelul analitic de calcul cu cele obținute utilizând metoda cu elemente finite se poate constata că există o corelație foarte bună între valorile obținute prin cele două metode, diferențele fiind de ordinul a 2 - 3 MPa. Pe de o parte, diferența poate fi explicată prin neluarea în calcul la metoda cu elemente finite a tensiunilor ce apar la depunere, acestea în general fiind tensiuni reziduale de întindere (de valori reduse). Pe de altă parte, dat fiind volumul mare de calcul necesar determinării tensiunilor reziduale, ambele metode prezintă o anumită marjă de eroare care nu poate fi eliminată.

5.3.2 Determinarea tensiunilor reziduale din componentele cilindrice

Modelul de calcul cu elemente finite, în cazul componentelor cilindrice, s-a dezvoltat pentru un cuplu de materiale: oțel de scule – substrat, respectiv oxid de zirconiu parțial stabilizat (ZPS) pentru strat. Alegerea s-a făcut în scopul cunoașterii efectelor utilizării oțelului ca substrat asupra stării de tensiuni din componentele cilindrice din ZPS, întrucât în cadrul programului experimental s-au utilizat mai multe tipuri de materiale pentru substrat (piesa suport), iar starea de tensiuni din acestea influențează semnificativ calitatea componentelor ceramice realizate.

În continuare se prezintă etapele modelului de calcul, acestea fiind în mare similare cu cele prezentate în paragraful 5.3.1. De aceea, prezentarea se va face mai sintetic.

5.3.2.1 Condiții inițiale

Modelul de calcul cu element finit ia în considerare doar tensiunile care apar în etapa răcirii secundare.

Dimensiunile și forma componentelor cilindrice utilizate la modelarea cu elemente finite sunt identice cu cele utilizate la modelarea analitică anterioară, fiind prezentate în tabelul 5.3, respectiv figura 5.11. Modul de realizare a componentelor (pulverizare și îndepărtarea suportului) este, de asemenea, similar cu cel utilizat la realizarea componentelor cilindrice utilizate la modelul analitic anterior cu excepția materialului suportului. Caracteristicile fizice de material necesare (ca date inițiale) pentru formularea modelului sunt prezentate în tabelul 5.6 pentru substrat (suport) respectiv în tabelele 5.1 și 5.4 pentru strat.

Proprietăți fizice	Oțel de scule
Densitate [kg m ⁻³]	7920
Conductivitatea termică [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	13,2
Capacitatea calorică [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	415
Modulul lui Young [10 ⁹ Pa]	210
Coeficientul lui Poisson	0,31
Coeficientul de dilatare termică [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	9,8

Tabelul 5.6. Proprietățile substratului metalic

Ca și în cazul anterior, se poate observa o diferență între coeficienții de dilatare termică, precum și între proprietățile elastice ale celor două materiale. ceea ce conduce la tensiuni reziduale în timpul răcirii sistemului strat-substrat.

Pentru aplicarea modelului calculului cu elemente finite în scopul determinării tensiunilor reziduale, s-au acceptat următoarele ipotezele simplificatoare: materialele sunt omogene și izotrope iar componentele sunt de formă axial simetrică.

5.3.2.2 Modelarea procesului

Stratul ceramic de oxid de zirconiu are o grosime de aproape 1,2 mm. Straturile sunt depuse prin pulverizare termică în jet de plasmă, prin combinarea a două mişcări: rotirea suportului și înaintarea axială a generatorului de plasmă. Extragerea piesei de pe suport se efectuează prin răcirea suportului.

Grosimea fiecărui strat este de 0,1 mm, întregul strat fiind depus în 12 treceri. Fiecare strat individual începe să fie depus după 2 secunde (aproximativ) după terminarea celui precedent.

Determinarea tensiunilor reziduale în straturile depuse se face separat pentru fiecare strat individual. Câmpul de temperaturi este calculat de asemenea după depunerea fiecărui strat, după care este calculată distribuția tensiunilor reziduale.

Se consideră că temperatura de pulverizare (temperatura la interfața strat-substrat) este de 1400 K.

5.3.2.3 Discretizarea rețelei de noduri

Distribuția rețelei de noduri utilizate pentru analiză este prezentată în figura 5.20.
5.3.2.4 Calcularea câmpului termic

Pentru calcularea câmpului termic, valorile parametrilor tehnologici utilizați sunt prezentați în continuare:

- puterea în arcul de plasmă: 35 kW (I = 500 A, U = 70 V);
- eficiența transferului de căldură a fost apreciată la 25% ($\eta = 0.25$), pentru distanța de pulverizare de 90 mm;
- temperatura picăturii de oxid de zirconiu pe substrat era apreciată la 1400 K:
- viteza de rotație a suportului 2 rot/s;
- viteza axială a generatorului de plasmă este de aproape 10 mm/s. ceea ce însemnă că fiecare strat este depus în 6 secunde



Figura 5.20. Distribuția rețelei de noduri

Figura 5.21 prezintă variația temperaturii în timpul pulverizării cu plasmă a celor 12 straturi, iar figura 5.22 prezintă câmpul termic după depunerea fiecărui strat individual.



Figura 5.21. Evoluția temperaturii în timpul pulverizării



Figura 5.22. Distribuția radială a temperaturii după depunerea fiecărui strat

Figura 5.23 prezintă distribuția temperaturii la diferite momente de timp, pe durata depunerii celor 12 straturi.



Figura 5.23. Distribuția radială a temperaturii pe parcursul depunerii celor 12 straturi

5.3.2.5 Determinarea tensiunilor reziduale

Modul particular de propagare a câmpului termic ce se dezvoltă în timpul pulverizării termice duce la apariția tensiunilor reziduale, atât în substrat cât și în stratul depus.

În figura 5.24 se prezintă distribuția tensiunilor reziduale Von Misses, după finalizarea procesului de depunere a stratului ceramic.



Figura 5.24. Tensiunile reziduale Von Misses, după depunerea celor 12 straturi (Pa)

În figura 5.25 este prezentată distribuția tensiunilor reziduale (axiale și tangențiale) din stratul ceramic depus, iar în tabelul 5.7 valoarea medie a tensiunilor reziduale din stratul depus.



Figura 5.25 Distribuția tensiunilor reziduale

Tabelul 5.7. Valoarea medie a tensiunilor reziduale din stratul depus

Tensiuni longitudinale (axiale) [MPa]	-3,9
Tensiuni tangențiale [MPa]	4,6

După cum se poate observa, nici în cazul componentelor cilindrice tensiunile reziduale nu sunt mari, valorile medii fiind în afara limitelor de rupere a straturilor de ZPS depuse prin pulverizare termică în jet de plasmă (6 – 80 MPa). Apare totuși o zonă pe grafic unde valorile tensiunilor tangențiale sunt peste cele ale rezistenței la rupere.

Se poate constata, de asemenea, o evoluție mai lentă a valorilor tensiunilor reziduale, o dată cu creșterea grosimi de strat. Aceasta se datorează coeficientului de dilatare termică mai redus al oțelului, dilatarea mai lentă în timp nesolicitând puternic la întindere stratul depus.

Odată cu creșterea grosimii de strat, capacitatea de izolator termic a oxidului de zirconiu face ca preponderent căldura picăturilor topite să fie degajată în aer și nu înspre substratul metalic.

Valorile mai ridicate ale tensiunilor reziduale se datorează grosimii de strat mai mare, fiind cunoscut faptul că în cazul straturilor realizate prin pulverizare termică starea de tensiuni reziduale este proporțională cu grosimea.

Comparând rezultatele obținute utilizând modelul analitic de calcul ce cele obținute prin metoda cu elemente finite se poate constata că există o corelație foarte bună între valorile obținute cu cele două metode, diferențele fiind de ordinul unităților de MPa. Cauzele diferențelor existente sunt aceleași ca și în cazul componentelor conice pe substrat de aluminiu și au fost enumerate anterior.

Rezultatele relativ apropiate la care s-au ajuns prin cele două metode permit ca în aplicații viitoare similare, în funcție de condițiile de lucru date, să poate fi utilizată una dintre acestea. Este indicat totuși ca rezultatele obținute pe cale teoretică să fie verificate cu cele obținute pe cale experimentală (prin difracție cu neutroni sau Raze X. rezultate ce pentru cazul de față vor fi prezentate în capitolul următor).

De asemenea, rezultatele asemănătoare obținute prin cele două metode dovedesc faptul că modelul analitic dezvoltat de autor este funcțional și poate fi utilizat și în aplicații pentru componente axial simetrice.

Capitolul 6. CERCETĂRI EXPERIMENTALE

Cercetările experimentale au avut ca scop dezvoltarea unor procedee noi de fabricație. în scopul oferirii unor alternative moderne de fabricație la procedeele "clasice" existente în acest moment în practica uzuală.

S-a urmărit în principal elaborarea unor tehnologii de lucru pentru cele două familii de procedee de generare a formei prin pulverizare:

- eliminarea piesei suport prin distrugere (prin topire sau prin dizolvare chimică), respectiv
- eliminarea piesei suport fără distrugere (prin contractare sau prin demontare).

Pentru cercetările preliminare s-a utilizat o gamă largă de materiale de adaos, atât din familia materialelor metalice, cât și din cea a materialelor ceramice.

În etapa următoare cercetările s-au concentrat asupra tehnicilor de realizare prin generarea formei prin pulverizare utilizând materiale ceramice de tip oxid de zirconiu parțial stabilizat. S-a urmărit, pe lângă dezvoltarea unei tehnologii de fabricație fiabile, determinarea caracteristicilor fizice și mecanice ale componentelor (ajutajelor) realizate, precum și influența parametrilor de lucru asupra acestor caracteristici. S-a urmărit influența: curentului în arcul de plasmă, a debitului de gaz plasmagen, a distanței de pulverizare, respectiv a debitului de pulbere asupra rezistenței la rupere, durității, stării suprafeței, porozității, respectiv a rezistenței la șoc termic a componentelor realizate.

De asemenea, s-a evaluat starea de tensiuni în componentele realizate prin metoda difracției de neutroni, respectiv raze X. Valorile obținute pe cale experimentală s-au comparat cu valorile obținute pe cale teoretică prin modelul matematic dezvoltat.

6.1 Materiale utilizate

6.1.1 Pulberi material de adaos

Datorită proprietăților ridicate de rezistență la șocuri termice, precum și a disponibilității largi pentru aplicații practice în domeniul tehnicilor de generare a formei prin pulverizare în jet de plasmă, cercetările principale s-au axat pe oxidul de

zirconiu parțial stabilizat cu oxid de ytriu (ZPS), ale cărui caracteristici vor fi prezentate în continuare.

În tabelul 6.1 sunt prezentate câteva caracteristicile date de producător ale pulberii de oxid de zirconiu folosite.

Nr.	Tip pulbere	Caracteristici și aplicații tipice				
1.	Oxid de zirconiu ,	 Proprietăți excelente de izolare termică 				
	ZRO 154	- Stabilizare în timpul procesului de pulverizare termică				
		 Utilizabil până la temperaturi de 1 343 ⁰C 				

Tabelul 6.1. Date principale ale pulberii utilizate

Compoziția chimică și granulația pulberii utilizate în cadrul programului experimental sunt redate în tabelul 6.2

Tabelul 6.2. Compoziția chimică și granulația pulberii

Nr.	Tip pulbere	Compoziția chimică	Granulație	
crt.				
1.	ZRO 154	8 % Y ₂ O ₃ rest ZrO ₂	45 – 106 μm	
	Aglomerat			

Pentru evaluarea capacității de curgere pulberile au fost testate conform STAS 8651-88, fiind utilizată metoda Hall.

Încercările de testare a capacității de curgere a pulberilor s-au efectuat la temperatura camerei ($20 \, {}^{0}$ C). Rezultatele încercărilor, precum și aspectul macroscopic al pulberilor, sunt trecute în tabelul 6.3.

Tipul pulberii	Timp de curgere a 20 cm ³	Unghiul de taluz natural
	[s]	
	37	32 ⁰
$ZrO_2 + 8\%Y_2O_3$		

Tabelul 6.3. Capacitatea de curgere și unghiul de taluz

Conform metodei Hall pulberea poate fi utilizată în tehnologii de pulverizare.

Tipul pulberii	Mod de elaborare: aglomerare Scara: 200x
$ZrO_2 + 8\%Y_2O_3$	

Tabelul 6.4. Aspectul macro	scopic al pulberii de	oxid de zirconiu	1 (ZrO ₂ -	$+ 8\% Y_2O_3)$

6.1.2 Piese suport

a. Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă, varianta eliminării suportului prin distrugere

Alegerea soluțiilor constructive, atât din punct de vedere al configurațiilor, cât și din cel al dimensiunilor, s-a efectuat ținându-se cont de procesele de transfer termic din timpul pulverizării. Dimensionarea pieselor suport a urmărit ca, pe de-o parte să fie evitate fenomene de tipul topirii sau deteriorării pieselor suport pe parcursul pulverizării, iar pe de altă parte acestea să permită o înlăturare (prin topire sau dizolvare chimică) facilă și într-un timp relativ scurt.

De asemenea s-a ținut cont de dimensiunile componentelor utilizate în aplicațiile industriale (ajutaje de ardere sau dirijare a metalului topit), modelele concepute fiind apropiate ca geometrii și dimensiuni de cele reale.

Piesele suport pentru varianta generării formei prin pulverizare cu plasmă prin distrugerea suportului s-au confecționat din aluminiu datorită proprietăților fizice ale acestuia, precum:

- prelucrabilitate mecanică bună;
- temperatură de topire redusă;
- conductibilitate termică ridicată;
- activitate chimică față de solvenți neutri față de oxidul de zirconiu.

Geometria și dimensiunile pieselor suport utilizate sunt prezentate în figurile 6.1, 6.2 și 6.3.



Figura 6.1. Piesă suport cilindrică, material aluminiu, varianta dizolvare chimică



Figura 6.2. Piesă suport conică, material aluminiu, varianta dizolvare chimică



Figura 6.3. Piesă suport conică, material aluminiu, varianta topire (lungime: 50 mm, raze exterioare: $R_e = 40$ mm și $r_e = 26$ mm, raza interioară: $R_i = 14$ mm)

b. Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă, varianta eliminării suportului fără distrugere

Ca și la varianta generării formei prin pulverizare prin eliminarea suportului prin distrugere, alegerea soluțiilor constructive s-a făcut ținând cont de geometria și dimensiunile componentelor utilizate în aplicații concrete.

În cadrul programului experimental dedicat metodei de generare a formei prin pulverizare în jet de plasmă cu îndepărtarea suportului fără distrugere s-au conceput și dezvoltat două variante constructive pentru piesele suport.

În cazul primei variante, detașarea piesei suport se bazează pe diferențele dintre coeficienții de dilatare/contracție ai materialului piesei suport, respectiv ai componentei realizate. După finalizarea etapei de pulverizare termică, respectiv realizarea componentei la dimensiunea dorită, prin răcirea bruscă a piesei suport, datorită unui coeficient de contracție mai mare, piesa suport se va contracta mai mult, ceea ce duce la desprinderea componentei de pe piesa suport.

Deosebit de importantă este, la această variantă, alegerea materialului piesei suport, care se face în funcție de materialul componentei realizate, astfel încât desprinderea componentei să fie posibilă.

Pentru materialele utilizate în cadrul programului experimental s-au utilizat piese suport din alamă și oțel.

Geometria și dimensiunile pieselor suport utilizate sunt prezentate în figurile următoare.



Figura 6.4. Schița constructivă a pieselor suport cilindrice



Figura 6.5. Piese suport cilindrice din oțel, respectiv alamă



Figura 6.6. Piesă suport conică din oțel

În tabelul 6.5 sunt prezentați coeficienții de dilatare termică ai celor două materiale utilizate în cadrul programului experimental.

Tabelul 6.5. Coeficienți de dilatare termică ai materialelor pieselor suport utilizate

	Oțel carbon	Alamă
Coeficient de dilatare termică	11 4	10
[m/m/°C x 10 ⁻⁶]	11,4	19

Cea de-a doua variantă constructivă, dezvoltată pentru piesele suport utilizate la generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă prin eliminarea suportului fără distrugere, se bazează pe dezasamblarea piesei suport după realizarea componentei prin pulverizare.

În figura 6.7 este prezentată schița unui model de piesă suport utilizat la experimentări.



Figura 6.7. Model de piesă suport dezasamblabil

După realizarea grosimii de strat dorite și finalizarea piesei, lamela 2 se extrage dintre componentele semitronconice 1, care se vor desprinde cu ușurință de pe piesa realizată. O atenție deosebită trebuie acordată prelucrării mecanice a componentelor piesei suport, astfel încât să nu existe interstiții între acestea, interstiții care ar putea favoriza pătrunderea materialului pulverizat și să îngreuneze extragerea lamelei 2. Componentele 1 și 2 sunt rigidizate cu ajutorul elementelor de fixare 3.

În figura 6.8 sunt prezentate cele trei componente ale piesei suport dezasamblabile



Figura 6.8. Piesă suport dezasamblabilă din oțel

6.1.3 Gaze de lucru

Principalele gaze de lucru utilizate în cadrul programului experimental sunt:

- gaz plasmagen: $Ar + 6\%H_2$
- gaz de transport pulbere: $Ar + 6\%H_2$

6.1.4 Echipamentul de lucru

- Acoperirile din cadrul programului experimental s-au realizat cu *Instalația de pulverizare în jet de plasmă cu pulberi, tip IPP 800* concepută și realizată la ISIM.

Principalele caracteristici tehnice ale instalației sunt redate în cele ce urmează:

- tensiunea de alimentare:	3x380 V
- puterea aparentă:	100 kVA
- tensiunea de mers în gol:	130 V
- domeniul de reglare al curentului:	150800 A
- curentul maxim al sursei (DA 60%):	800 A
- caracteristica externă a sursei:	abrupt căzătoare
- debit gaz plasmagen (la p=3 bar):	50 l/min
- debit gaz transport:	5 l/min
- debit apă de răcire pistolet:	15 l/min
- presiunea apei de răcire pistolet:	min 11 bar
- volumul buncărului la dozatorul de pulbere:	2000 cm^3
⁻ domeniu de reglare al debitului de pulbere:	550 cm ³ /min

Schematic instalația de pulverizare în jet de plasmă este prezentată în figura 6.9:



Figura 6.9. Instalația de pulverizare în jet de plasmă

6.2 Program experimental de realizare a probelor prin generarea formei prin pulverizare termică

6.2.1 Realizarea probelor prin generarea formei prin pulverizare termică prin varianta eliminării suportului prin distrugere

Varianta realizării pieselor prin pulverizare cu distrugerea suportului se utilizează. în general, în cazul pulverizării pulberilor ceramice sau refractare. Aceasta, pe de-o parte, datorită rezistenței chimice la menținerea într-un mediu corosiv în care materialele metalice se dizolvă relativ ușor (în cazul eliminării piesei suport prin dizolvare chimică), iar pe de altă parte datorită temperaturii de topire ridicate a materialelor ceramice, ceea ce permite eliminarea prin topire a piesei suport fără ca piesa realizată să fie afectată.

Modul de lucru este descris în continuare. Suprafața piesei suport din aluminiu este pregătită pentru pulverizarea termică. Pregătirea constă în degresarea și asperizarea prin sablare a suprafeței la o rugozitate de $10 - 15 \mu m$, după care piesa suport este montată într-un dispozitiv de prindere și rotire. Turația piesei suport necesară procesului de pulverizare este de aproximativ 100 - 150 rot/min. În continuare se trece la depunerea pe piesa suport a unui strat ceramic prin pulverizare termică în jet de plasmă. După atingerea grosimii corespunzătoare a stratului -

grosime evaluată prin numărul de treceri raportată la debitul de pulberi - ansamblul suport-strat pulverizat se răcește în aer la temperatura mediului ambiant. Etapa următoare este cea a detașării piesei ceramice de pe piesa suport. Detașarea se efectuează prin dizolvare chimică, respectiv topire.

a. Prin dizolvare chimică: Ansamblul piesă suport - strat ceramic se introduce într-o soluție de 30% NaOH. Menținerea în această soluție se face timp de 64 ore, timp în care suportul de aluminiu se dizolvă complet. Piesele ceramice rezultate se spală cu apă în vederea îndepărtării produșilor de reacție rămași pe suprafața acestora.

În figura 6.10 este prezentată o piesă cilindrică realizată prin metoda dizolvării chimice a suportului. Dimensiunile piesei realizate sunt: lungime 60 mm, diametru 32 mm (conform figurii 6.1), grosimea peretelui 1,2 mm.

Avantaje:

- metoda este uşor de aplicat sub aspectul tehnologiei de pulverizare, nefiind necesare precauții speciale în ceea ce priveşte obținerea unei valori date a aderenței stratului depus pe piesa suport;
- nu este necesară pregătirea atentă a suprafeței piesei suport sau preîncălzirea ca și în cazul altor metode de îndepărtare a piesei suport;
- nu se impune alegerea materialului piesei suport în funcție de materialul de adaos utilizat.

Dezavantaje:

- principala deficiență a metodei este timpul mai lung al etapei de eliminare a piesei suport, datorat dizolvării aluminiului;
- pierderi de material datorate dizolvării chimice a piesei suport.



Figura 6.10. Piesă cilindrică din oxid de zirconiu, realizată prin metoda dizolvării chimice a piesei suport

b. Prin topire: Ansamblul piesă suport - strat ceramic se introduce într-un cuptor cu mediul aer. Încălzirea se efectuează lent, până la temperatura de 1 050 K, temperatură suficientă pentru topirea piesei suport din aluminiu. Timpul de menținere la această temperatură este de 50 – 60 min. după care piesa se scoate din cuptor şi se răceşte în aer. În cadrul experimentărilor s-a constat că piesa suport din aluminiu s-a topit aproape în totalitate, excepție făcând un film subțire de oxid de aluminiu, care nu a putut fi îndepărtat de pe suprafața interioară a piesei ceramice. Acest film de oxid de aluminiu se poate îndepărta apoi prin dizolvare chimică sau dacă nu deranjează în funcționare poate să rămână pe suprafața interioară a piesei.

În figura 6.11 este prezentată o piesă conică din oxid de zirconiu, realizată prin metoda topirii suportului. Dimensiunile piesei realizate sunt: lungime 50 mm, diametru mare 40 mm, diametru mic 26 mm (conform figurii 6.2), grosimea peretelui 1,2 mm.



Figura 6.11. Piesă conică din oxid de zirconiu realizată prin metoda topirii suportului

Avantaje:

- tehnologie de pulverizare nepretențioasă;
- nu este necesară pregătirea atentă a suprafeței piesei suport;
- nu este necesară preîncălzirea piesei suport;
- nu se impune alegerea materialului piesei suport în funcție de materialul de adaos utilizat.

Dezavantaje:

- eliminarea dificilă a stratului de oxizi metalici de pe suprafața interioară a piesei realizate, ceea ce poate compromite funcționalitatea acesteia
- pierderi de material datorate topirii piesei suport.

In Anexa 2 sunt prezentate componente radial - simetrice realizate prin metoda generării formei prin pulverizare prin eliminarea prin distrugere a piesei suport, utilizând materiale ceramice oxidice sau refractare.

6.2.1 Realizarea probelor prin generarea formei prin pulverizare termică prin varianta eliminării suportului fără distrugere

Varianta realizării componentelor radial - simetrice prin pulverizare fără distrugerea suportului poate fi aplicată atât fabricației pieselor metalice, cât și a celor ceramice.

Modul de lucru este prezentat în continuare. Piesa suport se montează într-un dispozitiv de prindere și rotire. Se pregătește suprafața piesei suport pentru pulverizare. Pregătirea se face prin șlefuire cu hârtie abrazivă la o rugozitate de $10 - 15 \mu m$. Asperizarea se face cu hârtie abrazivă pentru ca aderența stratului depus să fie minimă (la limită), cunoscut fiind faptul că asperizarea prin sablare asigură stratului depus o aderență mai bună. După etapa de pregătire a suprafeței stratului se reglează turația piesei suport necesară procesului de pulverizare (150 - 200 rot/min).

În continuare, suportul se preîncălzește cu flacără oxiacetilenică la o temperatură de aproximativ 450 °C, în scopul dilatării sale. Imediat după preîncălzire se trece la pulverizarea propriu-zisă cu pulberea din care dorește realizarea piesei.

Detașarea piesei suport se face după cum urmează:

a. Prin dezasamblarea piesei suport: După încheierea procesului de pulverizare (realizarea grosimii de strat prestabilite a piesei), ansamblul piesă - piesă suport se răcește cu aer comprimat până la temperatura mediului ambiant. Etapa următoare este cea a demontării suportului, prin extragerea lamelei 2 (figura 6.7), ceea ce face ca cele două componente ale piesei suport să poată fi detașate cu ușurință de pe suprafața interioară a piesei realizate.

În figura 6.12 este prezentată o piesă conică realizată din oxid de zirconiu prin metoda dezasamblării suportului. Dimensiunile piesei realizate sunt: lungime 60 mm. diametru mare 50 mm, diametru mic 40 mm (conform figurii 6.7), grosimea peretelui 1,2 mm.



Figura 6.12. Piesă conică realizată din oxid de zirconiu prin metoda dezasamblării suportului

Avantaje:

- nu se impune o pregătire specială a suprafeței piesei suport:
- tehnologia de pulverizare este nepretențioasă;
- nu se impune alegerea materialului piesei suport în funcție de materialul de adaos utilizat;
- Timp de fabricație este scurt.

