

Contractor: Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare în Sudură și Încercări de Materiale - ISIM Timișoara (anexa la procesul verbal de avizare internă nr. 2/14.06.2024)  
Cod fiscal : RO 3041226

De acord,  
**DIRECTOR GENERAL**  
Timișoara  
Dr. Ing. Nicușor-Alin SÎRBU

Avizat,  
**DIRECTOR DE PROGRAM**

Dr. Ing. Horia-Florin Dașcău

## RAPORT DE ACTIVITATE AL FAZEI

Contractul nr.: 16N / 2023

Proiectul: Sistem de acoperire nanocompozit pentru energie regenerabilă

Faza: 3: Concepere program experimental și efectuarea de cercetări experimentale privind fabricația avansată a stratului reflectorizant

Termen de încheiere a fazei: 14.06.2024

### 1. Obiectivul proiectului:

**OS1:** Validarea în laborator a unei noi tehnologii de obținere a unor sisteme de acoperire nanocompozite utilizate pentru creșterea performanțelor componentelor critice pentru producția de energie regenerabilă sau pentru protecția altor componente exploatate în condiții de solicitări termice și mecanice severe

**OS2:** Îmbunătățirea capacităților de cercetare aplicată prin dezvoltarea infrastructurii de cercetare, intensificarea cunoștințelor interdisciplinare și a experienței în dezvoltarea de sisteme de acoperire nanocompozite cu performanțe optice superioare, rezistență termică și mecanică îmbunătățită.

### 2. Rezultate preconizate pentru atingerea obiectivului:

**R1:** 8 studii / rapoarte;

**R2:** 1 site proiect;

**R3:** 24 articole științifice dintre care 2 open acces;

**R4:** dezvoltarea infrastructurii de cercetare: upgrade 2 echipamente;

**R5:** organizare 2 workshopuri;

**R6:** Participare la 2 conferințe internaționale;

**R7:** Participare la 2 târguri internaționale;

**R8:** 4 Cereri de brevete de invenție și soluții la nevoile societale;

**R9:** 3 tehnologii;

**R10:** 1 produs, sistem de acoperire nanocompozit pentru energie regenerabilă, validat în condiții de laborator.

### 3. Obiectivul fazei:

Concepere și implementare program experimental complex privind fabricarea avansată a unor straturi depuse cu proprietăți reflectorizante în domeniul ultraviolet și testarea acestora în condiții de laborator

### 4. Rezultate preconizate pentru atingerea obiectivului fazei:

**R1:** 1 studiu / raport;

**R3:** 2 articole științifice;

**R4:** echipament de încercare la oboseală termică actualizat

**R8:** cerere brevet de invenție / soluție la nevoie societală

**R9:** 1 tehnologie

### 5. Rezumatul fazei: (maxim 5 pagini)

Capitolul 1 prezintă o abordare structurată a proiectării și realizării programului experimental pentru obținerea straturilor de acoperire  $\text{Al}_2\text{O}_3$  40  $\text{TiO}_2$  pe oțel termorezistent, utilizând tehnologia HVOF, cu accent pe materiale, echipamente și proceduri.

#### 1.1 Materiale utilizate

- Materialul suport: Oțel 10CrMo9.10, caracteristici chimice și mecanice prezentate;
- Pulberi pentru acoperiri: Amestec Amdry 6257 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  40  $\text{TiO}_2$ ), caracteristici prezentate.

#### 1.2 Echipamente utilizate pentru pulverizarea termică HVOF

- Descrierea sistemului HVOF, inclusiv pistol de pulverizare, dozator de pulbere și unitate de control;
- Utilizarea unui robot Fanuc pentru controlul precis al parametrilor de pulverizare;

Aspecte privind siguranța operatorilor și managementul procesului. Se menționează importanța controlului parametrilor de pulverizare și a măsurilor de siguranță în utilizarea echipamentelor HVOF.

#### 1.3 Program experimental factorial

- Teste preliminare pentru verificarea parametrilor operaționali și eficienței dispozitivului HVOF;
- Parametri verificați: grosimea stratului, uniformitatea, aderența și caracteristicile mecanice ale depunerilor;

- Pregătirea adecvată a suprafețelor înainte de pulverizare.

## Capitolul 2 - Evaluarea structurii și proprietăților mecanice ale straturilor depuse prin HVOF

Capitolul prezintă investigații aprofundate privind comportamentul straturilor depuse prin HVOF, în vederea evaluării performanței acestor acoperiri în condiții de exploatare severe.

### 2.1 Încercarea la zgâriere a stratului depus

În vederea caracterizării straturilor depuse prin procedeul HVOF, probele obținute în cadrul programului experimental au fost supuse încercării la zgâriere, utilizând platforma Step 500 (figura 2.1.1), echipată cu modulul MCT3.



**Figura 2.1.1:** Platforma Step 500

Rezistența la zgâriere este evaluată prin măsurarea forței necesare pentru a produce o anumită adâncime sau tip de zgârieturi. În tabelul 2.1.1. se prezintă rezultatele încercării la zgâriere a straturilor depuse în cadrul programului experimental.