Dezavantaje:

- componentele piesei suport trebuie prelucrate cu precizie ridicată, pentru a evita prelucrarea ulterioară a suprafeței interioare a piesei realizate;
- pot să apară dificultăți în extragerea lamelei intermediare;
- piesa suport are o durată de viață mai scurtă decât în cazul variantei *prin răcirea piesei suport* datorită necesității prelucrării componentelor piesei suport, deci a modificării dimensiunilor acesteia.
- b. Prin răcirea rapidă a piesei suport: La atingerea unei grosimi corespunzătoare a stratului grosime evaluată prin numărul de treceri raportată la debitul de pulberi piesa suport se conectează, prin intermediul unor dispozitive speciale, la un circuit deschis de apă. Vehicularea apei prin piesa suport la o presiune corespunzătoare (5 bar) are ca efect o răcire bruscă a piesei suport, care se contractă rapid. După scurt timp, piesa pulverizată se poate îndepărta cu uşurință de pe piesa suport.

Este recomandat ca, după fiecare piesă realizată, stratul de oxizi de pe suprafața piesei suport să fie îndepărtat, respectiv să fie refăcută rugozitatea suprafeței, necesară pentru realizarea piesei următoare.

În figura 6.13 este prezentată o piesă conică realizată din oxid de zirconiu prin metoda răcirii suportului. Dimensiunile piesei realizate sunt: lungime 60 mm. diametru mare 50 mm, diametru mic 40 mm (conform figurii 6.6), grosimea peretelui 1.2 mm.



Figura 6.13. Piesă conică realizată din oxid de zirconiu prin metoda răcirii suportului



Avantaje:

- durabilitate piesei suport este mare;
- procedeu de fabricație est rapid, fiind procedeul cu timpul cel mai scurt de fabricație;
- suprafața interioară a piesei realizate este netedă, nefiind necesară prelucrarea ulterioară.

Dezavantaje:

- tehnologia de pulverizare este pretențioasă pentru asigurarea aderenței minime a stratului depus;
- alegerea materialului piesei suport trebuie să se facă în funcție de materialul de adaos utilizat;
- este necesară prelucrarea atentă a suprafeței piesei suport.

În Anexa 2 sunt prezentate componente radial - simetrice realizate prin metoda generării formei prin pulverizare prin eliminarea fără distrugerea piesei suport.

Analizând avantajele și dezavantajele celor patru variante de îndepărtare a suportului aplicabile tehnicilor de generare a formei prin pulverizare, din considerente economice, respectiv de productivitate, metoda de bază utilizată pe parcursul întregului program experimental este cea a eliminării fără distrugere a piesei suport, bazată diferențele de dilatare/contracție dintre piesa suport și componenta realizată (eliminarea piesei suport prin răcire).

În cadrul programului experimental una dintre direcțiile de cercetare a constituit-o studiul influenței parametrilor de lucru asupra caracteristicilor fizice și funcționale ale componentelor cilindrice din oxid de zirconiu parțial stabilizat cu oxid de ytriu realizate prin metoda generării formei prin pulverizare în jet de plasmă. Principalii parametri de pulverizare studiați sunt:

- intensitatea curentului în arcul de plasmă;
- distanța de pulverizare;
- debitul gazului plasmagen;
- debitul de pulbere.

Pentru a decela influența individuală a parametrilor principali de pulverizare asupra caracteristicilor pieselor realizate, fiecare parametru s-a variat în limite considerate semnificative, stabilite pe cale experimentală și în concordanță cu literatura de specialitate [70, 75, 81]. Pentru studiul influenței curentului în arcul de plasmă I_p și a distanței de pulverizare d_p s-a organizat un experiment de tip 3x3 în scopul prelucrării statistice de rezultatelor. Câteva din valorile parametrilor regimurilor de pulverizare utilizate în cadrul programului experimental sunt prezentate în tabelul 6.6.

Nr.	r. bă Tip pulbere		I _p	d _p	Qp	Q _{tr}	M _p	Forma
probă			А	mm	l/h	l/h	cm ³ /min	piesei
1	Oxid zirconiu stabilizat	70	400	120	2200	170	18	Cilindrică
2	Oxid zirconiu stabilizat	70	400	90	2200	170	18	Cilindrică
3	Oxid zirconiu stabilizat	70	400	60	2200	170	18	Cilindrică
4	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	120	2200	170	18	Cilindrică
5	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	2200	170	18	Cilindrică
6	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	60	2200	170	18	Cilindrică
7	Oxid zirconiu stabilizat	70	500	120	2200	170	18	Cilindrică
8	Oxid zirconiu stabilizat	70	500	90	2200	170	18	Cilindrică
9	Oxid zirconiu stabilizat	70	500	60	2200	170	18	Cilindrică
10	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	1800	170	18	Cilindrică
11	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	1400	170	18	Cilindrică
12	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	2200	170	18	Cilindrică
13	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	2200	170	11	Cilindrică
14	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	2200	170	25	Cilindrică
15	Oxid zirconiu stabilizat	70	450	90	2200	170	18	Cilindrică

Tabelul 6.6. Parametri de lucru utilizați la pulverizarea în jet de plasmă

Unde:

- U_a tensiunea arcului de plasmă;
- I_p intensitatea curentului în arcul de plasmă;
- d_p distanța de pulverizare;
- Q_p debitul de gaz plasmagen;
- Q_{tr} debitul de gaz de transport;
- M_p debitul de pulbere.

6.3 Examinarea macrostructurii pieselor realizate

Studiul macrostructurii componentelor realizate s-a efectuat prin examinare vizuală, atât cu ochiul liber, cât și prin intermediul unei lupe. S-a urmărit în principal decelarea unor defecte de suprafață de tip fisuri, goluri, discontinuități ale grosimii stratului, impurificări ale stratului depus etc., precum și influența parametrilor de pulverizare asupra calității pieselor cilindrice realizate.

Câteva dintre aceste piese sunt prezentate în Anexa 3, precum și în figura 6.14. Numerotarea pieselor s-a efectuat în concordanță cu Tabelul 6.6, în care sunt prezentați parametrii de lucru utilizați.







Figura 6.14. Proba 1, ZrO₂, $\phi_{int.}$ 32 mm, gros. perete 0,85 mm

În urma analizei macrostructurii pieselor realizate, principalele concluzii ce pot fi desprinse sunt prezentate în continuare:

- Nu se observă defecte de tip fisuri sau pori pe suprafața exterioară sau interioară a componentelor cilindrice;

- Nu se remarcă discontinuități ale grosimii peretelui pe lungimea generatoarei pieselor cilindrice realizate;
- Nu se observă incluziuni (de corpuri străine) la suprafața stratului depus, cu excepția unor cazuri izolate de stropi de wolfram sau cupru proveniți din electrodul de wolfram, respectiv ajutajul de cupru al generatorului de plasmă;
- Curentul arcului de plasmă influențează calitatea stratului depus. Prin modificarea valorii intensității curentului se modifică puterea arcului de plasmă şi implicit temperatura acestuia. Examinarea vizuală a probelor relevă culori sensibil diferite pentru valori diferite a curentului. Nuanțele diferite sunt date de gradul de dezoxidare al stratului depus aceasta fiind consecința temperaturii de supraîncălzire al particulelor;

Din punctul de vedere al influenței parametrilor de pulverizare asupra grosimii de strat depus, se remarcă următoarele concluzii:

- cele mai bune rezultate s-au obținut cu curenți în arcul de plasmă de 450 A. La curenți de 500 A nu se remarcă o creștere semnificativă a grosimii straturilor depuse;
- grosimea de strat depusă variază invers proporțional cu distanța de pulverizare. Distanța minimă de pulverizare este însă limitată de pericolul de a topi piesa suport respectiv de creşterea aderenței stratului ceea ce nu este de dorit la tehnicile de generare a formei prin pulverizare. Din acest punct de vedere, distanța de pulverizare de 90 mm asigură randamentul de depunere optim;
- varierea debitului gazului plasmagen nu influențează semnificativ macrostructura pieselor. Se poate constata totuși o dependență între grosimea de strat și debitul gazului plasmagen, grosimea stratului depus fiind mai mare la debite ridicate ale gazului plasmagen;
- creșterea debitului de pulbere are ca principal efect creșterea grosimii stratului depus. Creșterea debitului de pulbere nu însemnă întotdeauna îmbunătățirea randamentului de depunere. La debite mari de pulbere (peste 25 cm³/min) s-a constatat că grosimea stratului nu mai crește direct proporțional cu debitul volumic de pulbere. Cauza este răcirea jetului de plasmă de către volumul mare de pulbere ceea ce duce la un grad de topire mai redus al particulelor în jetul de plasmă deci la creșterea pierderilor de pulbere prin neaderarea la stratul depus;

6.4. Examinarea microstructurii straturilor

Examinarea microstructurii straturilor depuse s-a realizat atât prin microscopie optică (la măriri de 100x respectiv 500x), precum și prin microscopie electronică.

Suprafața stratului s-a pregătit în vederea examinării microstructurii prin prelucrarea (șlefuirea) suprafeței de examinat, fără atac chimic.

În figurile 6.15 și 6.16 sunt prezentate imaginile microstructurii straturilor, depuse așa cum rezultă prin examinarea prin microscopie optică, respectiv prin microscopie electronică. Aspectul microstructurii straturilor celor 15 probe, analizate atât prin microscopie optică cât și prin microscopie electronică, sunt prezentate în Anexa 4.



Proba 9, 100x

Proba 9, 500x

Figura 6.15. Proba 9 (microscopie optică)



Figura 6.16. Proba 7 (microscopie electronică)

Analiza microstructurii straturilor depuse permite concluzionarea următoarelor idei:

- straturile examinate sunt tipice straturilor depuse prin pulverizare termică, fiind compuse din:
 - particule aplatizate (topite);
 - particule mai puțin deformate (plastifiate);
 - incluziuni de oxizi și goluri (pori).

- imaginile microstructurilor relevă o porozitate relativ ridicată a straturilor. Porozitatea ridicată se datorează în primul rând tehnicii de pulverizare (distanțe de pulverizare mai mari), care trebuie în așa fel coordonată încât aderența stratului să fie redusă, pentru a se putea extrage cu uşurință proba de pe suport. Pe de altă parte, componentele realizate au ca principală destinație aplicații de tip barieră termică în care porozitatea ridicată este o cerință pentru a se asigura conductivitatea termică redusă a stratului;
- dimensiunile porilor sunt cuprinse, în medie, între 0,1 30 μm fiind mai mari decât cele raportate în literatura de specialitate 0,1 – 10 μm [61, 70, 81]. Dimensiunile mari ale porilor corespund regimurilor de pulverizare cu energie în arc redusă sau distanțelor mari de pulverizare.
- în ciuda unei porozități ridicate, se poate aprecia compactitatea relativ bună a straturilor depuse, nefiind vizibile fisuri sau rețele de fisuri în straturile depuse:
- din punct de vedere al formei porilor se pot decela două grupe: pori de formă circulară şi pori de formă lamelară. Porii circulari se formează, în general. în vecinătatea particulelor netopite (de formă apropiată de sferică) care sunt înglobate în strat, particulele următoare neputând să urmărească în totalitate profilul acestora. Porii lamelari apar la limitele particulelor topite. Datorită suprafeței neregulate a unei particule topite (aplatizate) particula ce cade peste ea, (în anumite condiții) nu se mulează total pe asperitățile particulei depuse rămânând astfel aşa numitele interstiții intergranulare. Din punctul de vedere al prezenței celor două tipuri de pori se poate observa că, în medie, porii circulari sunt preponderenți atât ca şi volum (~95%) cât şi ca dimensiuni (0,1 30 μm) față de porii lamelari care ocupă un volum de (max. 5%) şi dimensiuni (0,1 1 μm lățime):
- din punctul de vedere al influenței parametrilor de pulverizare asupra microstructurii straturilor depuse se poate aprecia că cea mai mare influență, dintre cei patru parametrii analizați, o au curentul în arcul de plasmă şi distanța de pulverizare. Coroborând cei doi parametrii prin reglarea acestora la valori critice (intensități mici şi distanțe mari de pulverizare) se obțin straturi cu porozitate ridicată atât ca volum cât şi ca dimensiuni ale porilor, porozitatea fiind dată de conținutul mare de particule netopite sau parțial topite din stratul depus (Anexa 4 A4.1 – A4.7 şi A4.16 – A4.24). Creşterea intensității curentului precum şi scăderea distanței de pulverizare duc la realizarea unor straturi compacte cu porozitate redusă (Anexa 4 figurile A4.8 – A4.9 şi A4.25 – A4.26). Intensitatea curentului, influențează în mod direct energia termică a jetului de plasmă iar prin varierea distanței de pulverizare se poate ajusta atât energia termică cât şi energia cinetică a particulei în momentul contactului cu substratul;
- nu se remarcă o influență semnificativă a debitului de gaz plasmagen asupra microstructurii straturilor depuse. Se poate totuși observa că prin scăderea pronunțată a debitului de gaz plasmagen compactitatea straturilor scade iar

dimensiunile porilor sunt mari, ajungând până la $20 - 30 \mu m$ (Anexa 4 figurile A4.10 - A4.11 respectiv A4.27 și A4.28) se modifică dimensiunile golurilor. Dimensiunile mari ale porilor sunt cauza unei aplatizări reduse ale picăturilor pe substrat. Aceasta se datorează energiei cinetice mici pe care, datorită debitului redus de gaz plasmagen, o are picătura în momentul impactului cu substratul;

- Efectul debitului de pulbere asupra microstructurii straturilor pulverizate este după cum urmează:
 - La valori reduse ale debitului de pulbere (11 cm³/min) se observă o compactitate bună a straturilor (Anexa 4 figurile A4.13 și A4.30) ceea ce relevă o topire bună a particulelor în jet;
 - Prin creșterea debitului de pulbere (25 cm³/min) grosimea straturilor depuse crește (la același număr de treceri), însă se poate aprecia o coeziune mai redusă a stratului prin prisma volumului mare de particule netopite sau parțial topite din stratul depus (Anexa 4 figura A4.14). Coeziunea redusă a stratului are consecințe directe asupra rezistenței mecanice stratului depus.

6.5. Determinarea porozității straturilor depuse

6.5.1 Metoda de calcul

Determinarea porozității straturilor s-a efectuat după o metodă dezvoltată la ISIM, [113]. Metoda de calcul se bazează pe analiza numerică a imaginilor metalografice obținute prin microscopie optică sau electronică.

În continuare vor fi prezentate principalele etape care trebuie parcurse pentru a determina porozitatea în straturile depuse prin pulverizare termică, cu ajutorul unui program pentru prelucrarea imaginilor.

1. Metodele numerice pentru determinarea porozității încep prin scanarea imaginilor obținute la microscop, în urma unei măriri în intervalul 100 - 500 x. Scanarea se poate face cu o cameră digitală montată pe microscop sau se poate scana imaginea fotografică obținută, sau chiar și filmul developat (așa cum s-a procedat în cazul de față).



Figura 6.17. Selectarea stratului depus din imaginea scanată

- 2. În continuare trebuie selectată porțiunea caracteristică a stratului depus, în vederea analizei numerice. Această zonă poate fi dreptunghiulară sau, în cazul configurațiilor mai complexe, poate avea o geometrie diferită. În figura 6.17 este prezentată o asemenea imagine scanată, în care a fost selectată o zonă rectangulară din stratul depus.
- 3. Imaginea astfel selectată poate fi eventual mărită, pentru o prelucrare mai ușoară. și apoi trebuie salvată separat pe disc în vederea analizelor ulterioare. Imaginea selectată anterior și mărită de două ori este prezentată în figura 6.18.
- 4. În continuare se realizează analiza statistică primară a distribuției culorilor. Această analiză are rolul de a evidenția repartiția frecvenței punctelor care alcătuiesc imaginea, pe nuanțe de culoare. Rezultatul analizei statistice primare a imaginii considerate în figurile 6.17 – 6.18 este prezentată în figura 6.19.



Figura 6.18. Imaginea selectată și mărită în vederea analizei



Figura 6.19. Rezultatul analizei statistice primare

5. Următoarea etapă în determinarea numerică a porozității o constituie selectarea intervalului de culori caracteristic porilor de pe imaginea scanată. Pentru creșterea preciziei, se face conversia imaginii scanate din imagine color în nuanțe de gri. În figura 6.20 este prezentată fereastra de dialog care permite această operație. Alegerea nivelului de aproximare a culorii selectate (Fuzziness) poate afecta într-o oarecare măsură rezultatul analizei. Figura 6.21 prezintă selecția automată a porilor pe baza nuanței caracteristice.



Figura 6.20. Fereastra de dialog pentru selectarea intervalului de culori caracteristic porilor



Figura 6.21. Selectarea automată a porilor

- 6. În urma selectării automate a porilor pe baza culorii caracteristice, se revine la etapa de analiză de frecvență, dar numai pentru zonele care au fost selectate (de fapt porii). În figura 6.22 este prezentat rezultatul acestei analize.
- 7. În fereastra prezentată în figura 6.22 unul dintre rezultatele statistice afișate este numărul de puncte selectate. Prin raportarea acestora la numărul inițial de puncte.

prezentate în figura 6.18, în urma analizei statistice primare, rezultă procentual suprafața relativă a porilor, ca măsură directă a procentului volumic al acestora în stratul depus. Pentru cazul analizat în acest paragraf:



porozitatea = 14 763/140 041 x 100 = 10,54 %

Figura 6.22. Analiză statistică a imaginii selectate (de fapt, a porilor)

În comparație cu alte metode de determinarea porozității (metoda caroiajului, metoda pozelor etalon sau programe de calcul numeric specializate de determinare a porozității) metoda dezvoltată la ISIM prezintă următoarele avantaje:

- este mai rapidă la același nivel de precizie decât metodele manuale de investigație (metoda caroiajului);

- grad de subiectivism redus. Metoda este subiectivă numai prin alegerea nivelului de aproximare a culorii selectate (Fuzziness). Totuși precizia nu este influențată decât într-o mică măsură de alegerea acestui factor (20 - 30 %);

- precizie ridicată. Rezultatele obținute prin metoda descrisă anterior au fost comparate cu cele determinate pe aceleași microstructuri prin metoda pozelor etalon (așa cum se găsesc în normativele internaționale) [114] respectiv cu rezultatele obținute prin calcul numeric cu programe specializate. Dispersia a rezultatelor obținute prin cele trei metode a fost de sub 10%. [113]

- metoda descrisă permite utilizarea programelor de uz general de prelucrare imagini. (nespecializate) pentru determinarea procentuală a porilor în secțiunea analizată. Aceeași analiză poate fi realizată și cu ajutorul unor programe dedicate, dar prețul acestora este mult mai mare.

6.5.2 Rezultatele experimentale ale analizei porozității straturilor

Valorile porozității straturilor examinate sunt prezentate în tabelul 6.7, în tabel fiind prezentate și regimurile de pulverizare utilizate pe parcursul experimentărilor.

Nr. probă	I _p [A]	d _p [mm]	Q _p [l/h]	M _p [cm ³ /min]	Porozitatea măsurată [% vol.]
1	400	120	2200	18	37,4
2	400	90	2200	18	32,6
3	400	60	2200	18	34,1
4	450	120	2200	18	30,5
5	450	90	2200	18	25,5
6	450	60	2200	18	27,6
7	500	120	2200	18	27,5
8	500	90	2200	18	21,8
9	500	60	2200	18	10,5
10	450	90	1800	18	14,3
11	450	90	1400	18	15,0
12	450	90	2200	18	13,6
13	450	90	2200	11	7,9
14	450	90	2200	25	12,8
15	450	90	2200	18	10,2

Tabelul 6.7. Valorile porozității straturilor

Analizând rezultatele prezentate în tabelul 6.7, concluzia generală este că valoarea medie a porozității straturilor utilizate în tehnici de fabricație de tip generarea formei prin pulverizare termică este peste media uzual întâlnită în literatura de specialitate pentru straturi ceramice depuse prin pulverizare termică care este de 5 – 25% [70, 114].

Așa cum s-a mai amintit, porozitatea ridicată a straturilor componentelor realizate derivă din tehnica de pulverizare specifică procedeelor de generare a formei prin pulverizare, caracterizată prin utilizarea unor parametri de pulverizare care să asigure o aderență scăzută primelor straturi depuse pe piesa-suport pentru ca în final aceasta să poată fi detașată ușor.

Ținând însă cont de destinația componentelor realizate (straturi barieră termică), porozitatea ridicată nu poate fi considerată un inconvenient caracteristicile de izolator termic fiind îmbunătățite odată cu creșterea porozității [81, 115].

Așa cum se poate observa din tabelul 6.7 există o influență semnificativă a parametrilor de pulverizare asupra porozității straturilor analizate. În continuare se va analiza influența principalilor parametrii de pulverizare asupra porozității straturilor.

Pentru curentul în arcul de plasmă și distanța de pulverizare (fiind parametrii cei mai importanți) s-a organizat un program experimental de tip 3x3 pentru a putea fi analizată (statistic) în final și interdependența celor doi factori asupra calității straturilor depuse.

În figurile 6.23, 6.24 și 6.25 se prezintă influența intensității curentului în arcul de plasmă respectiv a distanței de pulverizare asupra porozității straturilor depuse. S-au realizat trei probe cu fiecare dintre cele nouă regimuri (prezentate în tabelul 6.7). în figuri fiind figurate mediile rezultatelor. Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (95%) pentru media porozităților măsurate și precizia de reglare a curentului (1%) respectiv abaterea posibilă a distanței de pulverizare (±3 mm).



Figura 6.23. Valorile porozității straturilor depuse în funcție de intensitate curentului în arcul de plasmă respectiv a distanței de pulverizare



Figura 6.24. Influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra porozității straturilor depuse



Figura 6.25. Influența distanței de pulverizare asupra porozității straturilor depuse

După cum se poate observa în figura 6.24, porozitatea depunerii scade odată cu creșterea curentului, datorită creșterii gradului de topire a particulelor pulverulente în spațiul arcului de plasmă, până la topirea completă a acestora. Mecanismul de solidificare în contact cu substratul, este cel care determină de fapt morfologia depunerii și deci și a porozității. Valoarea curentului și ceilalți parametrii ai regimul de depunere corelați cu acest parametru (tensiunea arcului de plasmă, distanța de pulverizare), controlează de fapt în mod indirect porozitatea, prin stabilirea regimului termic atât la nivelul particulei topite (total sau parțial) cât și la nivelul substratului.

Se poate constata din figura 6.24 cum la o variație de 100 A (de la o putere în arc de 28 kW la 36 kW) porozitatea medie a straturilor scade cu ~ 10% iar la distanțe de 60 mm cu peste 20%. Cele mai mici valori ale porozității, la debite normale de pulbere, corespund unor curenți mari de 500 A, ceea ce denotă necesitatea unor temperaturi ridicate în jetul de plasmă, pentru ca o cantitate cât mai mare de pulbere să fie topită. Efectul negativ al energiilor ridicate în arc îl constituie însă posibilitatea distrugerii suportului (de alamă) pe care se face pulverizarea;

Coeficientul de intensitate a corelației liniare dintre curentului arcului de plasmă și porozitate (R^2 peste 0,937) este mare, ceea ce indică dependență deterministă între intensitatea curentului în arcul de plasmă și porozitate.

Efectul distanței de pulverizare este de asemenea important. Deși la aceleași valori ale curentului în arcul de plasmă influența distanței de pulverizare nu este foarte mare observându-se o dispersie a rezultatelor, prin corelarea curentului de plasmă cu distanța de pulverizare se pot obține cele mai spectaculoase variații ale porozității straturilor (de la 37% la 10%), cei doi parametri fiind principalii factori influență asupra porozității.

Din figura 6.25 se poate observa că pentru curenți de 400, respectiv 450 A, la distanțe de pulverizare de 90 mm se obțin porozități mai reduse decât la distanțe de 60 mm. Acest rezultat se poate explica prin "suflarea" de către jetul de plasmă la distanțe mai mici a particulelor mai slab ancorate în stratul depus, ceea ce face ca stratul să fie mai poros. La curenți mari de 500 A, acest fenomen nu se mai produce, datorită creșterii accentuate a procentului de particule complet topite din jet, astfel încât ancorarea acestora pe substrat este mult mai bună.

La distanțe mari de pulverizare (120 mm) porozitatea ridicată este cauzată reducerea semnificativă a energiilor cinetice și termice ale particulelor la impactul cu

substratul făcând ca stratul să fie poros datorită procentului ridicat de particule insuficient topite din care este realizat.

Nu s-a putut stabili o dependență deterministă a distanței de pulverizare asupra porozității stratului decât pentru domeniul curentului de 500 A.

În figurile 6.26 și 6.27 sunt prezentate influențele debitului de gaz plasmagen respectiv a debitului volumic de pulbere asupra porozității.

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (95%) pentru media porozităților măsurate și precizia de reglare a debitului de gaz plasmagen (3%) respectiv a debitului volumic de pulbere (5%).



plasmagen asupra porozității



Figura 6.26 relevă o influență redusă a debitului de gaz plasmagen asupra volumului procentual de pori din straturile analizate cu toate că variația debitului de gaz plasmagen s-a făcut într-o plajă relativ largă (1400 – 2200 l/h). Se poate totuși observa o scădere a porozității de la 15% la 13,6% prin creșterea debitului de gaz plasmagen în intervalul amintit. Creșterea debitului de gaz plasmagen se concretizează prin creșterea vitezei particulelor. Viteza de proiectare a particulelor pe substrat influențează invers proporțional porozitatea. De asemenea, creșterea cantității de gaz plasmagen în coloana arcului duce la o creștere a densității coloanei de plasmă deci, o temperatură mai ridicată.

Valoarea maximă a coeficientului de corelație liniară ($R^2 = 1$) indică faptul că porozitatea poate fi riguros controlată (în limitele prezentate), prin ajustarea corespunzătoare a debitului gazului plasmagen.

În figura 6.27 este prezentată influența debitului volumic de pulbere asupra porozității. Odată cu creșterea cantității de pulbere introdusă în unitatea de timp în jetul de plasmă crește și porozitatea stratului depus.

Din punct de vedere statistic se poate observa că există o corelație lineară foarte puternică între porozitate și debitul de material de adaos, valoarea coeficientului de corelația lineară fiind $R^2 = 0,9984$.

Dependența dintre debitul de pulbere și porozitate se poate explica prin creșterea dispersiei jetului de particule, ceea ce duce la scăderea distanței medii parcurse de particule în spațiul jetului de plasmă. Deci, prin creșterea debitului de material de adaos pulverulent temperatura finală a particulelor este mai redusă. vâscozitatea acestora în momentul atingerii substratului este mai mare ceea ce are ca rezultat creșterea porozității.

O altă explicație, pleacă de la ipoteza că randamentul de încălzire a materialului de adaos în spațiul arcului de plasmă este aproximativ constant în plaja admisă de variație a debitului volumic de pulbere. În această ipoteză, prin creșterea cantității de material de adaos în spațiul arcului în unitatea de timp, scade cantitatea de energie cedată fiecărei particule care traversează zona arcului de plasmă și deci scade temperatura cu care aceasta este proiectată pe substrat. În aceste condiții este de așteptat o creștere a cantității de goluri în morfologia stratului depus.

Deși prin varierea debitului de pulbere s-au obținut cele mai mici porozități (figura 6.27), regimurile de pulverizare nu se pot considera cele mai potrivite. Prin reducerea debitului de pulbere se constată o reducere semnificativă a porozității, dar se reduce totodată și grosimea de strat obținută la o trecere, deci crește timpul de realizare a unei grosimi de strat date, iar pe de altă parte apare pericolul supraîncălzirii (topirii) suportului în cazul particular al metodei de generare a formei prin pulverizare în jet de plasmă;

6.6 Determinarea rezistenței la rupere prin tracțiune

6.6.1 Metoda de lucru

Determinarea rezistenței la rupere prin tracțiune s-a executat conform SR EN 10002 – 1/95. Datorită specificității componentelor analizate (formă cilindrică, grosime mică de strat, fragilitatea ridicată a materialului) metoda prezentată în standard s-a adaptat cazului dat, așa cum se prezintă în continuare.

Pentru a putea fi prinse (prin înfiletare) în bacurile mașinii de încercat la tracțiune, componentele ceramice au fost adaptate încercării, prin lipirea pe suprafața interioară a două bucșe metalice prevăzute cu gaură filetată, așa cum se poate observa în figura 6.28.

De asemenea, în figura 6.29 este prezentată o piesă ceramică pregătită pentru încercarea la tracțiune, iar în figurile 6.30 și 6.31 se poate vedea piesa ceramică după încercare.

Pentru lipirea componentelor metalice pe suprafața interioară a cilindrului ceramic s-au utilizat adezivi pe bază de rășini epoxidice, caracterizate prin rezistență ridicată la rupere. Se poate menționa că pe parcursul încercărilor nici o piesă nu s-a rupt în adeziv sau la interfața metal-adeziv, respectiv adeziv-strat ceramic.

Principala problemă a operațiunii de lipire a constat în asigurarea coaxialității dintre bucșele metalice și componenta ceramică.



Figura 6.28. Schița unei componente pregătite pentru încercare



Figura 6.29. Componenta ceramică destinată încercării la rupere prin tracțiune


Figura 6.30. Componenta ceramică după încercarea de rupere la tracțiune



Figura 6.31. Aspectul componentei rupte după încercarea la tracțiune

6.6.2 Rezultatele experimentale ale încercării la rupere prin tracțiune

Valorile medii ale rezistenței la rupere sunt prezentate în tabelul 6.8. Cu fiecare dintre cele nouă regimuri (prezentate în tabelul 6.8) s-au realizat trei probe care au fost încercate la rupere prin tracțiune, în tabel fiind prezentate mediile rezultatelor încercărilor.

$\begin{array}{c c c c c c c c c c c c c c c c c c c $						
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	Nr. probă	I _p [A]	d _p [mm]	Q _p [1/h]	M _p [cm ³ /min]	Rezistența le rupere [N/mm ²]
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	1	400	120	2200	18	7,6
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	2	400	90	2200	18	8,6
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	3	400	60	2200	18	8,7
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	4	450	120	2200	18	7,7
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	5	450	90	2200	18	9,0
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	6	450	60	2200	18	10,1
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	7	500	120	2200	18	8,7
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	8	500	90	2200	18	9,3
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	9	500	60	2200	18	14,0
11450901400186,212450902200188,6134509022001111,214450902200254,715450902200188,1	10	450	90	1800	18	7,0
12450902200188,6134509022001111,214450902200254,715450902200188,1	11	450	90	1400	18	6,2
134509022001111,214450902200254,715450902200188,1	12	450	90	2200	18	8,6
14 450 90 2200 25 4,7 15 450 90 2200 18 8,1	13	450	90	2200	11	11,2
15 450 90 2200 18 8,1	14	450	90	2200	25	4,7
	15	450	90	2200	18	8,1

Tabelul 6.8. Valorile rezistenței la rupere a probelor

Din tabelul 6.8 se poate observa că valorile rezistenței la rupere prin tracțiune ale pieselor ceramice sunt relativ reduse, încadrându-se la limitele inferioare ale intervalelor valorilor prezentate în literatura de specialitate $(6 - 80 \text{ N/mm}^2)$ [61, 93]. Rezistența scăzută a straturilor ceramice poate fi pusă pe de o parte pe seama fragilității ridicate specifice materialelor ceramicelor, iar pe de altă parte pe seama morfologiei specifice straturilor realizate prin această metodă, caracterizate printr-o porozitate ridicată respectiv forțe de coeziune scăzute în strat.

Așa cum se poate observa și în figurile 6.30 și 6.31 ruperea probelor s-a propagat după un contur neregulat pe circumferința probei, fiind specifică ruperilor fragile. În majoritatea cazurilor ruperea s-a propagat după o direcție relativ circulară. abaterile pe lungimea componentei fiind de 5 - 10 mm, așa cum se poate observa în figura 6.31. Acest tip de rupere este normal pentru materiale ceramice poroase, ruperea propagându-se prin porțiuni de material prin care compactitatea stratului este mai redusă, fiind cunoscute anizotropia și neomogenitatea straturilor depuse prin pulverizare [70].

În figura 6.31, se prezintă influența intensității curentului în arcul de plasmă respectiv a distanței de pulverizare asupra rezistenței la rupere a probelor încercate. Figura 6.32 ilustrează influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra rezistenței la rupere a componentelor încercate în cazul pulverizării de la diferite distanțe iar în figura 6.33 se prezintă influența distanței de pulverizare asupra rezistenței la rupere pentru diferite valori ale curentului.

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (95%) pentru media valorilor rezistenței la rupere și precizia de reglare a curentului (1%) respectiv abaterea medie a distanței de pulverizare (± 3 mm) pe parcursul programului experimental.



Figura 6.31. Valorile rezistenței la rupere ale componentelor realizate în funcție de intensitate curentului în arcul de plasmă respectiv a distanței de pulverizare asupra



Figura 6.32. Influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra rezistenței la rupere a probelor realizate



Figura 6.33. Influența distanței de pulverizare asupra rezistenței la rupere a probelor realizate

Analizând graficele din figurile 6.31 - 6.32 se poate observa că rezistența la rupere prin tracțiune a probelor este dependentă de energia în arc utilizată la pulverizare. Variind intensitatea curentului în arcul de plasmă se poate constata o variație proporțională a rezistenței la rupere. Această variație este aproape liniară, coeficienții de intensitate a corelației liniare ridicate, indicând o dependență deterministă între cei doi parametri. Influența cea mai mare a curentului asupra rezistenței la rupere se constată la distanțe mici de pulverizare (peste 5 N/mm²) în timp ce la distanțe mai mari (120 mm, 90 mm) variația rezistenței la rupere este mult mai mică (sub 2 N/mm²).

Distanța de pulverizare este de asemenea un parametru ce influențează semnificativ rezistența mecanică a componentelor realizate. Odată cu scăderea distanței de pulverizare se poate observa (figura 6.33) cum rezistența la rupere a probelor crește. Valorile rezistenței la rupere ce rezultă la diferite distanțe de pulverizare variază într-o gamă mai largă decât în cazul varierii intensității curentului ceea ce permite concluzionarea că influența distanței de pulverizate este cel puțin la fel de importantă ca și a intensității curentului asupra rezistenței la rupere a probelor realizate. Coeficienții de intensitate a corelației liniare ridicate indică faptul că rezistența la rupere poate fi controlată în mod eficient prin ajustarea corespunzătoare a distanței de pulverizare.

Corelând rezultatele încercării la rupere (figurile 6.31 – 6.32) cu cele ale măsurătorilor porozității straturilor (figurile 6.28 – 6.30) se poate observa că cele două caracteristici sunt invers proporționale ceea ce duce la concluzia (de așteptat de altfel) că rezistența la rupere este dependentă de morfologia straturilor. Cea mai ridicată valoare a rezistenței la rupere corespunde energiei în arc cea mai mare respectiv distanței de pulverizare celei mai mici, iar valorilor mari ale porozității le corespund rezistențe la rupere mici. Energii ridicate în jetul de plasmă fac ca gradul de topire a particulelor în spațiul jetului de plasmă să fie ridicat iar distanțe mici de pulverizare presupun energii termice ridicate a particulelor în momentul ciocnirii cu substratul, rezultând astfel straturi ce conțin un procent ridicat de particule aplatizate (topite) cu o porozitate mică și compactitate ridicată respectiv rezistență mecanică ridicată.

În figurile 6.34 și 6.35 sunt prezentate influențele debitului de gaz plasmagen respectiv a debitului volumic de pulbere asupra rezistenței la rupere a probelor.

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (95%) pentru media rezistenței la rupere și precizia de reglare a debitului de gaz plasmagen (3%) respectiv a debitului volumic de pulbere (5%).



plasmagen asupra rezistenței la rupere



Corelația lineară puternică ($R^2 = 0.9643$) dintre debitul de gaz plasmagen și rezistența la rupere (figura 6.34), se explică prin influența directă pe care o are debitul de gaz asupra energiei cinetice a particulelor. Energia cinetică ridicată a particulelor conduce la formarea un strat cu compactitate mică ceea ce are ca rezultat o rezistență la rupere redusă a stratului depus. Debitul de gaz plasmagen nu influențează în mod semnificativ valoarea rezistenței la rupere, însă (grație corelației liniare puternice dintre cele două mărimi), oferă posibilitatea unui control precis asupra acestei caracteristici de strat, ceea ce îl face un parametru important în tehnicile de generare a formei prin pulverizare.

Așa cum se poate observa și din figura 6.35, debitul volumic de pulbere influențează, de asemenea, în mod semnificativ rezistența la rupere a probelor încercate. Observând valorile prezentate în tabelul 6.8, se poate constata că cele mai mici valori ale rezistenței la rupere le prezintă componentele realizate cu debit de pulbere mare (proba 14), cu toate că porozitatea straturilor este mică (aceasta fiind o anomalie fată de ipoteza enunțată anterior). Așa cum s-a mai arătat, debitul mare de pulbere poate răci jetul de plasmă, ceea ce face ca stratul să conțină un procent ridicat de particule netopite sau partial topite. Prin acest mod temperatura de pulverizare scade iar procesele conexe ancorării mecanice a particulelor, ce apar în timpul depunerii (difuzie, microsuduri, legături interatomice) sunt diminuate, scăzând astfel legăturile coezive din strat. În consecință, chiar dacă aparent porozitatea straturilor nu diferă, legăturile slabe dintre particulele ce formează stratul duc la rezistențe mecanice mai reduse. Odată cu reducerea debitului se poate observa cum rezistența mecanică a probelor crește în mod semnificativ (de la 4,7 la 11,2 N/mm²), valorile rezistenței la rupere apropiindu-se de cele obținute cu curenți mari și distanțe mici de pulverizare.

Valoarea mare a coeficientului de corelație lineară ($R^2 = 0,9993$) indică faptul că rezistența mecanică a probelor poate fi controlată în mod eficient prin ajustarea corespunzătoare a debitului volumic de pulbere.

6.7 Măsurători sclerometrice

Măsurarea durității straturilor s-au efectuat cu un aparat de duritate Vickers, utilizând sarcini de 200 g.

Zonele semnificative în care s-au efectuat măsurătorile au fost pregătite prin șlefuire, fiind eliminată rugozitatea specifică straturilor pulverizate termic.

Valorile medii ale microdurității straturilor realizate în cadrul programului experimental sunt prezentate în tabelul 6.9. Cu fiecare set de parametri de pulverizare prezentat în tabelul 6.9, s-au realizat câte trei probe pe care s-au făcut cinci amprentări, valorile durităților prezentate în tabel fiind media valorilor individuale.

Nr.	Ip	d _p	Qp	M _p	Duritățile straturilor
probă	[A]	[mm]	[l/h]	[cm ³ /min]	[HV0,2]
1	400	120	2200	18	435
2	400	90	2200	18	492
3	400	60	2200	18	529
4	450	120	2200	18	403
5	450	90	2200	18	562
6	450	60	2200	18	495
7	500	120	2200	18	390
8	500	90	2200	18	664
9	500	60	2200	18	526
10	450	90	1800	18	508
11	450	90	1400	18	491
12	450	90	2200	18	521
13	450	90	2200	11	654
14	450	90	2200	25	560
15	450	90	2200	18	562

Tabelul 6.9. Valorile durității straturilor

În figura 6.36 se prezintă influența intensității curentului în arcul de plasmă precum și a distanței de pulverizare asupra durității straturilor ceramice realizate prin generarea formei prin pulverizare.

Figura 6.37 ilustrează influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra durității straturilor, în cazul pulverizării de la diferite distanțe iar în figura 6.38 se prezintă influența distanței de pulverizare asupra durității pentru diferite valori ale curentului.

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (95%) pentru media valorilor durității și precizia de reglare a curentului (1%) respectiv abaterea medie a distanței de pulverizare (±3 mm) pe parcursul programului experimental.



Figura 6.36. Influența intensității curentului în arcul de plasmă și a distanței de pulverizare asupra durității straturilor



Figura 6.37. Influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra durității straturilor



Figura 6.38. Influența distanței de pulverizare asupra durității straturilor Așa cum se poate observa în tabelul 6.9, rezultatele măsurătorilor relevă un interval relativ larg al valorilor durității straturilor (400 – 700 HV0,2), cu toate că din punct de vedere structural, la temperatura de încercare, straturile de oxid de zirconiu parțial stabilizat ale probelor, nu prezintă diferențe. Dispersia mare a valorilor durității poate fi pusă pe seama caracteristicilor de strat specifice straturilor depuse prin pulverizare, principalul factor de influență fiind morfologia straturilor.

Intervalul larg al durităților măsurate, mai larg decât duritățile uzual întâlnite în literatura de specialitate pentru straturi de oxid de zirconiu stabilizat (500 - 650 HV0,2) [61, 70] poate fi pus pe seama gamei largi de parametrii de pulverizare utilizați pe parcursul programului experimental, a căror efect se regăsește în variația semnificativă a morfologiei straturilor.

Din figurile 6.36 și 6.37 se poate observa că duritatea straturilor analizate nu variază cu curentul în arcul de plasmă. Se constată totuși o pantă crescătoare a liniei de tendință a valorilor măsurate odată cu creșterea curentului în arcul de plasmă. Această tendință crescătoare poate fi pusă pe seama porozității straturilor (figura 6.24) care variază invers proporțional cu curentul în arcul de plasmă. Efectuarea măsurătorilor sclerometrice pe un strat compact, cu porozitate redusă, reduce șansele de viciere a rezultatelor (Ex.: amplasarea amprentei de duritate pe un por ascuns din strat). Cea mai mare valoare a durității corespunde regimurilor de pulverizare cu energiile în arc cele mari respectiv distanțele de pulverizare cele mai mici, regimuri prin intermediul cărora s-au obținut straturile cu porozitatea cea mai redusă. Valorile cele mai mici ale durității corespund regimurilor "moi" de pulverizare care dau de asemenea straturi cu porozitate ridicată. Nu se pot stabili relații de regresie liniară care să permită un control direct al durității stratului prin intermediul intensității curentului, valoarea mare a coeficientului de regresie liniară pentru distanța de pulverizare de 120 mm fiind singulară și nu poate fi considerată concludentă.

Analizând graficele din figura 6.38 se poate desprinde concluzia că distanța de pulverizare influențează în mod semnificativ duritatea straturilor, valorile măsurate indicând intervale mai largi decât cele măsurate la analiza influenței intensității curentului. Se poate observa de asemenea tendința crescătoare a mediilor valorilor durității odată cu reducerea distanței de pulverizare, variația durității fiind invers proporțională cu porozitatea (figura 6.25).

Cele mai mici valori ale durității straturilor corespund distanțelor de pulverizare mari (120 mm). Prin pulverizarea de la distanțe ridicate, la contactul cu substratul jetul are o temperatură mai mică, deci conține un număr mai mare de particule solidificate, parțial topite sau oxizi. În consecință straturile realizate sunt caracterizate de o porozitate mare (compactitate slabă) și o coeziune redusă, ceea ce face ca mediile durității să fie diminuate. Valorile cele mai mari ale durității straturilor sunt semnalate la distanțe mici de pulverizare de 90 mm (proba 5), respectiv 60 mm (proba 9), aceasta fiind consecința compactității mai bune, respectiv a porozității mai reduse a straturilor.

Dependența durității de morfologia straturilor analizate poate fi argumentată și cu următoarea observație: poziția valorilor durităților față de linia de tendință (figura

6.38) este simetrică cu cea a valorilor porozităților față de linia de tendință (figura 6.25). Cu alte cuvinte valorilor sub medie a porozităților le corespund valori peste medie a durității.

În figurile 6.39 și 6.40 sunt prezentate influențele debitului de gaz plasmagen respectiv a debitului volumic de pulbere asupra durității straturilor.

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (95%) pentru media durității și precizia de reglare a debitului de gaz plasmagen (3%) respectiv a debitului volumic de pulbere (5%).



Figurile 6.39 relevă variația aproape liniară a debitului de gaz plasmagen asupra durității straturilor depuse. Corelația dintre valorile durității și porozitate este ca și în cazul anterior, evidentă, porozitatea fiind invers proporțională cu duritatea. Cele mai mici valori ale durității ($HV_{0,2}$ 491) corespund debitelor reduse de gaz plasmagen (1400 l/h) iar pe măsura creșterii debitului de gaz plasmagen se constată creșterea proporțională a durității straturilor ($HV_{0,2}$ 521).

Creșterea debitului gazului plasmagen conduce la creșterea durității prin influența directă pe care acest parametru o are asupra vitezei particulelor topite în spațiul arcului de plasmă. Particulele din jetul de plasmă sunt accelerate la o viteză cu atât mai mare cu cât debitul gazului plasmagen (și deci și viteza acestuia) este mai mare. Viteza mare de proiectare a particulelor pe substrat conduce la formarea unui strat cu compactitate ridicată ceea ce face ca media durităților măsurate să fie mai mare prin diminuarea influenței negative pe care o are porozitatea asupra măsurătorilor sclerometrice.

Valoarea mare a coeficientului de corelația lineară ($R^2 = 0,9941$) indică faptul că duritatea poate fi controlată în mod eficient prin ajustarea corespunzătoare a debitului gazului plasmagen.

În figura 6.40 este prezentată influența debitului volumic de pulbere asupra durității straturilor. Așa cum se poate observa, odată cu creșterea cantității de pulbere introdusă în unitatea de timp în jetul de plasmă scade duritatea stratului depus. La debite reduse de pulbere (11 cm³/min) se constată valori ridicate al durității

(HV_{0,2} 654) comparabile cu valorile obținute cu energii ridicate în arc respectiv distanțe mici de pulverizare (figura 6.38). Creșterea debitului de pulbere ($25 \text{ cm}^3/\text{min}$) are ca efect diminuarea valorilor durităților măsurate (HV_{0,2} 560). Se poate constata de asemenea dependența dintre morfologia stratului și debitul de pulbere. Porozităților mari ale straturilor (figura 6.27) le corespund valori reduse ale durităților (figura 6.40), mecanismele prin care porozitatea este influențată de debitul de gaz plasmagen fiind prezentate deja.

Din punct de vedere statistic se poate observa că nu există o corelație lineară puternică între duritate și debitul de material de adaos, ceea ce înseamnă că dependența dintre cele două variabile este neliniară.

6.8 Măsurarea rugozității straturilor

Rugozitatea suprafețelor depuse prin pulverizare s-a măsurat utilizând un rugozimetru cu palpator, cu transformare progresivă a profilului.

Măsurarea rugozității s-a efectuat după direcția generatoarei probei cilindrice. Pentru fiecare probă s-au executat 10 măsurători.

Figura 6.41 prezintă profilul de măsurare a rugozității R_a , a înălțimii maxime și minime a profilului rugozității y_{pmax} și y_{vmax} , respectiv înălțimea maximă a profilului de referință. Dintre aceștia, în cadrul programului experimental s-a urmărit determinarea valorii parametrului R_a (abaterea medie aritmetică a profilului), acesta fiind considerat cel mai relevant pentru straturile pulverizate termic.



Figura 6.41. Parametrii caracteristici la măsurarea rugozității

În tabelul 6.10 sunt prezentate valorile medii ale rugozității măsurate pentru cele 15 probe analizate.

			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Nr. probă	I _p [A]	d _p [mm]	Q _p [1/h]	M _p [cm ³ /min]	Rugozitatea medie Ra [µm]
1	400	120	2200	18	10,6
2	400	90	2200	18	10,2
3	400	60	2200	18	9,5
4	450	120	2200	18	9,8
5	450	90	2200	18	9,4
6	450	60	2200	18	9,6
7	500	120	2200	18	9,9
8	500	90	2200	18	9,8
9	500	60	2200	18	9,3
10	450	90	1800	18	8,9
11	450	90	1400	18	8,7
12	450	90	2200	18	9,6
13	450	90	2200	11	9,0
14	450	90	2200	25	10,7
15	450	90	2200	18	10,4

Tabelul 6.10. Valorile rugozității straturilor

După cum se poate observa din tabelul 6.10, rugozitatea medie a straturilor se încadrează într-un interval foarte strâns, de aproximativ 2 µm.

Valorile determinate sunt tipice rugozităților straturilor ceramice, în speță de oxid de zirconiu stabilizat [63].

În figura 6.42 se prezintă influența intensității curentului precum și a distanței de pulverizare asupra rugozității straturilor.

Figura 6.43 ilustrează influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra rugozității straturilor, în cazul pulverizării de la diferite distanțe iar în figura 6.44 se prezintă influența distanței de pulverizare asupra stării suprafețelor pentru diferite valori ale curentului.

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (97%) pentru media valorilor rugozității și precizia de reglare a curentului (1%) respectiv abaterea medie a distanței de pulverizare (±3 mm) pe parcursul programului experimental.



Figura 6.42. Influența intensității curentului în arcul de plasmă și a distanței de pulverizare asupra rugozității straturilor



Figura 6.43. Influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra rugozității straturilor



Figura 6.44. Influența distanței de pulverizare asupra rugozității straturilor

Din figura 6.42 rezultă că cele mai mari valori ale rugozității corespund parametrilor de pulverizare cu energia în arc cea mai mică și distanța de pulverizare cea mai mare. Odată cu creșterea curentului din arcul de plasmă respectiv scăderea distanței de pulverizare, se observă o reducere a valorile rugozității.

Analizând graficele din 6.43 se poate observă că nu există o corelație liniară între rugozitate și intensitatea curentului de pulverizare. Morfologia suprafeței este dată de natura impactului dintre particulele topite total sau parțial și substrat. În cazul în care particula este complet topită sunt de așteptat rugozități mai mici decât în cazul particulelor topite parțial, cu vâscozitate mai mare.

Corelația relativă slabă dintre cele două variabile ($R^2 = 0,3 - 0,6$) se datorează mecanismelor mai complexe care controlează rugozitatea suprafeței și care sunt doar parțial controlate de curentul arcului de plasmă. În funcție de viteza de impact a particulelor pe substrat și vâscozitatea acestora, poate să apară sau nu fragmentarea în particule mai mici. Prin creșterea energiei în arc, energia termică transferată particulelor este mai mare, gradul de topire mai ridicat, fragmentarea de impact fiind în consecință mai mare. Fragmentarea de impact conduce la o rugozitate mai mică a suprafeței, și într-o oarecare măsură, la scăderea rugozității așa cum rezultă din figura 6.43.

Dependența dintre distanța de pulverizare și rugozitate este mai mare așa cum se poate observa în figura 6.44. Acesta este consecința faptului că varierea distanței de pulverizare se reflectă atât în modificarea energiei cinetice cât și a energiei termice a particulelor, influențând prin acest mod mai puternic fragmentarea acestora la impactul cu substratul, deci rugozitatea. În consecință, se poate observa (figura 6.44) că intervalul de valori ale rugozităților măsurate este mai larg decât în cazul varierii curentului de plasmă (figura 6.43).

În figurile 6.45 și 6.46 sunt prezentate influențele debitului de gaz plasmagen respectiv a debitului volumic de pulbere asupra rugozității straturilor.



Figura 6.45. Influența debitului de gaz plasmagen asupra rugozității straturilor

Figura 6.46. Influența debitului volumic de pulbere asupra rugozității straturilor

Segmentele prezentate indică intervalul de confidență (97%) pentru media rugozității și precizia de reglare a debitului de gaz plasmagen (3%) respectiv a debitului volumic

de pulbere (5%).

Corelația lineară puternică dintre cele două variabile ($R^2 = 0.9247$) se explică prin influența directă pe care o are debitul de gaz asupra energiei cinetice a particulelor. Așa cum s-a arătat, viteza de impact a particulelor pe substrat determină mecanismul de fragmentare ulterioară a acestora, cu influență directă asupra rugozității.

Valoarea mare a coeficientului de corelație lineară permite controlul eficient al rugozității prin ajustarea corespunzătoare a debitului gazului plasmagen.

Influența debitului masic de pulbere asupra rugozității, prezentat în figura 6.46, a rezultat în urma analizei statistice a celor 15 probe pulverizate cu parametrii diferiți. Corelația relativă puternică a celor două variabile ($R^2 = 0.8838$) se explică prin mecanismele prezentate deja.

În principiu, creșterea debitului masic are ca efect scăderea temperaturii finale a particulei, scăderea fluidității acesteia și deci reducerea fragmentării particulei în momentul impactului cu substratul. Acest lucru conduce la o rugozitate mai mare.

6.9 Analiza statistică de ansamblu a datelor experimentale

Prelucrarea datelor experimentale a avut ca scop caracterizarea influenței parametrilor de pulverizare asupra caracteristicilor stratului depus, prin determinarea unor relații matematice capabile să descrie dependența dintre acestea.

Atât pe baza rezultatelor experimentale, cât și din literatura de specialitate [116, 117, 118, 119], se desprinde concluzia că cea mai mare influență asupra calității stratului depus o au intensitatea curentului din arcul de plasmă respectiv distanța de pulverizare.

În acest sens programul experimental factorial organizat conține doi parametrii: curentul din arcul de plasmă (I_p) și distanța de pulverizare (d_p) .

Figura 6.47 prezintă modul de organizare a programului experimental factorial, de tip 3 x 3, cu doi parametrii cantitativi $(I_p \text{ si } d_p)$.

Caracteristicile analizate sunt: Porozitatea (Por), Rezistența la rupere (Rm), Duritatea (Dur) și Rugozitatea (Ra).



Figura 6.47. Organizarea experimentului factorial 3 x 3

Parametrii a căror influență este examinată sunt I_p și d_p , considerați din punct de vedere statistic variabile independente.

În scopul stabilirii tipului și formei modelului analitic care să descrie cel mai fidel influența parametrilor studiați, s-a utilizat un program comercial de calcul statistic, fiind simulate diferite ecuații matematice. În urma analizelor preliminare, s-a ajuns la concluzia că forma analitică cea mai potrivită pentru descrierea statistică a influenței parametrilor studiați este de forma:

Caracteristica =
$$ai \cdot I_p + ad \cdot d_p + aid \cdot I_p \cdot d_p + ai2 \cdot {I_p}^2 + ad2 \cdot {d_p}^2$$

Pentru fiecare dintre caracteristicile analizate, menționate mai sus, în tabelul 6.12 sunt prezentate valorile numerice ale coeficienților calculați.

Analiza celor corelațiilor statistice între caracteristicile studiate și parametrii de pulverizare s-a realizat prin metoda celor mai mici pătrate [120].

În Anexa 7 sunt prezentați pașii secvențiali ai programului de calcul statistic utilizat pentru determinarea relațiilor de regresie.

Caracteristica	ai	ad	aid	ai2	ad2	A _{med}	\mathbf{R}^2
Porozitatea, % vol.	0,471	-1,160	0,00207	-0,00089	0,00197	2,0442	0,9044
Rezistența la rupere, [N/mm ²]	-0,025	0,212	-0,00111	0,00016	0,00140	1,0313	0,6856
Duritate Vickers HV 0,2	-2,341	23,984	-0,00808	0,00387	-0,12296	31,3325	0,7729
Rugozitatea R₂ [µm]	0,022	0,110	-0,00019	-8,41942	-6,25461	0,1836	0,6906

Tabelul 6.11. Valorile numerice ale coeficienților calculați

Ecuațiile de regresie calculate, ale căror coeficienți sunt dați în tabelul 6.12, permit estimarea porozității, rezistenței la rupere, a durității Vickers și a rugozității cu o eroare medie de sub 5%, față de valorile măsurate. Aceste ecuații sunt valabile strict în intervalul de parametrii explorat și numai pentru condițiile în care s-a realizat programul experimental.

Așa cum se poate observa și din tabelul 6.11, coeficientul de intensitate a corelației (R^2) are cea mai mare valoare pentru porozitate, ceea ce indică dependența deterministă dintre cei doi parametrii cantitativi și porozitate. Valoarea mare a coeficientului de corelația lineară ($R^2 = 0,9044$) indică faptul că porozitatea poate fi controlată în mod eficient prin ajustarea corespunzătoare a curentului în arcul de plasmă respectiv a distanței de pulverizare.

Deoarece coeficientul aid (coeficientul produsului parametrilor analizați). nu este nul, cu un nivel de confidență de 95%, se poate afirma că între Ip și dp există o influență reciprocă.

Pentru caracterizarea influenței celorlalți doi parametri – debitul de gaz plasmagen (Qp) și debitul volumic de pulbere (Mp), s-au găsit ecuațiile de regresie liniară prezentate pe parcursul prezentului capitol și sintetizate în tabelul 6.12.

Așa cum se observă din tabelul 6.12, relațiile de regresie determinate pot estima cu fidelitate influența debitului de gaz plasmagen, respectiv a debitului de pulberi asupra porozității respectiv a rugozității straturilor.

De asemenea se pot stabili relații de regresie liniară cu corelații foarte bune debitul de gaz plasmagen respectiv debitul de pulbere și duritatea straturilor respectiv rezistenței la rupere a componentelor, cu toate că din punctul de vedere al tehnologiei de pulverizare, rezistența la rupere și duritatea fiind considerate caracteristici de material iar porozitatea și rugozitatea caracteristici ale tehnologiei de pulverizare.

Relațiile din tabelul 6.12 permit controlul relativ precis al caracteristicilor de strat prin ajustarea corespunzătoare a parametrilor de pulverizare. Aceste relații sunt valabile numai pentru intervalele prezentate de variație ale parametrilor și numai pentru condițiile în care s-a realizat programul experimental.

Caracte- ristica	Parametrul	Funcția de regresie lineară	Coeficientul de intensitate a corelației lineare (R ²)	Observații
Porozitate	Qp [l/min]	$Por = -0.0018 \times Qp + 17.45$	1	Corelație f. puternică
[% vol.]	Mp [cm ³ /min]	Por = 0.3471 x Mp + 4.0648	0,9984	Corelație f. puternică
Rezistența la rupere, [N/mm²[Qp [l/min]	Rm = 0.003 x Qp + 1.8667	0,9643	Corelație f. puternică
	Mp [cm³/min]	$Rm = -0.4643 \times Mp + 16.357$	0,9993	Corelație f. puternică
Duritate, HV0,2	Qp [l/min]	HV0,2 = 0.0375 x Qp + 439.17	0,9941	Corelație f. puternică
	Mp [cm ³ /min]	Dur = -6,7143 x Mp + 712,86	0,766	Corelație puternică
Rugozitatea [µm]	Qp [l/min]	Ra= 0,0011 x Qp + 7,1358	0,9247	Corelație f. puternică
	Mp [cm ³ /min]	Ra = 0,1229 x Mp + 7.8286	0,8838	Corelație puternică

Tabelul 6.12. Influența parametrilor de pulverizare asupra caracteristicilor stratului depus

6.10 Încercarea la șoc termic

Încercarea la șoc termic este foarte importantă pentru piesele de ZPS realizate prin generarea formei prin pulverizare, deoarece principalele solicitări la care sunt supuse aceste piese (ajutaje) în timpul funcționării sunt variațiile bruște de temperatură. Pe de altă parte, prin încercarea la șoc termic s-a urmărit evidențierea rezistenței mai bune la șoc termic a componentelor realizate prin această metodă în comparație cu straturile depuse pe suport metalic.

Procesele de încălzire rapidă - răcire rapidă provoacă în straturile de grosimi mici apariția unor tensiuni interne localizate la interfața strat - substrat [75]. Tensiunile care apar se datorează diferențelor de dilatare/contracție dintre substratul metalic și statul ceramic. În cazul pieselor realizate prin generarea formei prin pulverizare nu există substrat metalic. Așa cum s-a văzut în Capitolul 5 tensiunile reziduale din straturi sunt mici, deci degradarea straturilor datorită tensiunilor interne nu ar trebui să fie semnificativă.

Ciclul termic (încălzire-răcire) utilizat s-a adoptat în funcție de condițiile de lucru ale unui ajutaj de evacuare a gazelor fierbinți respectiv în concordanță cu normative specializate pentru încercări la șoc termic [114].

Regimurile de încălzire cu viteze de aproximativ 55 °C/s duc la o încălzire locală accentuată, fiind specifice șocurilor termice [114].

Răcirea rapidă cu viteze mari (110 - 120 °C/s) provoacă local tensiuni interne ce se pot clasifica în :

- tensiuni de ordinul II care apar datorită anizotropiei elastice între părți ale rețelei cristaline orientate diferit și au valori constante în limitele acestor părți [32];
- tensiuni ce se datorează modificărilor de volum ce apar la transformările structurale (din tetragonal în monociclic) [81].

Se cunosc o serie de metode de testare a influenței ciclurilor termice în producerea unor șocuri termice cu diferiți gradienți de temperatură.

Metoda de încercare a rezistenței la șocuri termice este descrisă în continuare. iar schema de principiu este prezentată în figura 6.48. [34, 35]

Probele cilindrice din ceramică 1 (ϕ 32 x 60 mm) se fixează diametral opus pe brațele dispozitivului de rotire, unde se încălzesc cu flacără oxiacetilenică ...2^{**}. Funcție de distanța între suprafața probei și vârful flăcării se asigură temperatura maximă de încălzire.

Conform diagramei de încălzire – răcire (figura 6.49), încălzirea se realizează cvasiuniform până la atingerea temperaturii maxime prestabilite (în cazul de față 1 200 0 C). La atingerea acestei temperaturi probele "1" execută o mișcare de rotație de 180⁰ prin intermediul unui motor electric "3". Când proba ajunge în dreptul dispozitivului de răcire, pe suprafața stratului ceramic se acționează cu un jet de aer comprimat prin tubul "5" un timp (t₄) de 10s, după care proba rămâne în aer timp t₅ = 12s până la reluarea ciclului de încălzire.

Numărul șocurilor termice (cicluri de încălzire - răcire) se înregistrează prin intermediul numărătorului de rotații atașat motorului de antrenare.



Figura 6.48. Schița dispozitivului experimental de testare la șocuri termice

În figura 6.49 este prezentată diagrama ciclului termic al încercării derulate în cadrul prezentului program experimental.



Figura 6.49. Diagrama ciclului termic

În care:

- $t_1 = 4$ s - timpul în care piesa trece de la dispozitivul de răcire la cel de încălzire

- $t_2 = 22$ s - timpul de încălzire a piesei

- $t_3 = 4$ s - timpul de trecere de la dispozitivul de încălzire la cel de răcire

- $t_4 = 10$ s - timpul de răcire cu aer comprimat

- $t_5 = 12$ s - intervalul de timp dintre finalul operației de răcire și trecerea piesei spre dispozitivul de încălzire

Timpii prezentați s-au dimensionat experimental, astfel încât să fie îndeplinite vitezele de încălzire-răcire stabilite.

Probele s-au supus unui număr de 1 000 de cicluri termice în conformitate cu cerințele normativelor de specialitate [114].

În figura 6.50 este prezentat dispozitivul de încercare la șoc termic în timpul funcționării, iar figura 6.51 ilustrează un detaliu cu componenta ceramică încălzită.



Figura 6.50. Dispozitivul experimental de testare la şocuri termice



Figura 6.51. Încălzirea componentei cilindrice

După efectuarea celor minim 1 000 cicluri de încălzire-răcire conform diagramei din figura 6.49, probele au fost studiate atât macroscopic cât și microscopic.

Aspectul macroscopic al unei probe ceramice încercate la șoc termic este ilustrat în figura 6.52. Datorită influenței mai reduse asupra caracteristicile straturilor a debitului de gaz plasmagen, respectiv a debitului de pulbere, la încercarea la șoc termic au fost supuse numai probele la care la pulverizare s-au modificat curentul în arcul de plasmă respectiv distanța de pulverizare.

În Anexa 5 se pot observa cele 9 probe, așa cum au rezultat în urma încercării.



Figura 6.52. Aspectul macroscopic al unei probe încercate la șoc termic

În figura 6.53 se prezintă aspectul microscopic al straturilor pulverizat, în urma testului de șoc termic, pentru proba 1.

În Anexa 6 se poate observa aspectul microscopic al straturilor celor 9 probe. în urma încercării la șoc termic.

Examinarea microstructurii s-a efectuat prin microscopie optică.



Figura 6.53. Aspectul microscopic al stratului probei 1, în urma testului de șoc termic

În urma examinărilor efectuate asupra probelor după încercarea la șoc termic se pot desprinde următoarele concluzii:

Analiza macrostructurii

- toate cele 9 probe au trecut cu succes testul de şoc termic (peste 1 000 de cicluri).
 nici una dintre ele neprezentând defecte de tip fisuri, ciupituri marginale, exfolieri, arderi locale etc., din acest punct de vedere fiind net superioare straturilor depuse pe substrat metalic a căror rezistență este mult mai mică [81, 114];
- după cum se poate observa din figurile prezentate în Anexa 5, la unele probe, în partea mai apropiată de flacăra de încălzire (cea marcată cu săgeată) apare o schimbare de culoare înspre galben închis – maro. Aceasta se datorează utilizării unei flăcări mai carburante, care a afumat probele;
- imediat după încercarea de şoc termic se poate observa o deschidere a nuanței de galben (înspre alb) a probelor. Această modificare de culoare se datorează dezoxidării stratului ceramic prin arderea oxigenului în timpul încercării. Culoarea probelor revine însă la cea inițială într-un interval scurt de timp (câteva minute);
- nu se observă modificări de volum sau ale grosimii de strat, nici chiar în porțiunea puternic solicitată termic.

Analiza microstructurii

- analizând comparativ microstructurile probelor înainte şi după încercarea la şoc termic (Anexele 4 şi 6) la nivel microstructural se poate observa că dimensiunile porilor sunt mai mari, trecând peste valori de 30 µm care sunt maxime pentru probele neîncercate. Aceasta poate fi rezultatul arderii particulelor celor mai mici şi slab ancorate în strat ce compun interiorul unui por.
- creșterea porilor se poate datora și suflării particulelor ancorate mai slab din interiorul porilor sau din stratul depus, de către jetul de aer pe parcursul răcirii probelor;
- nu se constată formarea unei rețele de fisuri la nivel microstructural (așa cum este tipic straturilor depuse pe substrat metalic) [81]. Se pot însă observa fisuri individuale dispersate pe întreaga secțiune a stratului;
- imaginile microscopice relevă aspectul mai vitros al straturilor ceramice, acesta fiind consecința supraîncălzirilor repetate ale straturilor.

6.11 Determinarea tensiunilor reziduale utilizând fascicole incidente

Așa cum s-a arătat în capitolele anterioare, straturile realizate prin pulverizare termică prezintă particularități care nu întotdeauna sunt în avantajul funcționalității piesei.

Una dintre aceste caracteristici este starea de tensiuni reziduale care peste un anumit nivel poate conduce la fisurare stratului depus.

Una dintre metodele (experimentale) de evaluare a stării de tensiuni reziduale din straturile pulverizate este cea utilizând fascicule de energie.

Metodele experimentale de determinare a tensiunilor din strat vor completa sau vor fi completate întotdeauna de metodele teoretice (analitice sau numerice) de determinare a tensiunilor.

De altfel, unul dintre obiectivele programului experimental de determinare a tensiunilor reziduale utilizând fascicole incidente a fost acela de a compara rezultatele obținute pe cale experimentală cu cele obținute prin metode teoretice de calcul. în scopul validării sau nu a acestora. În acest sens, la ambele metode experimentale de analiză ce vor fi prezentate în continuare, cel puțin una dintre piesele investigate este identică cu cele utilizate la modelul analitic de calcul.

Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție (de raze X sau neutroni) se face prin măsurarea deformațiilor produse în material, deformații ce apar datorită unor solicitări externe.

Principial aceste deformații se determină prin măsurarea distanțelor interplanare d ale rețelei cristaline a materialului investigat și compararea cu valoarea de referință d_0 considerată în cazul în care materialul nu are tensiuni reziduale.

Cunoscând lungimea de undă a fasciculului λ incident și unghiul de difracție 20 corespunzător unui plan hkl considerat, prin aplicarea legii lui Bragg se poate determina distanța interplanară d_{hkl} (unde h, k și l sunt indicii Miller ai rețelei cristaline a materialului studiat). [121]

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \tag{6.1}$$

Deformația e poate fi obținută de asemenea prin integrarea legii lui Bragg: [122]

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d_0} = -ctg\theta_0 \Delta \theta \qquad (\Delta \theta = \theta - \theta_0) \tag{6.2}$$

unde d_0 este distanța interplanară a materialului investigat, în cazul în care nu există tensiuni reziduale.

Tensiunile reziduale sunt calculate folosind legea lui Hooke, forma generalizată fiind:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl}$$
 (2.5) sau $\varepsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl}$ (6.3)

unde C este tensorul de rigiditate, iar S este tensorul de elasticitate al materialului. În cazul unei stări triaxiale de tensiuni, ecuația (6.3) se scrie:

$$\sigma_{i} = \frac{E}{(1+\upsilon)(1-2\upsilon)} [(1-\upsilon)\varepsilon_{i} + \upsilon(\varepsilon_{j} + \varepsilon_{k})]$$
(6.4)

unde i, j, k = X, Y, Z (axele sistemului de referință), E modulul lui Young iar v coeficientul lui Poisson.

6.11.1 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție cu radiații X

6.11.1.1 Considerații teoretice

Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție cu radiații X este metoda de măsurare cu cea mai largă răspândire datorită în primul rând modului de lucru facil, precum și costului redus al echipamentului de lucru. Unicul dezavantaj este dat de puterea limitată de penetrare a radiațiilor X în material.

Deformația din materialul probei se măsoară cu formula 6.5. [122]

$$\left(\varepsilon_{33}\right)_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} \tag{6.5}$$

Deformația se determină după direcțiile spațiale ϕ și ψ , așa cum se poate observa și în figura 6.54, în care: A (1,2,3) este sistemul de referință al probei (A1 și A2 în planul de măsurare a probei iar A3 normala), C sistemul de referință al rețelei cristaline a probei, L (1',2',3') sistemul de referință de laborator (de măsurare), L3 = Q – direcția de incidență a fasciculului de raze X, ϕ și ψ unghiurile spațiale făcute de fasciculul incident cu sistemul de axe (1,2,3) (ψ – unghiul făcut de proiecția direcției de măsurare cu axa A1 iar ϕ – unghiul dintre direcția de măsurare cu axa A3).



Figura 6.54. Direcțiile spațiale de măsurare

Uzual prezintă interes deformațiile care apar după direcțiile sistemului de axe (1,2,3), direcția fasciculului incident fiind după axa 3'. Folosind proprietățile tensorului deformației, vom avea:

$$\varepsilon'_{33} = a_{3i}a_{3j}\varepsilon_{ij} \tag{6.6}$$

Prin rotirea sistemului de referință (L) (de măsurare) față de sistemul de referință (A). matricea de rotație va avea forma:

$$a_{ij} = \begin{bmatrix} \cos\varphi\cos\Psi & \sin\varphi\cos\Psi & -\sin\Psi\\ -\sin\varphi & \cos\varphi & 0\\ \cos\varphi\sin\Psi & \sin\varphi\sin\Psi & \cos\Psi \end{bmatrix}$$
(6.7)

Folosind ecuația (6.5) și introducând elementele din (6.6) în (6.7), avem:

$$d_{\varphi\Psi} = d_0 [1 + (\varepsilon_{11} \cos^2 \varphi + \varepsilon_{22} \sin^2 \varphi + \varepsilon_{12} \sin 2\varphi) \sin^2 \psi + \varepsilon_{33} \cos^2 \psi + (\varepsilon_{13} \cos \varphi + \varepsilon_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi]$$
(6.8)

Ținând cont că uzual se fac investigații pe materiale policristaline, care prezintă un anumit grad de anizotropie, pentru eliminarea acestei deficiențe se vor introduce constantele de elasticitate radiocristalografice S_1 și S_2 .

$$(S_1)_{hkl} = -\left(\frac{\nu}{E}\right)_{hkl} \qquad \left(\frac{1}{2}S_2\right)_{hkl} = \left(\frac{1+\nu}{E}\right)_{hkl}$$

unde E modulul lui Young iar v coeficientul lui Poisson al materialului.

Legătura între tensiunea reziduală și deformația unui material policristalin se poate scrie utilizând legea lui Hooke generalizată:

$$\varepsilon_{ij} = 1/2S_2 \sigma_{ij} + \delta_{ij} S_1 \sigma_{kk} \tag{6.9}$$

Introducând (6.8) în (6.9) și egalând deformațiile (din 6.9 și 6.5) avem:

$$\left(\frac{d_{\varphi\psi} - d_{0}}{d_{0}}\right)_{hkl} = \left(\frac{1}{2}S_{2}\right)_{hkl} (\sigma_{11}\cos^{2}\varphi + \sigma_{22}\sin^{2}\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi - \sigma_{33})\sin^{2}\psi + \left(\frac{1}{2}S_{2}\right)_{hkl} \sigma_{33} + (S_{1})_{hkl} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \left(\frac{1}{2}S_{2}\right)_{hkl} (\sigma_{13}\cos\varphi + \sigma_{23}\sin\varphi)\sin 2\psi$$

$$(6.10)$$

Ecuația 6.10 este **Ecuația fundamentală a tensiunii reziduale** [122] și este ecuația de bază în domeniul investigațiilor pentru măsurarea tensiunii reziduale prin difracție de radiații X.

Starea biaxială de tensiuni

Metoda triaxială "pură" (în care se consideră starea de tensiuni triaxială, ca în ecuația 6.10) nu are o aplicabilitate foarte mare deoarece, datorită condițiilor fizice ale materialului sau datorită configurației probei, calculul lui d este deosebit de laborios iar erorile de calcul au valori semnificative.

Din aceste considerente se impune un studiu atent al aplicațiilor concrete în ideea introducerii unor ipoteze simplificatoare.

Prima condiție este aceea că tensiunile transversale - după direcția normală la suprafața probei măsurate - pot fi neglijate ($\sigma_{33} = 0$) în cazul probelor cilindrice. În aceste condiții avem:

$$\left(\frac{d_{\varphi\psi} - d_{0}}{d_{0}}\right)_{hkl} = \left(\frac{1}{2}S_{2}\right)_{hkl} \left(\sigma_{11}\cos^{2}\varphi + \sigma_{22}\sin^{2}\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi\right)\sin^{2}\psi + (S_{1})_{hkl} \left(\sigma_{11} + \sigma_{22}\right) + \left(\frac{1}{2}S_{2}\right)_{hkl} \left(\sigma_{13}\cos\varphi + \sigma_{23}\sin\varphi\right)\sin 2\psi$$
(6.11)

Datorită valorii fizice neglijabile se poate de asemenea elimina termenul $sin2\psi$ Ecuația 6.11 devine:

$$\left(\frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0}\right)_{hkl} = \left(\frac{1}{2}S_2\right)_{hkl} \sigma_{\varphi} \sin^2 \psi + (S_1)_{hkl} (\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

$$\text{unde: } \sigma_{\varphi} = \sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi + \sigma_{12} \sin^2 \varphi$$
(6.12)

Ecuația 6.12 se mai numește și **Ecuația sin**² ψ și se utilizează în majoritatea cazurilor practice. Măsurând în două direcții ortogonale, $\varphi = 0^{\circ}$ si $\varphi = 90^{\circ}$, obținem un sistem de două ecuații [122]:

$$d_{0,\psi} = d_0 \left(1 + \frac{1}{2} S_2 \sigma_{11} \sin^2 \psi + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22})\right)$$

$$d_{90,\psi} = d_0 \left(1 + \frac{1}{2} S_2 \sigma_{22} \sin^2 \psi + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22})\right)$$
(6.13)

din care, ținând cont și de graficul $d = d(\sin^2 \psi)$ și cunoscând S₁ si S₂, obținem valorile pentru σ_{11} si, respectiv, σ_{22} .

Graficul d(sin² Ψ) nu este întotdeauna liniar. În prezența tensiunilor transversale σ_{13} și σ_{23} apare așa numitul fenomen Ψ -splitting (diviziunea ψ). Curba d(sin² Ψ) este împărțită în două sectoare, pentru Ψ >0 și pentru Ψ <0 (pentru sin² Ψ >0 sau <0).

În acest caz măsurătorile pentru determinarea valorii $d_{\phi,\psi}$ în funcție $\sin^2\psi$ trebuie executate în plan perpendicular pe suprafața probei, folosindu-se trei unghiuri de măsurare ϕ ($\phi = 0^{\circ}$, 45°, 90°). Combinațiile ε_{ii} și ε_{ik} pot fi determinate din rezultatele măsurătorilor $d_{\phi,\psi}$ funcție $\sin^2\psi$, iar tensiunile σ_{ii} și σ_{ik} pot fi evaluate folosind legea lui Hooke. În continuare poate fi determinat tensorul tensiunii.

În figura 6.55 se prezintă curba $d_{\phi,\psi}$ în funcție sin² ψ pentru cele trei cazuri ce pot fi întâlnite în practică: a). inexistența tensiunilor transversale;

b). existența tensiunilor transversale;

c). existența tensiunilor de capăt.



6.11.1.2 Rezultate experimentale ale difracției de radiații X

Programul experimental a avut ca principal scop evaluarea stării de tensiuni de suprafață a probelor conice de ZPS realizate prin metoda generării formei prin pulverizare.

S-a urmărit determinarea diferențelor valorilor tensiunilor reziduale din probele conice la care extragerea piesei suport s-a realizat prin trei metode diferite:

- prin dizolvare chimică;

- prin topire;

- prin răcire rapidă, piesa fiind realizată în mod similar cu proba conică utilizată la calculele teoretice de al tensiunilor reziduale (prezentate în Capitolul 5).

Față de modelul general de calcul prezentat anterior, în cazul concret al măsurătorilor pe probe conice, sistemul de axe principale (1,2,3) va fi format din:

- axa longitudinală (axială). în care ε_{11} devine ε_L deformația longitudinală, iar σ_{11} devine σ_L tensiunea longitudinală;
- axa tangențială, în care ε_{22} devine ε_{0} deformația tangențială, iar σ_{22} devine σ_{0} tensiunea tangențială;
- axa radială, în care ε_{33} devine ε_r deformația radială, iar σ_{33} devine σ_r tensiunea radială.

Difracția cu radiații X s-a realizat la Institutul de fizică Hahn-Meitner Institute - BENSC din Berlin pe difractometrul X1 ilustrat în figura 6.56.



Figura 6.56. Difractometrul cu radiații X - X1

Măsurătorile s-au focalizat pe peak-ul Bragg (302) pentru oxid de zirconiu, găsit la un unghi 2θ =118°.

S-a utilizat un fascicul incident având ca sursă de radiație CoK α , cu lungimea de undă λ =1,7889 Å.

Forma fasciculului utilizat: cilindrică, având diametrul de 1 mm.

Unghiurile (ϕ , ψ) utilizate sunt:

2 unghiuri φ : 0° și 90°

9 unghiuri ψ : 0°, ±28°, ±36°, ±42°, ±50°.

Informațiile ce rezultă în timpul măsurătorilor sunt stocate și prelucrate cu programe de calcul specializate, utilizând perifericele (PC-uri) conectate la difractometru.

Valorile tensiunilor reziduale (longitudinale și tangențiale) obținute sunt prezentate în figurile 6.57, figura 6.58 respectiv tabelul 6.13.



Modul de îndepărtare a suportului

Figura 6.57. Tensiuni reziduale longitudinale



Modul de îndepărtare a suportului

Figura 6.58. Tensiuni reziduale tangențiale

Tabelul 6.13.	Valorile	tensiunilor	reziduale	determinate

Metoda de îndepărtare a suportului	Tensiunea longitudinală [MPa]	Tensiunea tangențială [MPa]
Răcire rapidă	-3	5
Topire	-2	3
Dizolvare chimică	-2	2

Așa cum se poate observa din cele două figuri respectiv tabelul 6.13, tensiunile reziduale (determinate pe cale experimentală) din straturile superficiale ale probelor au valori reduse, nivelul mediu al tensiunilor fiind mult sub valorile determinate în straturile depuse pe substraturi metalice.

Comparând valorile tensiunilor reziduale determinate prin difracție de raze X din proba la care îndepărtarea suportului s-a realizate prin răcire rapidă cu cele determinate pe cale analitică. se pot constata de asemenea valori foarte apropiate. ceea ce poate confirma valabilitatea celor trei metode de calcul utilizate.

Analizând rezultatele obținute, din punct de vedere al modului de îndepărtarea al suportului, se poate constata că cele mai mari valori se regăsesc în probele la care îndepărtarea s-a făcut prin răcire rapidă. Nivelul mai redus al tensiunilor din probele la care îndepărtarea s-a realizat prin topire se poate datora faptului că dilatarea până la topire a suportului nu mai introduce tensiuni suplimentare semnificative, deoarece dilatarea suportului s-a mai produs odată în timpul pulverizării, deci la îndepărtare nu mai apar solicitări suplimentare ci chiar apare o relaxare a tensiunilor (față de îndepărtarea prin răcire rapidă), cea de a două încălzire având un efect de detensionare.

Este mai dificil de explicat de ce tensiunile care apar la dizolvare chimică sunt mai reduse decât la răcire bruscă. Se poate considera că soluția apoasă utilizată pentru dizolvare chimică a pătruns prin capilaritate în microfisurile din strat, iar în timpul dilatării-răcirii (de mică intensitate) caracteristice procesului de dizolvare poate să apară un efect de pană, care va duce la propagarea fisurii. Propagarea fisurilor are ca principal efect detensionarea stratului.

Se poate observa de asemenea că rezultatele sunt afectate de erori de măsurare destul de ridicate. Cauza principală este anizotropia, respectiv neomogenitatea ridicată a stratului, ceea ce face ca timpul de definire a unui peak semnificativ să fi mare. Dispersia stratului difractat este ridicată, ceea ce face ca achiziția datelor despre peak-ul investigat să fie anevoioasă, deci prelucrarea rezultatelor va fi afectată de erori.

6.11.2 Determinarea tensiunilor reziduale prin difracție de neutroni

6.11.2.1 Considerații teoretice

Difracția de neutroni este o altă metodă nedistructivă de determinare a stării tensiunilor triaxiale care apar în rețeaua cristalină a materialului analizat.

Față de investigațiile cu radiații X, fasciculul de neutroni are o adâncime de penetrare mai mare (de ordinul milimetrilor) în materialele policristaline, ceea ce permite efectuarea măsurătorilor în profunzime, fără a fi necesară o prelucrare specială a suprafeței examinate.

Principiul procedeului

Difracția de neutroni permite măsurarea distanțelor interplanare d(hkl) ale unei familii de plane cristaline {hkl}, utilizând legea lui Bragg. Principiul procedeului este ilustrat în figura 6.59. [123, 124]

Deformațiile din material se traduc pentru rețeaua cristalină prin variațiile distanțelor interplanare.



Figura 6.59. Principiul procedeului difracției de neutroni

Deformațiile corespunzătoare distanțelor interplanare măsurate sunt calculate începând cu ecuația 6.14, în funcție de o distanță interplanară de referință d(hkl) măsurată pentru o pulbere; $d_0(hkl)$ este distanța interplanară a familiei de plane {hkl} în absența tensiunilor. [124, 125]

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \tag{6.14}$$

unde: $\varepsilon_{\phi\Psi}$ - deformarea familiilor de plane cristaline {hkl} în direcția definită de unghiurile ϕ și Ψ , după cum se poate observa și în figura 6.60.



Figura 6.60. Poziționarea unghiurilor de măsurare ϕ și ψ

În cazul unui material omogen și izotrop, deformarea $\varepsilon_{\phi\Psi}$, poate să fie scrisă în funcție de componentele tensorului de deformație:

$$\varepsilon_{\varphi\Psi} = a_1^2 \varepsilon_{xx} + a_2^2 \varepsilon_{yy} + a_3^2 \varepsilon_{zz} + 2a_1 a_2 \varepsilon_{xy} + 2a_1 a_3 \varepsilon_{xz} + 2a_2 a_3 \varepsilon_{yz}$$
(6.15)

unde: $a_1 = \sin \Psi \cos \varphi$ $a_2 = \sin \Psi \sin \varphi$ $a_3 = \cos \Psi$

Înlocuind în ecuația 6.15 avem:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \sin^2 \psi \cos^2 \varphi \varepsilon_{xx} + \sin^2 \psi \sin^2 \varphi \varepsilon_{yy} + \cos^2 \psi \varepsilon_{zz} + \sin^2 \psi \sin 2\varphi \varepsilon_{xy} + + \sin 2\psi \cos \varphi \varepsilon_{xz} + \sin 2\psi \sin \varphi \varepsilon_{yz}$$
(6.16)

Determinarea stării de deformații bidimensionale: metoda sin² Ψ

Metoda $\sin^2 \Psi$ permite, prin fixarea valorii lui φ și variind unghiul Ψ , determinarea stării de deformații bidimensionale în planul definit de unghiul φ ; curba $\varepsilon_{\varphi\Psi} = f(\sin^2 \varphi)$ prezintă atunci o formă eliptică. [124]

• Dacă unghiul φ este fixat la 0⁰, ecuația 6.16 devine :

 $\varepsilon_{\varphi\psi} = \sin^2 \psi (\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{zz}) + \varepsilon_{zz} + \sin 2\psi \varepsilon_{xz}$ curba obținută permite determinarea lui $\varepsilon_{xx}, \varepsilon_{zz}, \varepsilon_{xz}$ (Conform figurii 6.61 a)

• Dacă unghiul φ este fixat la 90⁰, ecuația 6.16 devine :

 $\varepsilon_{\varphi\psi} = \sin^2 \psi (\varepsilon_{yy} - \varepsilon_{zz}) + \varepsilon_{zz} + \sin 2\psi \varepsilon_{yz}$

curba obținută permite determinarea lui ε_{yy} , ε_{zz} , ε_{yz} (Conform figurii 6.61 b)



Figura 6.61. Starea de deformare bidimensională în planul definit de unghiul ϕ

Dacă direcțiile tensiunilor deformațiilor principale coincid cu axele principale ale reperului luat pentru starea de echilibru, ε_{xy} , ε_{xz} , ε_{yz} (sau σ_{xy} , σ_{xz} , și σ_{yz}) sunt nule. și deformațiile ε_{xx} , ε_{yy} , și ε_{zz} devin deformații principale ε_{11} , ε_{22} și ε_{33} ; ecuația 6.16 devine atunci:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \sin^2 \psi (\cos^2 \varphi \varepsilon_{11} + \sin^2 \varphi \varepsilon_{22} - \varepsilon_{33}) + \varepsilon_{33}$$
(6.17)

În aceste condiții, deformațiile $\varepsilon_{\phi\Psi}$ măsurate pentru un unghi ϕ fixat variază deci liniar cu sin² Ψ ; este atunci posibil, cu $\phi = 90^{0}$ fix, determinarea valorilor deformațiilor ε_{11} și ε_{33} (conform figurii 6.45 a), iar pentru $\phi = 0^{0}$ fix, determinarea valorilor deformațiilor ε_{22} și ε_{33} (conform figurii 6.45 b).[124]



Figura 6.62. Deformațiile $\epsilon_{\phi\Psi}$ măsurate pentru un unghi ϕ fixat

Calculul tensiunilor

În cazul în care starea de deformații nu depăşește limita elasticității materialului tensiunile reziduale pot fi calculate prin determinarea deformațiilor, utilizând legea lui Hooke generalizată:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 (\sin^2 \psi \cos^2 \varphi \sigma_{xx} + \sin^2 \psi \sin^2 \varphi \sigma_{yy} + \cos^2 \psi \sigma_{zz} + \sin^2 \psi \sin 2\varphi \sigma_{xy} + \sin^2 \psi \sin 2\varphi \sigma_{xy} + \sin^2 \psi \sin 2\varphi \sigma_{yz} + \sin^2 \psi \sin \varphi \sigma_{yz} + S_1 (\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz})$$
(6.18)

Unde S_1 și $1/2S_2$ sunt constantele de elasticitate radiocristalografice a familiilor de plane difractate (hkl) utilizate pentru măsurări; în ipoteza în care coeficientul anizotropic al cristalului este egal cu 1, acești parametrii, în funcție de constantele E(hkl) și v(hkl), sunt prezentați în ecuațiile următoare:

$$S_{1}(hkl) = -\frac{\nu(hkl)}{E(hkl)} \qquad \qquad \frac{1}{2}S_{2}(hkl) = \frac{1+\nu(hkl)}{E(hkl)} \tag{6.19}$$

În cazul unde direcțiile tensiunilor principale corespund cu axele de reper, la echilibru $(\sigma_{xy} = \sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0; \sigma_{xx} = \sigma_{11}, \sigma_{yy} = \sigma_{22}, \sigma_{zz} = \sigma_{33})$, ecuația 6.18, devine:

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 (\sin^2 \psi \cos^2 \varphi \sigma_{11} + \sin^2 \psi \sin^2 \varphi \sigma_{22} + \cos^2 \psi \sigma_{33}) + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (6.20)$$

Tensiunile principale pot să fie relatate în funcție de deformațiile principale prin sistemul de ecuații următor:

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{11} + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) = \frac{1}{E} (\sigma_{11} - v\sigma_{22} - v\sigma_{33})$$

$$\varepsilon_{22} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{22} + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) = \frac{1}{E} (-v\sigma_{11} + \sigma_{22} - v\sigma_{33})$$

$$\varepsilon_{33} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{33} + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) = \frac{1}{E} (-v\sigma_{11} - v\sigma_{22} + \sigma_{33})$$
(6.21)

Tensiunile fiind:

$$\sigma_{11} = \frac{E}{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)} [(1-\nu)\varepsilon_{11} + \nu\varepsilon_{22} + \nu\varepsilon_{33}]$$

$$\sigma_{22} = \frac{E}{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)} [\nu\varepsilon_{11} + (1-\nu)\varepsilon_{22} + \nu\varepsilon_{33}]$$

$$\sigma_{33} = \frac{E}{(1+\nu) \cdot (1-2\nu)} [\nu\varepsilon_{11} + \nu\varepsilon_{22} + (1-\nu)\varepsilon_{33}]$$
(6.22)

6.11.2.2 Rezultate experimentale ale difracției de neutroni

Programul experimental s-a axat pe determinarea nivelului tensiunilor reziduale din probele cilindrice realizate cu parametri diferiți de pulverizare. Scopul programului experimental a fost acela de a se determina influența parametrilor de pulverizare asupra stării de tensiuni reziduale din straturile depuse. De asemenea s-a urmărit efectuarea unui studiu comparativ între rezultatele obținute pe cale teoretică și cele obținute pe cale experimentală.

Cele trei probe investigate (denumite în continuare proba 1, proba 2 și proba 3) au fost realizate cu parametrii corespunzători pozițiilor 2, 5 și 8 din tabelul 6.6. În speță s-a urmărit influența intensității curentului în arcul de plasmă asupra nivelului tensiunilor reziduale din straturi, intensitatea curentului fiind considerată unul dintre principalii parametri de pulverizare, ce poate afecta semnificativ calitatea stratului.

Proba 2 investigată este similară probei cilindrice analizate pe cale analitică, respectiv numerică (prezentate în Capitolul 5).

Programul experimental de măsurători s-a desfășurat la Neutron Research Laboratory din Studsvik Suedia pe un difractometru (REST) prezentat în figura 6.63. având caracteristicile tehnice prezentate în tabelul 6.14.



Figura 6.63. Difractometrul REST, terminalul 3

Instrumont	Difractometru biaxial pentru determinarea tensiunilor				
	reziduale și a rețelei cristaline				
Managemetan	Dublă focalizare Si (331)				
wonocromator.	Domeniul unghiului de baleiaj 84° - 90°				
Lungimi de undă:	1,66 - 1.76 Å				
Fluxul fasciculului:	$1,3 \ 10^6 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$				
Dimensiunea	Orizontal: 0,6 - 30 mm;				
fasciculului:	Vertical: 1 - 40 mm				
Rezoluție:	FWHM 0,18° la 90° măsurat cu pulbere de Si				
Domeniul					
unghiurilor de	$-140^{\circ} < 2 \theta < 140^{\circ}$				
poziționare:					
Detector:	100 mm Ordela ³ He PSD; poate fi poziționat la 50-100 cm de centrul goniometric.				

Investigațiile din cadrul programul experimental s-au focalizat pe peak-ul Bragg (220) pentru oxid de zirconiu la un unghi $2\theta = 84^{\circ}$.

Lungimea de undă a fasciculului incident $\lambda = 1,704$ Å

Dimensiunile fasciculului incident:

- 0.6 mm x 10 mm pentru direcția radială și tangențială de măsurare;

- 0.9 mm x 10 mm pentru direcția axială de măsurare;

Lățimea fantei detectoare este de 0,6 mm pentru direcțiile radială și tangențială. respectiv 0,9 mm pentru direcția axială a, fiind astfel definit un volum de măsurare de $0,6 \ge 0,6 \ge 10 \text{ mm}^3$ respectiv 0,9 $\ge 0,9 \ge 0,9 \ge 10 \text{ mm}^3$.

Ca și în cazul difracției de Raze X, față de modelul general de calcul prezentat anterior, în cazul concret al investigațiilor asupra probelor cilindrice, sistemul de axe principale (x,y,z) va fi formată din:

- axa longitudinală (axială), în care ε_{11} devine ε_L deformația longitudinală iar σ_{11} devine σ_L tensiunea longitudinală;
- axa tangențială, în care ε_{22} devine ε_{θ} deformația tangențială iar σ_{22} devine σ_{θ} tensiunea tangențială;
- axa radială, în care ε_{33} devine ε_r deformația radială iar σ_{33} devine σ_r tensiunea radială.

În continuare, sunt prezentate principalele rezultatele corespunzătoare derulării etapelor de lucru ale programului experimental:

- Valorile unghiului 2θ măsurate pe cele trei probe sunt prezentate în tabelul 6.15. Datorită anizotropiei straturilor ceramice, valorile determinate au fost corectate. în urma calibrării difractometrului. Calibrarea s-a făcut utilizând pulberi de fier. Măsurându-se cu mare precizie unghiul 2θ utilizând pulberi de fier și comparându-l cu valori standard, se determină un coeficient de corecție care este aplicat unghiului 2θ măsurat obținându-se astfel valoarea reală a unghiului de difracție 2θ.

Valorile unghiului 20 s-au determinat pentru cele trei direcții de măsurare (longitudinală, radială, tangențială) respectiv la trei adâncimi de în strat.

Număr proba	Adâncime măsurare [mm]	2θ Longitud. [⁰]	2θ Longitud. corectat	20 Radial [⁰]	20 Radial corectat [⁰]	2θ Tangențial [⁰]	2θ Tangențial corectat [⁰]
Proba	0,4	84,11356	83,7834	84,08381	83,76794	84,08589	83,75573
	0,6	84,11356	83,7834	84,07288	83,75701	84,06806	83,7379
	0,8	84,11356	83,7834	84,09059	83,77472	84,08567	83,75551
	0,4	84,11143	83,78362	84,08471	83,76885	84,08478	83,75473
Proba 2	0,6	84,11143	83,78362	84,08873	83,77423	84,06809	83,73791
	0,8	84,11143	83,78362	84,08825	83,76842	84,07923	83,74987
Proba	0,4	84,10941	83,77925	84,08562	83,76975	84,08424	83,75408
	0,6	84,10941	83,77925	84,09794	83,78207	84,06815	83,73799
	0,8	84,10941	83,77925	84,0799	83,76403	84,07571	83,74555

Tabelul 6.15. Valorile unghiului 2θ
Distanțele interplanare calculate după cele trei direcții de măsurare (d_L , d_r și d_θ), respectiv pentru cazul când materialul este lipsit de tensiuni (în stare de pulbere) d_0 , pentru cele trei probe sunt prezentate în tabelul 6.16.

Număr proba	Adâncime măsurare [mm]	d _L [_]	d _r 〔	d _θ [´]	d ₀ [َ]
	0,4	1,275975	1,276167	1,276319	1,276199
Proba 1	0,6	1,275975	1,276303	1,27654	1,276199
	0,8	1,275975	1,276083	1,276321	1,276199
	0,4	1,275972	1,276156	1,276331	1,276199
Proba 2	0,6	1,275972	1,276089	1,27654	1,276199
	0,8	1,275972	1,276161	1,276391	1,276199
Proba 3	0,4	1,275972	1,276156	1,276331	1,276199
	0,6	1,275972	1,276089	1,27654	1,276199
	0,8	1,275972	1,276161	1,276391	1,276199

Tabelul 6.16. Distanțele interplanare determinate după cele trei direcții de măsurare

Caracteristicile de material utilizate la calcule:

- Modulul lui Young: 48 GPa

- Coeficientul lui Poisson: 0,25

Deformațiile calculate după cele trei direcții, precum și pentru cele trei probe, sunt prezentate în tabelele 6.17.

Număr probă	Adâncime măsurare [mm]	εլ	ε _r	ε _θ
	0,4	-0,00018	-2,5E-05	9,35E-05
Proba 1	0,6	-0,00018	8,11E-05	0,000267
	0,8	-0,00018	-9,1E-05	9,57E-05
	0,4	-0,000178	-3,4E-05	0,000103
Proba 2	0,6	-0,000178	-8,7E-05	0,000267
	0,8	-0,000178	-3E-05	0,000151
	0,4	-0,000135	-4,3E-05	0,00011
Proba 3	0,6	-0,000135	-0,00016	0,000266
	0,8	-0,000135	1,28E-05	0,000193

Tabelul 6.17. Deformațiile calculate după cele trei direcții

Tensiunile reziduale din straturile celor trei probe, precum și erorile de calcul rezultate la prelucrarea datelor experimentale, sunt prezentate în figurile 6.64, 6.65 respectiv 6.66.



Figura 6.64. Tensiuni reziduale determinate, proba 1



Figura 6.65. Tensiuni reziduale determinate, proba 2



Figura 6.66. Tensiuni reziduale determinate, proba 3

Mediile valorilor tensiunilor reziduale din straturile celor trei probe sunt prezentate în tabelul 6.18.

Număr proba	σ _L [MPa]	σ _r [MPa]	σ _θ [MPa]
Proba 1	-2	-0,3	1
Proba 2	-2	-1	1,3
Proba 3	-1,3	-1	1,6

Tabelul 6.18. Mediile valorilor tensiunilor reziduale din straturile celor trei probe

Trebuie menționat că și în cazul difracției de neutroni s-a constat un nivel ridicat al erorilor de prelucrare și calcul a datelor experimentale. Motivele sunt aceleași ca și în cazul difracției de Raze X, la care se poate adăuga și pionieratul în care se află metodele de investigație a probelor realizate prin tehnici de generare a formei utilizând materiale noi de tipul ZPS. Erorile de calcul la difracția de neutroni se ridică la 8 MPa, așa cum rezultă din intervalul de confidență a programului de analiză a datelor experimentale, în condițiile date [112, 123].

Măsurătorile prin difracție de neutroni confirmă concluziile deja desprinse din investigațiile realizate prin alte metode experimentale sau teoretice, și anume că nivelul de tensiuni reziduale din probele realizate prin tehnici de generare a formei prin pulverizare sunt reduse fiind cu mult sub cele determinate în straturi din același material dar depuse pe un suport metalic, în acest caz tensiunilor fiind cuprinse în intervalul $-50 \div +120$ MPa [81, 124].

Se poate constata variația tensiunilor (longitudinale și tangențiale) pe grosimea straturilor și din acest punct de vedere existând similitudini cu metodele de calcul analitic al tensiunilor. În cazul probei 2 nu există variație pe grosimea de strat a tensiunilor radiale, rezultat confirmat și de modelul analitic (figura 5.13).

Comparând rezultatele obținute prin difracție de neutroni, pe cele trei probe analizate, se poate constata apropierea valorilor tensiunilor reziduale determinate, ceea ce duce la concluzia că influența curentului în arcul de plasmă nu este semnificativă asupra nivelului tensiunilor reziduale din strat. La energii mai mari în arc (tabelul 6.18), se poate constata însă o ușoară creștere a tensiunilor din strat (sub 1 MPa) odată cu creșterea curentului în arcul de plasmă (de la 400A la 500 A). Creșterea curentului în arcul de plasmă are ca efect, prin creșterea energie din arc. ridicarea temperaturii jetului de plasmă. Jetul mai fierbinte va transfera o cantitate mai mare de căldură substratului, care se va dilata mai mult, inducând în stratul depus tensiuni mai mari.

Urmărind evoluția valorilor tensiunilor pe grosimea straturilor se poate observa că în general cele mai ridicate valori ale tensiunilor corespund măsurătorilor efectuate la 0,6 mm (la mijlocul stratului). Odată cu primele straturi depuse, datorită transferului intens de căldură, substratul începe să se dilate. Prin dilatarea cu viteză ridicată și datorită diferentelor dintre coeficienții de dilatare termică, substratul va induce în strat tensiuni mari ce depășesc rezistența la rupere a stratului. Datorită tensiunilor mari, în strat se va forma o rețea de microfisuri (umplute apoi de picăturile din straturile următoare) care va detensiona stratul, astfel că valorile tensiunilor reziduale din aceea zonă (0, 2 - 0, 4 mm adâncime) vor fi mai reduse. După depunerea mai multor straturi, datorită efectului de izolator termic al ZPS. transferul de căldură se estompează iar dilatarea substratului nu mai este atât de intensă ca și la depunerea primelor straturi. Tensiunile induse în strat nu mai sunt atât de mari încât să producă microfisuri, iar acea zonă (0,5 - 0,7 mm) va fi caracterizată de un nivel mai ridicat de tensiuni reziduale. La depunerea ultimelor straturi (0,8 - 1 mm) tensiunile reziduale scad datorită încetinirii dilatării substratului (pe de o parte pentru că este deja supraîncălzit, iar pe de altă parte datorită transferului termic mai puțin intens).

Valorile medii ale tensiunilor prezentate în figurile 5.13 și 5.25 respectiv tabelul 6.18 sunt centralizate în tabelul 6.19, acestea reprezentând tensiunile reziduale determinate prin metode prezentate în lucrare: model matematic, element finit determinare experimentală (difracție de neutroni).

Așa cum s-a arătat componentele cilindrice din ZPS sunt realizate cu aceeași parametrii (corespunzători poziției 5 din tabelul 6.6) fiind media valorilor prezentate în figurile 5.13, 5.25 respectiv tabelul 6.18

Metoda de investigare	σ _L [MPa]	σ _r [MPa]	σ _θ [MPa]
Model matematic	-2,3	0,5	-1,9
Element finit	-3,9	-	4,6
Difracție de neutroni	-2	-1	1,3

Tabelul 6.19. Valorile tensiunilor reziduale determinate prin diferite metode de investigare

Comparând rezultatele obținute pe cale experimentală cu cele obținute prin metode analitice sau cu element finit se poate observa că există o corelație foarte bună între acestea. Diferențele mici (max. 5 MPa) dintre valorile obținute prin cele trei metode calcul, confirmă validitatea metodei analitice de calcul elaborată, precum și a metodei cu element finit.

Se pot constata totuși mici diferențe din punctul de vedere al semnului tensiunilor. În acest sens se observă că rezultatele experimentale se apropie mai mult de rezultatele obținute prin metoda elementului finit. Diferențele dintre semnele tensiunilor pot fi puse pe erorilor de calcul relativ mari, care însoțesc toate cele trei metode de calcul.

Capitolul 7. CONTRIBUȚII PERSONALE ȘI CONSIDERAȚII FINALE

În continuare se sintetizează principalele contribuții personale și elemente de noutate ce rezultă din această lucrare.

Sunt prezentate, de asemenea, câteva dintre considerațiile finale ale programului experimental derulat.

7. 1 Contribuții personale

Derularea cercetărilor prezentate a avut ca principală finalitate punerea la punct și fundamentarea teoretică și practică a unei tehnologii noi de fabricație prin generarea formei prin pulverizare.

Principalele contribuții personale sunt expuse în ordinea în care ele sunt tratate în lucrare:

- I. Modelarea câmpului termic și a distribuției tensiunilor reziduale în componentele realizate prin metoda generării formei prin pulverizare:
 - dezvoltarea unui model matematic de calcul al tensiunilor reziduale din straturile componentelor de forme axial simetrice. Modelul se bazează pe ecuațiile de echilibru în coordonate polare, respectiv ecuațiile Lamé pentru componente axial-simetrice;
 - calculul pe baza modelului dezvoltat a tensiunilor reziduale din straturi. Calculul s-a efectuat atât pentru probe de formă conică cât și pentru probe de formă cilindrică din oxid de zirconiu parțial stabilizat cu ytriu. Calcul tensiunilor, atât pentru probele cilindrice, cât și pentru probele conice s-a realizat prin particularizarea modelului general, dezvoltat pentru probe axial-simetrice;
 - dezvoltarea unui model numeric de calcul al tensiunilor reziduale din straturi utilizând metoda elementului finit. Dezvoltarea modelului de calcul numeric a avut ca scop verificarea rezultatelor obținute pe cale analitică. S-au dezvoltat modele de calcul numeric specifice probelor realizate atât de formă conică, cât și de formă cilindrică;
 - determinarea nivelului tensiunilor reziduale pe toată grosimea straturilor ceramice ale probelor axial-simetrice.

II. Aspecte tehnologice ale metodelor de generare a formei prin pulverizare

- elaborarea soluțiilor constructive ale pieselor suport utilizate la *generarea formei prin pulverizare prin eliminarea suportului prin răcire rapidă*. Alegerea materialului s-a efectuat pe baza compatibilității chimice, respectiv a capacității de formare a soluțiilor solide dintre materialele stratului, respectiv ale piesei suport. Alegerea configurațiilor și dimensionarea canalelor de răcire s-au făcut ținând cont de procesele de transfer termic din timpul și de după pulverizarea termică, precum și de diferențele de dilatare/contracție dintre strat și piesa suport;
- dezvoltarea unei tehnici de eliminare a piesei suport, în cazul metodei generării formei prin pulverizare prin eliminarea suportului prin dizolvare chimică, prin utilizarea unei soluții de 30% NaOH care nu afectează materialul ceramic depus. Metoda prezintă avantajul unei viteze de reacție relativ mari. Reacția nu este exotermă, deci nu apare pericolul introducerii unor tensiuni în strat sau chiar deteriorării stratului;
- elaborarea soluției constructive a piesei suport utilizate la generarea formei prin pulverizare prin eliminarea suportului prin dezasamblare. Varianta dezvoltată presupune utilizarea unei piese suport realizată prin asamblarea a trei componente, astfel încât, după finalizarea stratului, acestea să permită o dezasamblare facilă din interiorul piesei ceramice realizate;
- dezvoltarea tehnicii de eliminare a piesei suport, la metoda generării formei prin pulverizare prin eliminarea suportului prin topire, prin utilizarea aluminiului ca material pentru piesa suport;
- dezvoltarea unei metode de prelucrare a suprafeței piesei suport, specifice tehnicii de generare a formei prin pulverizare cu eliminarea suportului prin răcire rapidă. Rugozitatea suprafeței este foarte importantă la această metodă trebuind să asigure, pe de o parte, aderența stratului depus, iar, pe de altă parte, să permită, în final, extragerea facilă a piesei realizate de pe piesa suport. Valorile rugozității s-au stabilit experimental, pornindu-se de la granulația pulberii utilizate, respectiv a caracteristicilor fizice ale materialelor stratului, respectiv piesei suport;
- elaborarea tehnologiei de pulverizare specifică tehnicii de generare a formei prin pulverizare cu eliminarea suportului prin răcire rapidă.
 Parametrii de pulverizare se stabilesc prin experimentări repetate, astfel încât aderența stratului depus să fie minimă.

III. Aspecte ale cercetărilor experimentale

- Metode de investigare a caracteristicilor componentelor:

- elaborarea unei metode de determinare a porozității staturilor prin analiză numerică;
- adaptarea metodei standard de încercare a rezistenței la rupere prin tracțiune (SR EN 10002 – 1/95) în scopul testării rezistenței la rupere a probelor realizate prin generarea formei prin pulverizare;
- dezvoltarea unei metode specifice de încercare la şoc termic a componentelor ceramice realizate;
- dezvoltarea unui program experimental de determinare a tensiunilor reziduale din straturile probelor ceramice prin difracție de radiații X;
- dezvoltarea unui program experimental de determinarea tensiunilor reziduale din straturile probelor ceramice prin difracție de neutroni.

- Studiul influenței parametrilor de pulverizare asupra caracteristicilor straturilor depuse:

- decelarea influenței intensității curentului în arcul de plasmă asupra caracteristicilor straturilor depuse. Rezultatele relevă corelația dintre variația curentului și porozitatea straturilor, respectiv starea suprafeței straturilor. Prin creșterea curentului se constată reducerea porozității, precum și a rugozității;
- relevarea influenței distanței de pulverizare asupra caracteristicilor straturilor pulverizate. Rezultatele încercărilor derulate în cadrul programului experimental conduc spre ideea că varierea distanței de pulverizare influențează semnificativ atât morfologia straturilor depuse cât și caracteristicile mecanice ale acestora;
- studiul microstructurii straturilor după încercarea la șoc termic. Se constată creșterea porozității straturilor, însă nu se observă fisuri multiple sau rețele de fisuri tipice straturilor depuse pe substrat metalic;
- studiul influenței parametrilor de pulverizare asupra tensiunilor reziduale ale straturilor precum și a variației valorilor tensiunilor reziduale pe grosimea stratului depus;
- studiul influenței metodei de îndepărtare a suportului asupra valorilor tensiunilor reziduale din straturile probelor realizate.

- Analiza statistică a rezultatelor experimentale obținute pe parcursul programului experimental

Analiza statistică a avut ca principal scop dezvoltarea unor ecuații de regresie pentru descrierea statistică a influenței parametrilor studiați asupra caracteristicilor straturilor depuse:

- pentru studiul influenței curentului în arcul de plasmă, respectiv a distanței de pulverizare s-a organizat un program experimental factorial.
 S-au elaborat ecuații de regresie de gradul II ce permit estimarea. în funcție de cei doi parametrii, a porozității, a rezistenței la rupere, a durității Vickers și a rugozității, cu o eroare medie de sub 5%, față de valorile măsurate. Aceste ecuații sunt valabile strict în intervalul de parametrii explorat și numai pentru condițiile în care s-a realizat programul experimental.
- pentru caracterizarea influenței celorlalți doi parametri de pulverizare studiați (debitul de gaz plasmagen și debitul de pulbere) s-au elaborat ecuații de regresie liniară, stabilindu-se totodată coeficientul de intensitate a corelației liniare.

7.2. Considerații finale

Eforturile de cercetare intense care se depun la ora actuală în vederea perfecționării metodelor de tip *Rapid Prototyping (RP)*, atât din punct de vedere al preciziei dimensionale, cât mai ales din punct de vedere al costurilor, dovedesc faptul că aceste tehnologii au un viitor deosebit. Într-un timp relativ scurt, un obiect de complexitate relativ mare, poate fi obținut cu o precizie dimensională înaltă. În cazul obiectelor mici, fără pretenții dimensionale deosebite, procesul poate dura chiar și numai câteva minute. Scăderea previzibilă a prețurilor echipamentelor și tehnologiilor RP va modifica în mod fundamental conceptul de fabricație. Există la ora actuală echipamente RP mai ieftine decât o imprimantă laser complexă.

Principala deficiență a procedeelor RP este dificultatea de a realiza componente funcționale (materiale metalice sau ceramice).

Procedeele de generare a formei prin sudare și procedee conexe vin să completeze exact această deficiență a tehnologiilor RP - de realizare directă a pieselor sau sculelor funcționale.

Procedeele de *generare a formei prin sudare* sunt deosebit de eficiente atunci când se impune realizarea unor componente de dimensiuni mari în serii mici sau unicat. Confecționarea SDV-isticii adecvate, precum și alte operații tehnologice sunt costisitoare în astfel de cazuri.

De asemenea, calitatea și proprietățile materialului pieselor realizate prin acest procedeu sunt superioare celor realizate prin alte metode (turnare, forjare etc.). Din aceste considerente procedeul este recomandat în cazul realizării componentelor scumpe ce necesită caracteristici superioare, pentru asigurarea unei funcționări sigure și de durată (industria energetică, nucleară etc.)

Suplimentar procedeelor de generare a formei prin sudare, procedeele de *generare a formei prin pulverizare* permit procesarea unor materiale greu sau imposibil de prelucrat prin alte procedee (metale refractare, materiale ceramice, cermeți).

Avantaje ca:

- fabricație într-o singură etapă,
- posibilitatea realizării unor componente cu gradient compozițional,
- realizarea unor straturi cu caracteristici speciale (straturi cu porozitate controlată, pseudo-aliaje etc.),

fac, în multe situații, ca procedeele de *generare a formei prin pulverizare* să fie de neînlocuit.

Principala tehnologie de pulverizare termică utilizată în tehnicile de Generare a formei prin pulverizare este *Pulverizarea în jet de plasmă*.

Datorită temperaturilor de lucru ridicate tehnologiile de pulverizare în jet de plasmă permit realizarea unor straturi cu performanțe tehnice deosebite, utilizând materiale de adaos cu proprietăți speciale. Noi materiale de tipul cermeților. materialelor ceramice, metalelor refractare, materialelor supraconductoare, oxizilor, precum și a materialelor biocompatibile au fost adăugate gamei existente de materiale pulverulente. În aceste condiții, se întrevede posibilitatea diversificării aplicațiilor industriale ale straturilor pulverizate în jet de plasmă și chiar dezvoltarea unor noi domenii industriale.

Materialul pulverulent părăsește pistoletul cu viteze între 50 și 700 m/s. (fiind dependentă de debitul gazului plasmagen și geometria duzei), ceea ce are ca rezultat realizarea unor straturi cu porozitate redusă (~10 %), comparativ cu alte procedee de pulverizare termică. Straturile depuse prin pulverizare sunt alcătuite din fâșii alăturate și suprapuse, fiecare din acestea fiind constituite dintr-o aglomerare de picături aplatizate sub formă de lamele.

Datorită modului de formare tipic, straturile depuse prin pulverizare sunt caracterizate de un anumit nivel de tensiuni reziduale. Trecerea nivelului tensiunilor reziduale peste un anumit prag, poate să compromită funcționalitatea stratului prin fisurări, ciupituri sau chiar exfolierea întregului strat.

Valorile tensiunilor reziduale sunt, în general, dependente de caracteristicile fizice ale stratului respectiv substratului precum și de grosimea de stratului depus. Din aceste considerente, straturile cu tensiunile reziduale cele mai ridicate sunt straturile ceramice.

Morfologia caracteristică și grosimile mici ale straturilor fac să apară dificultăți majore în controlul nedistructiv al straturilor prin metodele uzuale.

In acest context modelele analitice de calcul al diferitelor fenomene sau de caracteristici de strat sunt deosebit de utile.

Lucrarea prezintă un *Model analitic de calcul al tensiunilor reziduale* din straturile unor componente axial-simetrice. Modelul a fost utilizat la calcularea tensiunilor din straturile componentelor conice și cilindrice realizate din oxid de zirconiu parțial stabilizat prin metoda generării formei prin pulverizare în jet de plasmă. Confirmarea rezultatelor obținute și cu alte metode de calcul al tensiunilor reziduale (element finit, difracție) validează utilitatea modelului.

Cercetările experimentale au avut ca scop dezvoltarea unor procedee noi de fabricație, în scopul oferirii unor alternative moderne de fabricație la procedeele "clasice" existente în acest moment în practica uzuală.

S-a urmărit în principal elaborarea unor tehnologii de lucru pentru cele două familii de procedee de Generare a formei prin pulverizare:

- eliminarea piesei suport prin distrugere (prin topire sau prin dizolvare chimică), respectiv
- eliminarea piesei suport fără distrugere (prin contractare, prin demontare).

Pentru cercetările preliminare s-a utilizat o gamă largă de materiale de adaos, atât din familia materialelor metalice, cât și din cea a materialelor ceramice.

Cercetările s-au concentrat apoi asupra tehnicilor de realizare prin generarea formei prin pulverizare utilizând materiale ceramice de tip oxid de zirconiu parțial stabilizat, acesta fiind scopul cercetărilor experimentale. S-a urmărit, pe lângă dezvoltarea unei tehnologii de fabricație fiabile, determinarea caracteristicilor fizice și mecanice ale componentelor (ajutajelor) realizate. precum și influența parametrilor de lucru asupra acestor caracteristici. S-a urmărit influența: curentului în arcul de plasmă, a debitului de gaz plasmagen, a distanței de pulverizare, respectiv a debitului de pulbere asupra rezistenței la rupere, a durității, a stării suprafeței, a porozității, respectiv a rezistenței la șoc termic a componentelor realizate.

De asemenea s-a evaluat starea de tensiuni în componentele realizate prin metoda difracției de neutroni, respectiv radiații X. Valorile obținute pe cale experimentală s-au comparat cu valorile obținute pe cale teoretică prin modelul matematic dezvoltat.

7.3. Tendințe și recomandări

Datorită caracterului de noutate al noilor tehnologii de fabricație (noi în România și în stadiu incipient pe plan mondial), nu în puține rânduri derularea programului experimental a fost îngreunată, bibliografia de specialitate fiind precară în domeniu iar rezultatele și studiile existente pe plan mondial sunt greu accesibile. De aceea autorul consideră aceste studii ca un capăt de drum, care cu siguranță vor fi dezvoltate și diversificate în viitorul apropiat.

Metodele de fabricație prezentate pot fi utilizate în o serie de domenii de vârf ca: industria aerospațială (ajutaje speciale), industria automobilelor (elemente ale camerei de ardere, bucșe), industria chimică sau petrochimică (elemente filtrante), industria metalurgică (elemente de ghidare a metalului topit).

Tehnologiile de fabricație pot fi diversificate și îmbunătățite din punctul de vedere al performanțelor tehnice ale pieselor realizate prin utilizarea unor noi materiale de tipul cermeților sau a nanoparticulelor precum și prin apelarea la unele tehnologii de pulverizare moderne (pulverizarea cu flacără de mare viteză. pulverizarea prin detonație, pulverizarea cu plasmă de mare energie).

Dovada interesului deosebit pentru aceste noi tehnologii, atât plan național cât și pe plan internațional, îl constituie obținerea de către autor a unor finanțări pentru derularea unor proiecte de cercetare naționale (de tip granturi) dar și internaționale (EUREKA FACTORY PROSURF E2317, COPERNICUS – COATRANS).

BIBLIOGRAFIE

- 1. *** "Advances in materials technology monitor", United Nations Industrial Development Organization, Nr.1, Vol. 2, Viena, 1995;
- 2. Dolby, R.E., "Priority Areas for Welding, Joining and associated Engineering Research in Europe", 6th International Conference on Trends in Welding Research, Pine Mountain, Georgia, U.S.A., Aprilie, 2002;
- K. Million, H. Zimmermann Metallurgische Grundlagen und Verfahrenstechnologie des formgebendes Schweissens, OERLIKON Schweißmitteilungen nr. 16/1988, pag. 12 – 20
- 4. Piehl, K-H., "Formgebendes Schweissen von Schwekomponenten", Company Report: Thyssen Aktiengesellschaft, Duisburg, Ianuarie, 1989;
- 5. Von Schmidt, J. ş.a. Herstellung komplexer Formteile durch formgebendes Schweissen, OERLIKON Schweißmitteilungen nr. 16/1988, pag. 21 – 27
- Dickens, P.M., ş.a. 3D Welding, Proceedings of the 1st European Conference on Rapid Prototyping, Nottingham, Anglia, 6 - 7 iulie 1992, p. 81 – 89;
- 7. Mc Aninch M.D., Conrardy, C. C. Shape melting a unique near-net shape manufacturing process. Welding Review International, Februarie, 1991;
- 8. Ribeiro, F. ş.a. "Rapid Prototyping using robot welding slicing system development", http://www.dei.uminho.pt/~fernando;
- Spencer, J.D. ş.a. The temperature control of three dimensional welded parts, Second National Conference on Rapid Prototyping and Tooling Research, Buckinghamshirecollege, U.K., 18 - 19 Noiembrie 1996, pag. 27 – 34;
- Pridham, M.S., ş.a. The Development of a Rapid Prototyping System Using 3D Welding, Proceedings of the 12th International Conference on Production Research, Lappeenrantra, Finlanda, 16 – 20 August, 1993, pag. 213 – 214;
- Schindler, S., ş.a. "Plasma Gnerated Oxide Ceramic Components", 1st Plasma Technik Symposium 1988, Lucerna;
- 12. Lugscheider, E., ş.a. Herstellung und Eigenschaften von termisch gespritzten zylindrischen Formkorpern, DVS 152, pag. 314 317
- 13. Geibel, A., ş.a. "Production of free standing plasma sprayed Ni-Al components", DVS 152
- 14. Singer, A.R.E "Recent developments and opportunities in spray forming", Spruhkompaktierung Koloquium des SFB 372, Vol 1, pg 123 - 140, Universität Bremen, 1996;
- Newbery, A.P., ş.a. "The Electric Arc Spray Manufacture of Rapid Production Tooling: A Case Study", Conference Proceedings of 15th International Thermal Spray Conference, 25 - 29 Mai, 1998, Nice, France, pag. 1223 - 1228;

- 16. Scholl, M., ş.a. "Spray forming by High-Power High-Velocity Plasma Spraying", Proceedings of the Fourth National Thermal Spray Conference, 4 - 10 Mai, 1991, Pittsburgh, PA, S.U.A., pag. 281 - 288;
- 17. Guylemany, J.M., ş.a. "Obtention and Development of Blends of Powder to obtain Free-Standing components produced by HVOF Spray-Forming", Conference Proceedings of 15th International Thermal Spray Conference, 25 - 29 Mai, 1998, Nice, Franța, pag. 1155 - 1160;
- Uchiyama, F., ş.a. "Three-Dimensional Device Using Laser Spray Process Technique", Proceedings of 12th International Thermal Spray Conference, Mai, 1995, Kobe, Japonia, pag. 259 - 262;
- 19. Blein, F., Frelson, A. "Plasma Spray Forming of Free Standinsg W-Al Functionally Graded Materials", Conference Proceedings of 15th International Thermal Spray Conference, 25 29 Mai, 1998, Nice, France, pag. 1259 1263;
- 20.*** Prospect Plasma Technik AG Plasmaspritztechnik Grundlagen und Anwendungen
- 21. Agarwal, A., McKechnie, T.N. "Spray Forming Aluminum Structures", Advanced Materials and Processes, Vol. 159, Nr. 5, Mai, 2001;
- 22. Agarwal, A., McKechnie, T., ş.a. "Net Shape Forming of Light Weight Optical Structures for Space Applications", Conferința Optics Manufacturing for Dual-Use, Huntsville, AL, 14 – 15 Februarie, 2001;
- 23. Mc.Hugh, K.M. "Spray Forming Monolithic Aluminium Alloy and Metal Matrix Composite Strip", Proceedings of 8th National Thermal Spray Conference, 11 – 15 Septembrie, 1995, Houston, Texas, S.U.A., pag. 717 - 721;
- 24. Mc.Kechnie, T.N. ş.a. "Continuous Spray Forming of Functionally Gradient Materials", Proceedings of 8th National Thermal Spray Conference, 11 - 15 Septembrie, 1995, Houston, Texas, S.U.A., pag. 737 - 742;
- 25. Gansert, R. ş.a. "Free-Standing Ceramic Forms Fabricated by Plasma Technology, Proceedings of 8th National Thermal Spray Conference, 11 15 Septembrie, 1995, Houston, Texas, S.U.A., pag. 723 728;
- 26. Agarwal, A., McKechnie, T., ş.a. "Near Net Shape Forming of Hafnium-Based Ceramic Components: Synthesis and Characterization" Opeka Elevated Temperature Coatings – 4, Conferința anuală TMS 2001, New Orleans, Februarie, 2001;
- 27. Agarwal, A., Hickman, R. "Vacuum Plasma Spray Deposition of Refractory Hafnium Materials", A 25-a conferință anuală de materiale compozite, Materials and Structures, Ceramic, Metal and Carbon Composite Committee (CMC3) Cocoa Beach, 22-25 Ianuarie, 2001.
- 28. Krotz, P.D. ş.a. "Enhanced Near-Net-Shape Ceramic Refractory Composite High Temperature Cartridge by VPS Metallurgical Alloying Techniques", Proceedings of 8th National Thermal Spray Conference, 11 - 15 Septembrie, 1995, Houston, Texas, S.U.A., pag. 729 - 735

- 29. Jager, D.A. ş.a. "Plasma Spraying of Graded Composites", Proceedings of the Fourth National Thermal Spray Conference, 4 10 Mai, 1999, Pittsburgh, PA, S.U.A., pag. 323 327;
- 30. Markocsan, N., Dehelean, D. "High Productivity Rapid Prototyping by Plasma Thermal Spraying", Conference Proceedings of 7th International Aachen Welding Conference, 3 - 4 Mai, 2001, Aachen, Germania, pag. 725 – 739;
- 31. Grote, K., H., Beyer, C., Birke, C. "Betriebliche Nutzung des Rapid Prototyping im Konstruktionsprozeß" 41. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, 23-26 Septembrie, 1997;
- 32. Hundal, M., Manock, J. "Rapid Prototyping: A Vital Resource for a Small Produkt Design Consulting Firm", 41. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, 23-26 Septembrie, 1997;
- 33. Mc.Mains, S.A. "Rapid Prototyping of Solid Three-Dimensional Parts", Master's Project, University of California, Berkeley, 1995;
- 34. Blake, P. "The Applications And Benefits Of Rapid Prototyping At Texas Instruments Incorporated", www.blake.html;
- 35. Eckstein, M. "Rapid Metal Prototyping", 41. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, 23-26 Septembrie, 1997;
- 36. Sarwar, M., Hogart, S., Hackney, P., "Getting started in Rapid Prototyping", Center for Rapid Prototyping, University of Northumbria at Newcastle, http://www.unn.ac.uk/~mfx2/faim.htm;
- 37. Jacobs, P., Richter, J. "Advances in Stereolithography accuracy", 3D Systems Inc. August, 1991;
- 38. Weiss, L. "A rapid tool manufacturing system based on Stereolithography and Thermal Spraying", ASME Manufacturing Review, Septembrie, 1989;
- 39. Richter, J., Jacobs, P. "The Present State of Accuracy in StereoLithography", Conference Proceedings, Second International Conference on Rapid Prototyping, University of Dayton, Dayton, Ohio, pp. 269-294, 23-26 Iunie, 1991;
- 40. Dolenc, A. "An Overview Of Rapid Prototyping Technologies In Manufacturing", http://www.cs.hut.fiado/rp/rp.html;
- 41. Menon, U., Koch, M. "Rapid Prototyping for Foundry Tool Making in Solid Freeform", Fabrication Symposium Proceedings, pag. 95-101, 1991.
- 42. Crump, S.S. "Fused Deposition Modelling (FDM): Putting Rapid Back into Prototyping", Second International Conference of Rapid Prototyping, Dayton, Ohio, 1991, pg. 354-357;
- 43. Santochi, M., Tantussi, G., Dini, G. "Laser Sintering of Pre-Coated Sands using Rapid-Prototyping Techniques", 41. Internationales Wissenschaftliches Kolloquium, 23-26.09.1997.
- 44. Kathuria, Y.P. "Rapid Prototyping of metallic parts by Selective Laser Sintering/Generating Process", Conferința Jubiliară – 60 ani de cooperare științifică în domeniul sudării, Timișoara, 19-21 Noiembrie, 1997;

- 45. Coremans, A., "Laserstrahlsintern funktioneller Prototypen", Präzisionslaserstrahl-fertigungstechnik für den Maschinenbau, iulie, 1996, pag. 89-96;
- 46. Ashley, S. "Rapid Prototyping Systems", Mechanical Engineering, Aprilie, 1991, pag. 34 43;
- 47. Donald, A. ş.a. "Structural Composites via Laminated Object Manufacturing (LOM)", Solid Freeform Fabrication Conference, University of Texas, Austin, August, 1996;
- 48. Klosterman, D. ş.a. "Laminated Object Manufacturing of Polymer Matrix Composites", ///NavGold/TEMP1/RP/Laminated Object Manufacturing of Polymer Matrix Composites/paper3.htm;
- 49. Klosterman, D. ş.a. "Automated Fabrication of Monolithic and Ceramic Matrix Compsites via Laminated Object Manufacturing (LOM)", Solid Freeform Symposium Proceedings, University of Texas, Austin, August, 1997;
- 50. Dehelean, D., Markocsan, N.: Posibilități de realizare a formei prin sudare". Conferința "25 de ani de Învățământ Tehnic Superior", Ediția a IV-a, Arad, 1997;
- 51. Ribeiro, F. ş.a. "Metal based rapid prototyping for more complex shapes", http://www.dei.uminho.pt/~fernando;
- 52. Spencer, J.D., Dickens, P.M. Production of metal parts featuring heavy sections using 3D welding, First National Conference on Rapid Prototyping and Tooling Research, Buckinghamshirecollege, Anglia, Noiembrie 1995, pag. 127 – 137;
- 53. Spencer, J.D., Dickens, P.M. "Root fill" welding, a built style for rapid protopyping by 3D welding, Proceedings of the 6th European Conference on Rapid Prototyping and Manufacturing, Nottingham, Anglia, 1 3 Iulie 1997, pag. 69 76;
- 54. Matthes, K.J. ş.a. Formgebendes Plasma-Pulver-Auftragschweißen zur Herstellung hochbeanspruchter Verbundteile komplizierter Geometrie, DVS 170/1995, pag. 88 92;
- 55. Amon, C. ş.a. Material Issues in Layered Forming, Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium, University of Texas, Austin, S.U.A., 9 - 11 August 1993;
- 56. Matthes, K.J., Alaluss K. Formgebendes Plasma-Pulver-Auftragschweißen mit Impulslichtbogen unter Beachtung minimaler Verformung, Schweissen und Schneiden vol. 48 nr. 9, 1996, pag. 668 – 672;
- 57. Norman, R.D., Dickens, P.M., 3D Welding Fabrication: Strategies for sloped Surfaces, First National Conference on Rapid Prototyping and Tooling Research, Buckinghamshirecollege, Anglia, Noiembrie 1995, pag. 51 – 65;
- 58. Ashley, S. "From CAD art to rapid tools", Mechanical Engineering, vol. 119, nr. 3, Martie, 1997, pg. 82-87;
- 59. Markocsan, N. "Încărcarea Aplicații și probleme speciale" Curs Inginer Sudor European", ISIM Timișoara, 2002;

- 60. Markocsan, N., "Utilizarea industrială a pulverizării termice și aplicațiile ei în lucrările de reparații industriale Curs perfecționare Ingineri Sudori". ISIM Timișoara, 1999;
- 61. Lugscheider, E. Beschichtungstechnik, Vorlesungumdruck für die Vertieferrichtung Werkstofftechnik, RWTH Aachen, 1994;
- 62.*** "Spruhkompaktierung Koloquium des SFB 372", Vol 1 și 2, pg 123-140, Universität Bremen, 1996;
- 63. Rotaru, F., Markocsan, N. "Procedee de pulverizare termică Curs perfecționare Ingineri Sudori", ISIM Timișoara, 1998;
- 64. Smith, R.W.: Plasma Spray Processing...The State of the Art ...and future from a Surface to a Materials Processing Technology, Drexel University, 1992;
- 65. Mucsy, G., Markocsan, N., "Utilizarea Industrială ale plasmei termice Curs perfecționare Ingineri Sudori", ISIM Timișoara, 1996;
- 66. Vaş, A. ş.a. Aplicațiile industriale ale plasmei termice, Editura Facla, Timișoara, 1979;
- 67. Smith, R.W, Lugscheider, E. "Synthesis of Composite Materials by Reactive Plasma Spray Processing",5th National Thermal Spray Conference, Anaheim, S.U.A., Iunie, 1993;
- 68. Mutassim, Z., Smith, R.W "Reactive Plasma Spray Forming", 4th National Thermal Spray Conference, Pittsburgh, S.U.A., Mai, 1991;
- 69. E. Lugscheider, M. Knepper Requirements on Coatings for Clinical Applications
- 70. Pawlowski, L. The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley&Soons Ltd., West Sussex, Anglia, 1995;
- 71. Vaida, O.,V. Studiul fenomenelor care apar la interfața strat metalizat metal de bază, la metalizarea oțelurilor slab aliate cu pulberi pe bază de nichel, Teză de doctorat, Universitatea Tehnică Cluj-Napoca, Facultatea de Știință și Ingineria Materialelor, 1996;
- 72. Molnar, R. Morfologia și proprietățile straturilor din pulberi metalice depuse prin sudare în plasmă, Teză de doctorat, Universitatea "Politehnica" din Timișoara, Facultatea de mecanică, 2000;
- 73. Moreau, C., ş.a. Influence of coating thickness of the cooling rates of plasma sprayed particles impinging on a substrate, Surface and Coating Technology, Vol. 53, 1993, pg. 107 – 114;
- 74. Moreau, C., ş.a. Temperature evolution of plasma sprayed niobium particles impacting on substrate, Surface and Coating Technology, Vol. 46, 1991, pg. 173 187;
- 75. Committee on Coatings for High-Temperature Structural Materials Coatings for High-Temperature Structural Materials Trends and Opportunities, National Academy Press, Washington D.C., 1996;

- 76. Markocsan, N., Dehelean, D.: "Thermal Plasma Spraying of Biocompatibile Materials" Qulitätsorientierte Schweißtechnik als Wettbewerbsfaktor, DVS Verlag Germany, 1999;
- 77. Markocsan, N., Farbaş N., Rotaru, F.: "Thermal Plasma Spraying of HA-base composites on titanium substrate", Second CABCIS meeting in Kiev, Octombrie. 1999
- 78. Bobic. A., Markocsan, N.: "Caracteristici ale straturilor ceramice depuse prin pulverizare în jet de plasmă", Buletinul Institutului Național de Cercetare-Dezvoltare în Sudură și Încercări de Materiale - ISIM Timișoara, Nr. 3, 1999;
- 79. Markocsan, N., Molnar, R.: "Pulverizarea în jet de plasmă a materialelor ceramice", A IX- a Conferință Tehnologii moderne de sudare, Galați, 1996:
- 80. Desplanches, G. A Study of Plasma Sprayed coatings for use in internal combustion alternative engines, 1st Plasma Technik Symposium 1988. Lucerna:
- 81. Verbeek, A.T.J., Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings. Production, Characterisation and Testing, Teză de doctorat, Universitatea Eindhoven, 1993:
- 82. Fogarassy, P., Markocsan, N., ş.a. Analiza teoretică şi experimentală a influenței proprietăților fizice şi caracteristicilor mecanice ale materialului de bază şi stratului ceramic asupra calității depunerilor, Raport de cercetare MCT. Contract 19.1, 1999;
- 83. Apelian, D., ş.a. Melting and solidification in plasma spray deposition phenological review, International Metals Review, 1983, Vol 28, Nr. 3;
- 84. Houben, J.M., Relationship between the Adhesion of Plasma Sprayed Coatings to the Process Parameters Size, Teză de doctorat, Universitatea Eindhoven, 1988;
- 85. Verbinski, V.V. Protective Coatings Non-destructive Evaluation, Final Report Contract of US Air Force Wright Research and Development Center, Ohio, 1990;
- 86. Lesniak, J., Boyce, B.R. Forced diffusion thermography, Volumul conferinței SPIE: The International Society for Optical Engineering Conference on Nondestructive Inspection of Aging Aircraft, Vol. 2001, pg. 92 – 102, San Diego, California, 1993;
- 87. Heinrich, P., Krömmer, W. What Role do Industrial Gases play in the Quality of Thermal Spraying, Conferința Internațională - Pulverizare Termică, Timișoara, Iunie, 2000;

BUPT

- 88. Winter, F.: Chimia fizică a silicaților tehnici, Lito IPTVT, Timișoara, 1972;
- 89. Turquier, F. Analyse des contraintes résiduelles dans un acier pour outillage revêtu d'une zircone stabilisée déposée par torche plasma et soumis à des chocs thermiques répétés; influence des caractéristiques du dépôt sur sa durée de vie, Teză de Doctorat, Universite de Reims Champagne-Ardenne, 1998;
- 90. Miller, R.A. ş.a. Phase distributions in plasma-sprayed zirconia-yttria, Bulletin of American Ceramic Society, Vol. 62, nr. 12, 1983, pg. 1355 1358;
- 91. Miller, R.A. ş.a. Phase stability in plasma-sprayed, partially stabilized zirconia-yttria, Advances in Ceramics, Vol. 3, 1981, pg. 241 253;
- 92. Duwez, P. ş.a. Phase relationships in the system zirconia-ceria, Journal of American Ceramic Society, Vol. 33, nr. 9, 1990, pg. 274 282;
- 93.*** "GEM 2001 Guide to Engineered Materials", Advanced Materials&Processes, Vol. 158, Nr. 6, Decembrie, 2000;
- 94. Lelait, L. ş.a. Thermal barrier coatings: microstructural investigations after annealing, Material Science and Engineering, Vol. 121, 1989, pg. 475-482;
- 95. Nguyentat, T., ş.a. Metallurgical Evaluation of Plasma Sprayed Structural Materials for Rocket Engines, in: C.C. Berndt (Ed.), Proceedings of the International Thermal Spray Conference and Exposition, ASM, 1992, pag. 321 – 325;
- 96. L. Byrnes, M. Kramer Method and Apparatus for the Application of Thermal Spray Coatings onto Aluminium Engine Cylinder Bores, Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, ASM, 1994, pag. 39 – 42;
- 97. Kim, M.R. ş.a. High Deposition Rate Coating of Aluminium Cylinder Bores, in: C.C. Berndt, S. Sampath (Eds.), Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, ASM, 1994, pag. 43 – 48;
- 98. Smith, R.W., ş.a. Thermal Spray Coatings for Protection of Polymeric Composite Aircraft Components, in: C.C. Berndt, S. Sampath (Eds.), Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, ASM, 1994, pag. 67 – 72;
- 99. Aschern, W. ş.a. Manufacturing of YBa2CU3O7 Coatings by Low Pressure and Atmospheric Plasma Spraying for Magnetic Shielding Applications, in: C.C. Berndt, S. Sampath (Eds.), Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, ASM, 1994, pag. 221 – 226;
- 100. Eberhardt, A.W. ş.a. Bending and Thermal Stresses in A Fatigue Experiment of Hydroxyapatite Coated Titanium Rods, in: C.C. Berndt, S. Sampath (Eds.), Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, ASM, 1994, pag. 165 – 169;
- Chang, G.C. ş.a. Behavior of Thermal Barrier Coatings for Advanced Gas Turbine Blades, Surface Coating Technology, Nr. 30, 1987, pag. 13 – 28;

- 102. Wu, B.C., Chang, E. ş.a. Degradation Mechanism of ZrO2-8 wt. % Y2O3/Ni-22Cr-10Al-1Y Thermal Barrier Coatings, J. American Ceramics Society, Nr. 72, 1989, pag. 212 – 218;
- 103. McKee, D.W., Luthra, K.L. Plasma Sprayed Coatings for Titanium Alloy Oxidation Protection, Surface Coating Technology, Nr. 56, 1993, pag. 109 – 117;
- 104. Watson, J.W. ş.a. Deposition Stress Effects on the Life of Thermal Barrier Coatings on Burner Rigs, Thin Solid Films, Nr. 119, 1984, pag. 185 – 193.
- 105. Evans, A.G ş.a. On the Mechanical Behaviour of Brittle Coatings and Layers, Oxide Metals, Nr. 20, 1983, pag. 193 – 216;
- 106. Hsueh, C.H., Evans, A.G. Oxidation Induced Stresses and Some Effects on the Behaviour of Oxide Films, Applied Physics, Nr. 54, 1983, pag. 6672 6686;
- 107. Hsueh, C.H., Evans, A.G. Residual Stresses and Cracking in Metal / Ceramic Systems for Microelectronics packaging, American Ceramic Society, Nr. 68, 1985, pag. 120 – 127;
- Tsui, Y.C., Clyne, T.W. An analytical model for predicting residual stress in progressively deposited coatings. Part 2: Cylindrical geometry, Thin Solid Films, Nr. 306, 1997, pag. 34 – 51;
- 109. F. Kroupa, Stresses in Coatings on Cylindrical Surfaces, Acta Technology CSAV, Nr. 39, 1994, pag. 243 274;
- 110. E.J. Hearn, Mechanics of Materials, Van Nostrand-Reinhold, 1972;
- 111. *** "Brazing Handbook" Fourth Edition American Welding Society Committee on Brazing and Soldering, Miami, Florida, 1991;
- 112. Markocsan, N., Fogarassy, P., Manaescu, A., Dehelean, D., Rustichelli, F.: "Residual Stress Determination in Near-Net Shape Formed Specimens Obtained by Thermal Spraying", International Thermal Spray Conference ITSC 2002, Essen, Martie, 2002;
- 113. Fogarassy, P., Markocsan, N.: "Obținerea barierelor termice prin pulverizare în jet de plasmă", Raport de cercetare M.C.T., Noiembrie, 1998;
- 114. ***, "Plasma Sprayed Thermal Barrier Coating Process Specification", P16B-AG3, General Electric, 1994
- 115. L. Mraz, P. Fogarassy, F. Rotaru, N. Markocsan: "Thermal shock resistance of plasma thermal sprayed ceramics", Congres du traitement thermique et de l'inginerie des surfaces, Lille, Iunie, 2001;
- 116. Bianchi, L., Blein, F., ş.a "Effect of Particle Velocity and Subtrate Temperature on Alumina and Zirconia Splat Formation", Proceedings of the 7th National Spray Conference, Boston, Massachusets, 20-24 Iunie, 1994;
- 117. Sobolev, V.V., Guilemany, J.,M.: "Influence of solidification on the flattening of droplets during thermal spraying", Elsevier Science B.V. C.I 2 S0167-577X(96)00038-9, 1996;

- 118. Vardelle, M., Vardelle A., ş.a: "Influence of Particle Parameters at Impact on Splat Formation and Solidification in Plasma Spraying Processes", C14 50-Volume 4(1) Martie, 1994;
- 119. Fukanuma, H.: "Behavoir of Molten Droplets Impinging on Flat Surfaces", Proceedings of the 7th National Spray Conference, Boston, Massachusets, 20-24 Iunie, 1994;
- 120. Sălăgean, T.,: "Optimizarea Proceselor de Sudare", Institutul Politehnic "Traian Vuia" Timișoara 1984;
- Rogante, M. The stress-free reference sample: The problem of the determination of the interplanar distance d0, Elsevier Science Physica B pg. 202 208, 2000;
- 122. Bruno, G. Applicazioni della Diffrazione di Raggi X e Neutroni per la misura di Tensioni Residue in materiali e componenti policristallini, Teză de Doctorat, Universita' degli Studi di Bologna – Sede Consorziata di Ancona, 1997;
- Lodini, A., Perrin, M. Analyse des Contraintes Résideulles par Diffraction des Rayons X et des Neutrons, Edite par le Commissariat a l'energie Atomique, Paris, 1996;
- 124. Turquier, F. Analyse des contraintes résiduelles dans un acier pour outillage revêtu d'une zircone stabilisée déposée par torche plasma et soumis à des chocs thermiques répétés; influence des caractéristiques du dépôt sur sa durée de vie, Teză de Doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, 1998;
- 125. Kesler, O., s.a. Measurement of residual stress in plasma-sprayed metallic, ceramic and composite coatings, Elsevier Science - Materials Science and Engineering A 257, pg. 215 – 224, 1998;

ANEXA 1

A1. ECUAȚIILE LA ECHILIBRU ÎN COORDONATE POLARE ȘI ECUAȚIILE LAMÉ PENTRU COMPONENTE AXIAL SIMETRICE

Prin echilibrarea tensiunilor atât direcție radială cât și în direcție tangențială, ecuațiile de echilibru în două dimensiuni pot fi exprimate [85]:

$$\frac{\partial \sigma_r(z)}{\partial r(z)} + \frac{1}{r} \frac{\partial \tau_{r\theta}(z)}{\partial \theta(z)} + \frac{\sigma_r(z) - \sigma_{\theta}(z)}{r(z)} + F_r(z) = 0$$
(A1.1)

$$\frac{1}{r(z)}\frac{\partial\sigma_{\theta}(z)}{\partial\theta(z)} + \frac{1}{r(z)}\frac{\partial\tau_{r\theta}(z)}{\partial r(z)} + \frac{2\tau_{r\theta}(z)}{r(z)} + F_{\theta}(z) = 0$$
(A1.2)

unde: $F_r(z)$ și $F_{\theta}(z)$ sunt modulele forțelor unitare în direcția radială respectivă. Când modulul forței este zero cele două ecuații pot fi satisfăcute punând:

$$\sigma_r(z) = \frac{1}{r(z)} \frac{\partial \phi(z)}{\partial r(z)} + \frac{1}{r^2(z)} \frac{\partial^2 \phi(z)}{\partial \theta^2(z)}$$
(A1.3)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{\partial^2 \phi(z)}{\partial r^2(z)}$$
(A1.4)

$$\tau_{r\theta}(z) = \frac{1}{r^2(z)} \frac{\partial \phi(z)}{\partial \theta(z)} - \frac{1}{r(z)} \frac{\partial^2 \phi(z)}{\partial r(z) \partial \theta(z)} = -\frac{\partial}{\partial r(z)} \left(\frac{1}{r(z)} \frac{\partial \phi(z)}{\partial \theta(z)}\right)$$
(A1.5)

unde ϕ este funcția tensiunii ca o funcție de r, θ si z. Înlocuind aceste ecuații în (A1.1) și (A1.2) cu F_r(z) și F_{θ}(z) egal cu zero, avem:

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial r^2(z)} + \frac{1}{r(z)}\frac{\partial}{\partial r(z)} + \frac{1}{r^2(z)}\frac{\partial^2}{\partial \theta^2(z)}\right)\left(\frac{\partial^2 \phi(z)}{\partial r^2(z)} + \frac{1}{r(z)}\frac{\partial \phi(z)}{\partial r(z)} + \frac{1}{r^2(z)}\frac{\partial^2 \phi(z)}{\partial \theta^2(z)}\right) = 0 \quad (A1.6)$$

acestea sunt *Ecuațiile generale de echilibru pentru două dimensiuni în coordonate polare*.

Soluția particulară pentru cazul special poate fi obținută prin introducerea corectă a condițiilor de limită.

Când funcția tensiune depinde de r fiecare ecuație (A1.6) va deveni:

$$\left(\frac{d^2}{dr^2(z)} + \frac{1}{r(z)}\frac{d}{dr(z)}\right)\left(\frac{d^2\phi(z)}{dr^2(z)} + \frac{1}{r(z)}\frac{d\phi(z)}{dr(z)}\right) = \frac{d^4\phi(z)}{dr^4(z)} + \frac{2}{r(z)}\frac{d^3\phi(z)}{dr^3(z)} - \frac{1}{r^2(z)}\frac{d^2\phi(z)}{dr^2(z)} + \frac{1}{r^3(z)}\frac{d\phi(z)}{dr(z)} = 0$$
(A1.7)

Această ecuație poate fi rezolvată punând $r(z) = e^{t}$, conducând la:

$$\phi(z) = A(z) \ln r(z) + B(z)r^{2}(z) \ln r(z) + C(z)r^{2}(z) + D(z)$$
(A1.8)

unde A, B. C şi D sunt constante. Înlocuind (A1.8) în (A1.3), (A1.4) şi (A1.5),

$$\sigma_r(z) = \frac{1}{r(z)} \frac{\partial \phi(z)}{\partial r(z)} = \frac{A(z)}{r^2(z)} + B(z)(1 + 2\ln r(z)) + 2C(z)$$
(A1.9)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{\partial^2 \phi(z)}{\partial r^2(z)} = \frac{-A(z)}{r^2(z)} + B(z)(3 + 2\ln r(z)) + 2C(z)$$
(A1.10)

$$\tau_{r\theta}(z) = 0 \tag{A1.11}$$

dacă B = 0, (A1.10) și (A1.9) pot deveni:

$$\sigma_r(z) = \frac{A(z)}{r^2(z)} + 2C(z)$$
(A1.12)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{-A(z)}{r^{2}(z)} + 2C(z)$$
(A1.13)

Relațiile de mai sus se numesc *Ecuațiile Lamé în două dimensiuni pentru corpuri* cu simetrie radială. Acestea rezultă considerând că secțiunile plane perpendiculare pe direcția z rămân plane și că tensiunile longitudinale σ_z sunt uniforme pe secțiune.

Dacă se aplică o presiune interioară P_i respectiv o presiune exterioară P_o pe un con cu raza variabilă r(z) și cu raza interioară a respectiv cea exterioară b(z), atunci pentru r(z) = a(z), $\sigma_r(z) = -P_i$ și pentru r(z) = b(z), $\sigma_r(z) = -P_o$. Cele două funcții constante (A1.12) și (A1.13) pot fi evaluate.

Tensiunile radiale și tangențiale sunt date de:

$$\sigma_r(z) = \frac{P_i(z)a^2(z) - P_0(z)b^2(z)}{(b^2(z) - a^2(z))} - \frac{(P_i(z) - P_0(z))a^2(z)b^2(z)}{(b^2(z) - a^2(z))r^2(z)}$$
(A1.14)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{P_i(z)a^2(z) - P_0(z)b^2(z)}{(b^2(z) - a^2(z))} + \frac{(P_i(z) - P_0(z))a^2(z)b^2(z)}{(b^2(z) - a^2(z))r^2(z)}$$
(A1.15)

Când avem numai presiune internă, Ex.: când r(z) = a(z), $\sigma_r(z) = -P_i$ și când r(z) = b(z), $\sigma_r(z) = 0$, ecuațiile devin:

$$\sigma_r(z) = \frac{P_i(z)a^2(z)}{b^2(z) - a^2(z)} (1 - \frac{b^2(z)}{r^2(z)})$$
(A1.16)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{P(z)_i a^2(z)}{b^2(z) - a^2(z)} (1 + \frac{b^2(z)}{r^2(z)})$$
(A1.17)

Când avem numai presiune externă Ex.: când r(z) = a(z), $\sigma_r(z) = 0$ și când r(z) = b(z). $\sigma_r(z) = -P_i$, ecuațiile pot devin:

$$\sigma_r(z) = \frac{-P_0(z)b^2(z)}{b^2(z) - a^2(z)} (1 - \frac{a^2(z)}{r^2(z)})$$
(A1.18)

$$\sigma_{\theta}(z) = \frac{-P_0(z)b^2(z)}{b^2(z) - a^2(z)} (1 + \frac{a^2(z)}{r^2(z)})$$
(A1.19)

A2. COMPONENTE RADIAL SIMETRICE REALIZATE PRIN METODA GENERĂRII FORMEI PRIN PULVERIZARE

A2.1. Componente realizate prin Generarea formei prin pulverizare cu flacără și pulbere

La toate componentele realizate prin Generarea formei prin pulverizare cu flacără și pulbere s-a utilizat metoda de eliminare a suportului fără distrugere (prin răcire rapidă)

a1. Materiale pulverulente

În tabelul A2.1 sunt prezentate pulberile utilizate denumirea de firmă, firma producătoare precum și câteva din aplicațiile tipice sau proprietăți ale acestora

Nr.	Tip pulbere	Cod firmă	Aplicații tipice
crt.		(Producător)	
1.	Oțel	W 1.4115	Straturi cu duritate ridicată de mare
	inoxidabil	(Hoganas)	rezistență la uzare abrazivă
2.	Aliaj bronz	M 135	Aliaj de bronz cu o calitate foarte bună
		(Interweld)	a suprafeței
3.	Aliaj nichel	METCO 44 (Sulzer Metco)	Straturi inoxidabile prelucrabile prin strunjire, utilizabile în cazul reparațiilor componentelor din oțel inoxidabil sau
			nichel ce lucrează în diferite medii nefiind impuse durități ridicate ale
			straturilor

Tabelul A2.1. Pulberi utilizate în programul experimental

Compoziția chimică și granulația pulberilor utilizate în cadrul programului experimental sunt redate în tabelul A2.2 așa cum sunt prezentate în cataloagele firmelor producătoare

Nr. crt.	Tip pulbere	Compoziția chimică	Granulație	
1.	Oțel inoxidabil W 1.4115	0,2 % C, 16,9 % Cr, 0,76 % Ni, 1,13 % Mo. 0, 46 % Si, 0,92 % Mn, <0,01 % B. Fe rest	-120 + 63 μm	
2.	Aliaj bronz M 135	9,5 % Al, 23 % Ni, rest Cu	-100 + 75 μm	
3.	Aliaj nichel METCO 44	16 % Cr, 8 % Fe, rest Ni	-106 +45 μm	

Tabelul A2.2. Compoziția chimică și granulația pulberilor

b1. Regimuri tehnologice de pulverizare

Debit de pulbere (g/min)

Deschiderea valvei de dozare

La pulverizarea cu flacără și pulberi s-a lucrat cu pulberile și regimurile de lucru prezentate în tabelul A2.3.

Tabelul A2.3.	Materiale pulv	erulente și regim	uri utilizate la p	ulverizarea cu flac			
Parametrii de depunere		Denumirea ma	Denumirea materialului de adaos				
		W	M	METCO			
		1.4115	135	44			
Prociumo (hor)	Oxigen	2,2	2,2	2.1			
Trestune (Dar)	Acetilenă	1,05	1,05	1,05			
Dahita	Oxigen	28,5	28,5	28			
(l/min)	Acetilenă	15,5	15,5	15,0			
Temp. de preîncălzire ([°] C)		450	450	450			
Distanța de depunere (mm)		100-125	100-125	150-175			

24

8

. . ră

c1. Aspectul macrostructural al componentelor realizate



32

8

23

6

Figura A2.1. Piesă cilindrică din oțel inoxidabil, ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 1.8 mm



Figura A2.2. Piesă cilindrică din aliaj de bronz, ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 2.1 mm



Figura A2.3. Piesă cilindrică din aliaj de nichel, ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 2 mm

d1. Aspectul microstructural al straturilor depuse



Figura A2.4. Oțel inoxidabil, W1.4115



Figura A2.5. Aliaj bronz, M135



Figura A2.6. Aliaj nichel, Metco 44

A2.2. Componente realizate prin Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă

La componentele realizate prin Generarea formei prin pulverizare în jet de plasmă s-a utilizat atât metoda de eliminare a suportului fără distrugere (prin răcire bruscă) cât și metoda de eliminare prin distrugere (dizolvare chimică)

a2. Materiale pulverulente

În tabelul A2.4 sunt prezentate pulberile utilizate denumirea de firmă, firma producătoare precum și câteva din aplicațiile tipice sau proprietăți ale acestora

Nr.	Tip pulbere	Cod firmă	Aplicații tipice
crt.		(Producător)	
1.	Oxid de titan	Metco 102 (Sulzer Metco)	Rezistență ridicată la medii corosive cu excepția H ₂ SO ₄ . Rezistență medie la uzare abrazivă datorită durității mai reduse.
2.	Oxid de aluminiu	Metco 101 (Sulzer Metco)	Rezistență bună la uzare abrazivă și prin frecare până la temperaturi de aprox. 800 °C. Rezistență electrică ridicată dar nu este indicată folosirea în cazul în care straturile sunt supuse șocurilor
3.	Molibden	Metco 63 NS (Sulzer Metco)	Straturi dure cu excelente comportări la uzare abrazivă și prin frecare. Straturile pot fi supuse fretării. Rezistă la eroziunea provocată de arcul electric fiind posibil a se realiza straturi de mare densitate
4.	Aliaj nichel NiCrAlY	Ni 154 (Praxair)	Straturi dense ce pot lucra la temperaturi de până la 850 °C Utilizări: componente din industria aerospațială, palete de turbine de gaz, alte componente supuse coroziunii la temperaturi înalte

Tabelul A2.4. Pulberi utilizate în programul experimental

Compoziția chimică și granulația pulberilor utilizate în cadrul programului experimental sunt redate în tabelul A2.5 așa cum sunt prezentate în cataloagele firmelor producătoare

Tip pulbere Compoziția chimică Granulație Nr. crt. 99 % TiO₂ Oxid de titan 1. 53 -11 μm Metco 102 2,5 % TiO₂, 2 % SiO₂, 1 % 2. Oxid de aluminiu 53 - 11 μm Metco 101 NS Fe_2O_3 , rest Al_2O_3 Molibden 99,5 % Mo 3. 90 – 37 μm Metco 63 NS Aliaj nichel 22%Cr, 10%Al, 1%Y, rest Ni 4 106 - 56 μm NiCrAlY

Tabelul A2.5. Compoziția chimică și granulația pulberilor

b2. Regimuri tehnologice de pulverizare

La pulverizarea în jet de plasmă s-a lucrat cu pulberile și regimurile de lucru prezentate în tabelul A2.6.

Tip pulbere	$\begin{vmatrix} U_a \\ V \end{vmatrix}$	I _p A	Q _p 1/h	Q _{tr} 1/h	M_p cm ³ /min	d _p mm	Temp de prînc ^O C	Strat tampon
Oxid de titan Metco 102	65	500	3200	300	18	50-80	-	Da
Oxid de aluminiu Metco 101 NS	65	500	3200	300	18	50-80	-	Da
Molibden Metco 63 NS	63	450	3200	300	18	50-80	450	Nu
Aliaj nichel NiCrAlY	64	475	3200	300	16		450	Nu

Tabelul A2.6. Materiale pulverulente și regimuri utilizate la pulverizarea cu plasmă

Probele din molibden și NiCrAlY au fost realizate prin varianta eliminării suportului fără distrugere (prin răcire bruscă) iar probele din oxid de titan respectiv oxid de aluminiu prin varianta eliminării suportului prin distrugere (dizolvare chimică).

c2. Aspectul macrostructural al componentelor realizate



Figura A2.7. Piesă cilindrică din oxid de titan, ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 1.8 mm



Figura A2.8. Piesă cilindrică oxid de aluminiu, ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 2,1 mm



Figura A2.9. Piesă conică din molibden, ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 2 mm. suprafața piesei prelucrată



Figura A2.10. Piesă conică din NiCrAlY. ϕ_{ext} 36 mm, grosimea peretelui de 2 mm. suprafața piesei prelucrată

d2. Aspectul microstructural al straturilor depuse



a. Fără atac chimic, 100x b. Atac chimic HCl, 100x Figura A2.11. Oxid de titan, Metco 102





a. Fără atac chimic, 100x

b. Atac chimic HCl, 100x

Figura A2.13. Molibden, Metco 63



Figura A2.14. Aliaj nichel, Ni 154

ANEXA 3

A3. ASPECTUL MACROSTRUCTURII PIESELOR REALIZATE





Figura A3.1. Proba 1, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,85 mm





Figura A3.2. Proba 2, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,8 mm





Figura A3.3. Proba 3, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,7 mm





Figura A3.4. Proba 4, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,8 mm





Figura A3.5 Proba 5, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,7 mm











Figura A3.7. Proba 7, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,6 mm





Figura A3.8. Proba 8, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,6 mm



Figura A3.9. Proba 9, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,55 mm





Figura A3.10. Proba 10, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,6 mm





Figura A3.11 . Proba 11, ZrO_2 , $\phi med 32 mm$, gros. perete 0,5 mm


Figura A3.12 Proba 12, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,8 mm





Figura A3.13. Proba 13, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,7 mm





Figura A3.14 Proba 14, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,9 mm





Figura A3.15 Proba 15, ZrO₂, \$\$\phimed 32 mm, gros. perete 0,8 mm

ANEXA 4

A4. ASPECTUL MICROSTRUCTURII PIESELOR REALIZATE

A4.1 Microscopie optică



Proba 1, 100x



Proba 1, 500x







Proba 2, 500x





Figura A4.3. Proba 3

Proba 3, 100x

Proba 3, 500x



Proba 4, 100x



Proba 4. 500x



Figura A4.4. Proba 4









Proba 6, 100x



216

Figura A4.6. Proba 6



Figura A4.7. Proba 7

Proba 7, 100x

Proba 7, 500x





Proba 8, 100x



Figura A4.8. Proba 8



Proba 9, 100x

Proba 9, 500x

217

Figura A4.9. Proba 9



Proba 10, 100x

Proba 10. 500x





Proba 11, 100x

Proba 11, 500x

Figura A4.11. Proba 11



Proba 12, 100x

Proba 12. 500x





Proba 13, 100x

Proba 13, 500x





Proba 14, 100x

Proba 14. 500x

Figura A4.14. Proba 14



Proba 15, 100x

Proba 15, 500x

Figura A4.15. Proba 15

A4.2 Microscopie electronică



Figura A4.16. Proba 1



Figura A4.17. Proba 2



Figura A4.18. Proba 3



Figura A4.19. Proba 3

Figura A4.20. Proba 4



Figura A4.21. Proba 4



Figura A4.22. Proba 5



Figura A4.23. Proba 6







Figura A4.25. Proba 8



Figura A4.26. Proba 9





222



Figura A4.28. Proba 11



Figura A4.29. Proba 12



Figura A4.30. Proba 13



Figura A4.31. Proba 13



Figura A4.32. Proba 14



Figura A4.33. Proba 15

224

A5. ASPECTUL MACROSTRUCTURAL AL PROBELOR DUPĂ ÎNCERCAREA LA ȘOC TERMIC



Figura A5.1. Proba 1



Figura A5.2. Proba 2



Figura A5.3. Proba 3



Figura A5.4. Proba 4



Figura A5.5 Proba 5



Figura A5.6. Proba 6



Figura A5.7. Proba 7



Figura A5.8. Proba 8



Figura A5.9. Proba 9

ANEXA 6

A6. ASPECTUL MICROSTRUCTURII PROBELOR DUPĂ ÎNCERCAREA LA ȘOC TERMIC



Proba 1, 100x

Proba 1, 50x

Figura A6.1. Proba 1







Figura A6.2. Proba 2



Proba 3, 100x

Proba 3, 50x

Figura A6.3. Proba 3



Proba 4, 100x

Proba 4, 50x

Figura A6.4. Proba 4



Proba 5, 100x

Proba 5, 50x



230



Proba 6, 100x

Proba 6, 50x

Figura A6.6. Proba 6



Proba 8, 100x

Proba 8, 50x

Figura A6.7. Proba 7



Proba 9, 100x

Proba 9, 50x



ANEXA 7

A7. PAȘII SECVENȚIALI AI PROGRAMULUI DE CALCUL STATISTIC UTILIZAT PENTRU DETERMINAREA RELAȚIILOR DE REGRESIE

A7.1. Porozitatea

Register variables ip,dp,Qp,Qtr,Mp,Por,Rm,HV,Ra parameters ai,ad,aid,ai2,ad2 !,ai2d !,aid2									
funct: !+ai2d !+aid confid itera	<pre>function Por=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 !+ai2d*ip^2*dp !+aid2*ip*dp^2 confidence 95 iterations 1500</pre>								
data 400 400 450 450 450 500 500 900 900 900 900 900 900 900 9	120 90 60 120 90 60 120 90 60 90 90 90 90 90 90 90	2200 2200 2200 2200 2200 2200 2200 220	170 170 170 170 170 170 170 170 170 170	18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 1	37.4 31.6 34.1 30.5 24.5 27.6 27.5 21.8 10.5 14.3 15.0 13.6 7.94 12.8 10.2	7.7 8.6 6.1 7.6 8.0 10.1 8.7 6.8 14.0 11.2 7.0 8.6 6.2 4.7 8.1	435 492 529 403 562 495 390 664 526 695 491 492 654 560 562	10.69 10.28 9.31 9.85 9.47 9.61 9.98 9.82 9.56 8.95 8.73 9.6 9.0 10.72 10.4	
Register variables ip,dp,Qp,Qtr,Mp,Por,Rm,HV,Ra parameters ai,ad,aid,ai2,ad2 !,ai2d !,aid2									
funct !+ai2 !+aid confi	<pre>function Por=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 !+ai2d*ip^2*dp !+aid2*ip*dp^2 confidence 95</pre>								

iterations 1500

data

Beginning comp Iteration Iteration Iteration Iteration Iteration	Outation. O. Sum 1. Sum 2. Sum 3. Sum 4. Sum	 of squared of squared of squared of squared of squared	deviations deviations deviations deviations deviations	= 5.97000E+011 = 6.12862E+009 = 4.75766E+001 = 4.75766E+001 = 4.75766E+001				
Final	l Results	s						
Nonlin version	n 2.5							
Function: Por= Number of obse	Function: Por=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2							
Maximum allowe Convergence to	ed number plerance	factor = 1	ions = 1500 .000000E-010)				
Stopped due to Number of iter	Stopped due to: Relative function convergence.							
Final sum of squared deviations = 4.75766E+001								
standard error of estimate = 3,448/9								

Average deviation = 2.0442 Maximum deviation for any observation = 3.60091 Proportion of variance explained (R^2) = 0.9044 (90.44%) Adjusted coefficient of multiple determination (Ra^2) = 0.8087 (80.87%) Durbin-Watson test for autocorrelation = 2.107

---- Descriptive Statistics for Variables ----

Variable	Minimum value	Maximum value	Mean value	Standard dev.
			450	
ıp	400	500	450	43.30127
dp	60	120	90	25.98076
Qp	2200	2200	2200	0
Qtr	170	170	170	C
Mp	18	18	18	0
Por	10.5	37.4	2 7. 27778	7.885394
Rm	6.1	14	8.622222	2.320441
HV	390	664	499.5556	85.20433
Ra	9.31	10.69	9.841111	0.4308841

---- Calculated Parameter Values ----

Parameter Prob(t)	Initial guess	Final estimate	Standard error	t
 ai	1	0.47158038	0.1389328	3.39
0.02742 ad	1	-1.16003348	0.6923009	-1.68
0.16912 aid	1	0.00207686394	0.0011189	1.86
0.13701 ai2	1	-0.00089050556	0.00025268	-3.52
0.02436				

ad2 1 0.00197276831 0.002695991 0.73 0.50489

---- Analysis of Variance ----

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F value	Prob(F)
Regression	4	449.8589	112.4647	9.46	0.02569
Error	4	47.57664	11.89416		
Total	8	497.4356			

---- 95.000% Confidence Intervals ----

Parameter	Lower limit	Best estimate	Upper limit
ai	0 0858427207	0 17159039	 0 057210020
ad	-3 08216124	-1 16003349	0.857518058
au		-1.10003348	0.762094281
aiu		0.00207686394	0.00518341645
aiz	-0.00139203473	-0.00089050556	-0.000188956368
auz	-0.00551247269	0.0019/2/6831	0.0094580093

A7.2 Rezistența la rupere

Register variables ip, dp, Qp, Qtr, Mp, Por, Rm, HV, Ra parameters ai, ad, aid, ai2, ad2 !,ai2d,aid2 function Rm=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 !+ai2d*ip^2*dp+aid2*ip*dp^2 confidence 95 iterations 1500 data 400 7.7 120 2200 170 18 37.4 435 10.69 400 90 2200 170 18 31.6 8.6 492 10.28 6.1 400 60 2200 170 18 34.1 529 9.31 2200 170 18 30.5 7.6 403 9.85 450 120 170 18 24.5 562 9.47 450 90 2200 8.0 170 18 27.6 10.1 495 9.61 450 60 2200 500 120 2200 170 18 27.5 8.7 390 9.98 9.82 2200 170 18 21.8 6.8 664 500 90 170 18 10.5 14.0 526 9.56 500 60 2200 !450 90 1800 170 18 14.3 11.2 695 8.95 !450 90 1400 170 18 15.0 7.0 491 8.73 !450 90 2200 170 18 13.6 8.6 492 9.6 !450 90 2200 170 11 7.94 6.2 654 9.0 90 2200 170 25 12.8 4.7 560 10.72 !450 2200 170 18 10.2 8.1 562 10.4 ! 450 90

Register variables ip,dp,Qp,Qtr,Mp,Por,Rm,HV,Ra parameters ai,ad,aid,ai2,ad2

!,ai2d,aid2 function Rm=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 !+ai2d*ip^2*dp+aid2*ip*dp^2 confidence 95 iterations 1500 data Beginning computation... Iteration 0. Sum of squared deviations = 5.97082E+011 Iteration 1. Sum of squared deviations = 6.12729E+009 Iteration 2. Sum of squared deviations = 1.35440E+001 Iteration 3. Sum of squared deviations = 1.35440E+001 Iteration 4. Sum of squared deviations = 1.35440E+001 ---- Final Results ----Nonlin version 2.5 Function: Rm=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 Number of observations = 9Maximum allowed number of iterations = 1500 Convergence tolerance factor = 1.000000E-010 Stopped due to: Relative function convergence. Number of iterations performed = 4Final sum of squared deviations = 1.35440E+001 Standard error of estimate = 1.84011 Average deviation = 1.03129Maximum deviation for any observation = 2.28718 Proportion of variance explained $(R^2) = 0.6856$ (68.56%) Adjusted coefficient of multiple determination $(Ra^2) = 0.3712$ (37.12)Durbin-Watson test for autocorrelation = 3.069

Maximum value Mean value Standard dev. Variable Minimum value _____ _____ -----450 ip 400 500 43.30127 60 120 90 25,98076 dp 2200 2200 2200 0 Qp 170 170 170 0 Otr 18 18 18 0 Mp 37.4 27.27778 Por 10.5 7.885394 Rm 14 2.320441 6.1 8.622222 ΗV 390 664 499.5556 85.20433 10.69 9.31 9.841111 Ra 0.4308841

---- Descriptive Statistics for Variables ----

---- Calculated Parameter Values ----

Paramet Prob(t)	er	Initial	guess	Final estimate	Standard error	t	
-							
0.74631	ai		1	-0.0256973146	0.0741277	-0.35	

ad 0.59562	1	0.212673944	0.3693778	0.58
aid 0.13575	1	-0.00111288094	0.0005969901	-1.86
ai2 0.28600	1	0.000165862007	0.0001348176	1.23
ad2 0.38291	1	0.00140855865	0.001438448	0.98
	 Ana	lysis of Variance		

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F value	Prob(F)
Regression	4	29.53161	7.382901	2.18	0.23442
Error	4	13.54395	3.385988		
Total	8	43.07556			

---- 95.000% Confidence Intervals ----

Parameter	Lower limit	Best estimate	Upper limit
ai	-0.23150799	-0.0256973146	0.180113361
ad	-0.812879015	0.212673944	1.2382269
aid	-0.00277038447	-0.00111288094	0.000544622593
ai2	-0.000208450174	0.000165862007	0.000540174188
ad2	-0.00258519858	0.00140855865	0.00540231587

A7.3.Duritatea

```
Register
variables ip, dp, Qp, Qtr, Mp, Por, Rm, HV, Ra
parameters ai, ad, aid, ai2, ad2
!,ai2d,aid2
function HV=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2
!+ai2d*ip^2*dp+aid2*ip*dp^2
confidence 95
iterations 1500
data
                                         7.7
400
       120
             2200
                    170
                           18
                                  37.4
                                                435
                                                       10.69
400
       90
             2200
                    170
                           18
                                  31.6
                                         8.6
                                                492
                                                       10.28
             2200
                    170
                                  34.1
                                         6.1
                                                529
                                                       9.31
400
       60
                           18
             2200
                    170
                                  30.5
                                         7.6
                                                403
                                                       9.85
450
       120
                           18
450
       90
             2200
                    170
                           18
                                  24.5
                                         8.0
                                                562
                                                       9.47
                                  27.6
                                         10.1
                                                495
                                                       9.61
             2200
                    170
                           18
450
       60
             2200
                                  27.5
                                         8.7
                                                390
                                                       9.98
                    170
                           18
500
       120
                    170
                                  21.8
                                         6.8
                                                664
                                                       9.82
             2200
                           18
       90
500
                                  10.5
                                         14.0
                                                526
                                                       9.56
                    170
              2200
                           18
500
       60
                                  14.3
                                         11.2
                                                695
                                                       8.95
                    170
                           18
!450
       90
              1800
                                  15.0
                                         7.0
                                                491
                                                       8.73
                    170
                           18
!450
       90
              1400
                                         8.6
                                                492
                                                       9.6
                                  13.6
                           18
!450
       90
              2200
                    170
                                                654
                                                       9.0
                                  7.94
                                         6.2
!450
       90
              2200
                    170
                           11
                                  12.8
                                         4.7
                                                560
                                                       10.72
                           25
!450
       90
              2200
                    170
                                        8.1
                                                562
                                  10.2
                                                       10.4
!450
       90
              2200
                    170
                           18
```

Register variables ip,dp,Qp,Qtr,Mp,Por,Rm,HV,Ra

parameters ai, ad, aid, ai2, ad2 !,ai2d,aid2 function HV=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 !+ai2d*ip^2*dp+aid2*ip*dp^2 confidence 95 iterations 1500 data Beginning computation... 0. Sum of squared deviations = 5.94841E+011 Iteration Iteration 1. Sum of squared deviations = 6.07940E+009Iteration 2. Sum of squared deviations = 1.31921E+004 Iteration 3. Sum of squared deviations = 1.31921E+004 Iteration 4. Sum of squared deviations = 1.31921E+004 ---- Final Results ----Nonlin version 2.5 Function: HV=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 Number of observations = 9Maximum allowed number of iterations = 1500 Convergence tolerance factor = 1.000000E-010 Stopped due to: Relative function convergence. Number of iterations performed = 4 Final sum of squared deviations = 1.31921E+004 Standard error of estimate = 57.4284 Average deviation = 31.3325Maximum deviation for any observation = 66.436 Proportion of variance explained $(R^2) = 0.7729$ (77.29%) Adjusted coefficient of multiple determination $(Ra^2) = 0.5457$ (54.57%)Durbin-Watson test for autocorrelation = 3.086

---- Descriptive Statistics for Variables ----

Variable	Minimum value	Maximum value	Mean value	Standard dev.
ip	400	500	450	43.30127
dp	60	120	90	25.98076
Qp	2200	2200	2200	0
Qtr	170	170	170	С
Mp	18	18	18	0
Por	10.5	37.4	27.27778	7.885394
Rm	6.1	14	8.622222	2.320441
HV	390	664	499.5556	85.20433
Ra	9.31	10.69	9.841111	0.4308841

---- Calculated Parameter Values ----

Parameter Prob(t)	Initial guess	Final estimate	Standard error	t	
 ai 0.36879	1	-2.34115843	2.313474	-1.01	

ad	1	23.9845808	11.52802	2.08
0.10596	1	0.00000001050	0.01060165	
0.68688	1	-0.00808021353	0.01863165	-0.43
ai2	1	0.00387656933	0.004207564	0.92
0.40902				
ad2	1	-0.122963182	0.04489297	-2.74
0.40902 ad2 0.05196	1	-0.122963182	0.04489297	-2.74

---- Analysis of Variance ----

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F value	Prob(F)
Regression	4	44886.14	11221.53	3.40	0.13134
Error	4	13192.08	3298.021		
Total	8	58078.22			

---- 95.000% Confidence Intervals ----

Parameter	Lower limit	Best estimate	Upper limit
ai	-8.76436622	-2.34115843	4.08204936
ad	-8.02221149	23.9845808	55.9913731
aid	-0.0598097482	-0.00808021353	0.0436493211
ai2	-0.00780545387	0.00387656933	0.0155585925
ad2	-0.247605538	-0.122963182	0.00167917322

A7.4. Rugozitatea

```
Register
variables ip,dp,Qp,Qtr,Mp,Por,Rm,HV,Ra
parameters ai,ad,aid,ai2,ad2
!,ai2d,aid2
```

```
function Ra=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2
!+ai2d*ip^2*dp+aid2*ip*dp^2
confidence 95
iterations 1500
```

data								
400	120	2200	170	18	37.4	7.7	435	10.69
400	90	2200	170	18	31.6	8.6	492	10.28
400	60	2200	170	18	34.1	6.1	529	9.31
450	120	2200	170	18	30.5	7.6	403	9.85
450	90	2200	170	18	24.5	8.0	562	9.47
450	60	2200	170	18	27.6	10.1	495	9.61
500	120	2200	170	18	27.5	8.7	390	9.98
500	90	2200	170	18	21.8	6.8	664	9.82
500	60	2200	170	18	10.5	14.0	526	9.56
!450	90	1800	170	18	14.3	11.2	695	8.95
!450	90	1400	170	18	15.0	7.0	491	8.73
!450	90	2200	170	18	13.6	8.6	492	9.6
!450	90	2200	170	11	7.94	6.2	654	9.0
!450	90	2200	170	25	12.8	4.7	560	10.72
!450	90	2200	170	18	10.2	8.1	562	10.4

238

Register variables ip, dp, Qp, Qtr, Mp, Por, Rm, HV, Ra parameters ai, ad, aid, ai2, ad2 !,ai2d,aid2 function Ra=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 !+ai2d*ip^2*dp+aid2*ip*dp^2 confidence 95 iterations 1500 data Beginning computation ... Iteration 0. Sum of squared deviations = 5.97077E+011 Iteration 1. Sum of squared deviations = 6.12773E+009Iteration 2. Sum of squared deviations = 4.59518E-001 Iteration 3. Sum of squared deviations = 4.59518E-001 Iteration 4. Sum of squared deviations = 4.59518E-001 ---- Final Results ----Nonlin version 2.5 Function: Ra=ai*ip+ad*dp+aid*ip*dp+ai2*ip^2+ad2*dp^2 Number of observations = 9Maximum allowed number of iterations = 1500 Convergence tolerance factor = 1.000000E-010 Stopped due to: Relative function convergence. Number of iterations performed = 4 Final sum of squared deviations = 4.59518E-001 Standard error of estimate = 0.338939 Average deviation = 0.183599Maximum deviation for any observation = 0.421792 Proportion of variance explained $(R^2) = 0.6906$ (69.06%) Adjusted coefficient of multiple determination $(Ra^2) = 0.3812$ (38.12%) Durbin-Watson test for autocorrelation = 1.260

---- Descriptive Statistics for Variables ----

Variable	Minimum value	Maximum value	Mean value	Standard dev.
 ip	400	500	450	43.30127
dp	60	120	90	25.98076
qQ	2200	2200	2200	0
Qtr	170	170	170	0
Мр	18	18	18	0
Por	10.5	37.4	27.27778	7.885394
Rm	6.1	14	8.622222	2.320441
HV	390	664	499.5556	85.20433
Ra	9.31	10.69	9.841111	0.4308841

---- Calculated Parameter Values ----

Parameter Initial guess Final estimate Standard error t Prob(t)

ai	1	0.0223516393	0.01365397	1.64	
ad 0.17893	1	0.110741088	0.06803762	1.63	
aid 0.14990	1	-0.000195594709	0.0001099627	-1.78	
ai2 0.75163	1	-8.41942692E-006	2.483276E-005	-0.34	
ad2 0.82498	1	-6.25461295E-005	0.0002649553	-0.24	

---- Analysis of Variance ----

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F value	Prob(F)
Regression	4	1.025771	0.2564428	2.23	0.22792
Error	4	0.4595178	0.1148795		
Total	8	1.485289			

---- 95.000% Confidence Intervals ----

Parameter	Lower limit	Best estimate	Upper limit
ai	-0.0155577023	0.0223516393	0.0602609809
ad	-0.0781608634	0.110741088	0.299643039
aid	-0.000500898924	-0.000195594709	0.000109709506
ai2	-7.73659447E-005	-8.41942692E-006	6.05270909E-005
ad2	-0.000798176884	-6.25461295E-005	0.000673084625