**Tabelul 2.1.1:** Rezultatele încercării la zgâriere

Marcaj probă	Forța normală la atingerea substratului $F_n$ [mN]	Coeficientul de frecare, $\mu$ [-]
1	5065,87	0,098
2	2324,32	0,059
3	4521,46	0,098
4	3175,92	0,123
5	4237,08	0,060
6	3952,78	0,133
7	3508,49	0,131
8	4708,85	0,119
10	3847,34	0,096

## 2.2 Încercarea la aderență a stratului depus

Încercarea s-a efectuat în scopul determinării rezistenței legăturii dintre materialul depus și metalul suport, în conformitate cu SR EN ISO 14916:2017: Pulverizare termică. Determinarea rezistenței de aderență prin încercarea la tracțiune. În urma acestor încercări s-a determinat rezistența la aderență la tracțiune, calculată ca raport între forța maximă de tracțiune și suprafața transversală a epruvetei la nivelul feței de rupere.

După realizarea îmbinării și întărirea și răcirea acesteia lent până la temperatura ambiantă, ansamblul obținut se montează în bacurile echipamentului de încercare și se încearcă la tracțiune. Viteza de încărcare a fost de 1 mm/min. Încercările se realizează utilizând un echipament de ultimă generație, LabTest 6.100, aflat în dotarea Laboratorului de Încercări, Examinări și Analize (LIEA) al ISIM Timișoara (**figura 2.2.4**).



**Figura 2.2.4:** Epruveta utilizată la încercarea de aderență la tracțiune

Rezultatele încercărilor de aderență a straturilor depuse cu pulberea din  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$  se prezintă în **tabelul 2.2.1**.

**Tabelul 2.2.1:** Rezultatele încercării de aderență a straturilor depuse

Marcajul epruvetei	Forța maximă F [N]	Rezistenței de aderență prin încercarea la tracțiune $R_{ad}$ [N/mm <sup>2</sup> ]
1	14388	29,32
2	14339	29,23
3	14398	29,35
4	14833	30,23
5	15316	31,22
6	14902	30,37
7	14091	28,72
8	15354	31,29
10	11756	23,96

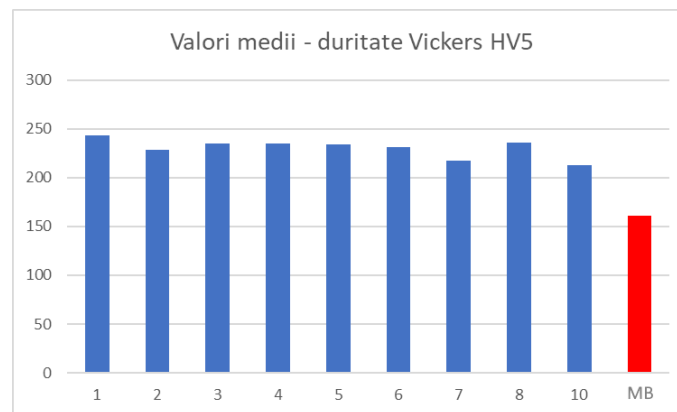
## 2.3 Încercarea la duritate a stratului depus

Încercările de duritate Vickers au fost realizate cu ajutorul echipamentului Zwick 3212 din dotarea laboratorului LIEA, cu o sarcină de 50N (HV5) și sunt prezentate în **tabelul 2.3.1**. Straturile depuse prezintă valori ale durității superioare (212 HV5 - 244 HV5)

cu 30 – 50% mai ridicate în raport cu materialul suport, oțel termorezistent, (161 HV5). În **figura 2.3.2** se prezintă modul de variație a durității stratului depus aferent probelor realizate în cadrul programului experimental în raport cu materialul suport.

**Tabelul 2.2.1:** Rezultatele încercării de duritate a straturilor depuse, comparativ cu MB

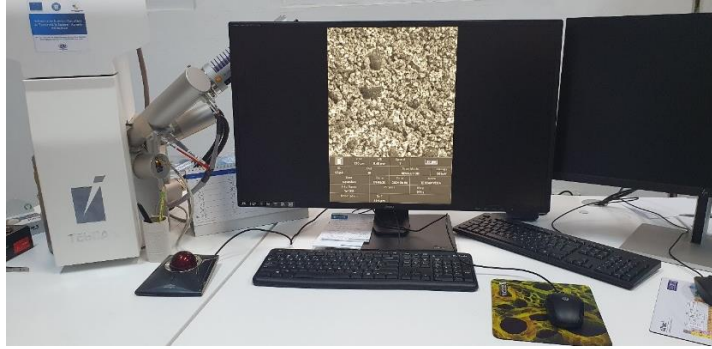
Marcajul epruvetei	Rezultate încercări de duritate Vickers, HV5					
	Valori măsurate HV 5					Valori medii HV5
1	236	257	257	236	232	244
2	237	214	232	223	237	229
3	232	237	237	237	232	235
4	232	237	237	232	237	235
5	232	232	237	232	237	234
6	237	232	223	232	232	231
7	214	214	219	219	219	217
8	237	237	237	232	237	236
10	214	214	210	210	214	212
MB	161	161	161	161	161	161



**Figura 2.3.2:** Valori medii duritate Vickers HV5 – probe cu depuneri de  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$  și material suport, oțel termorezistent 10CrMo9.10

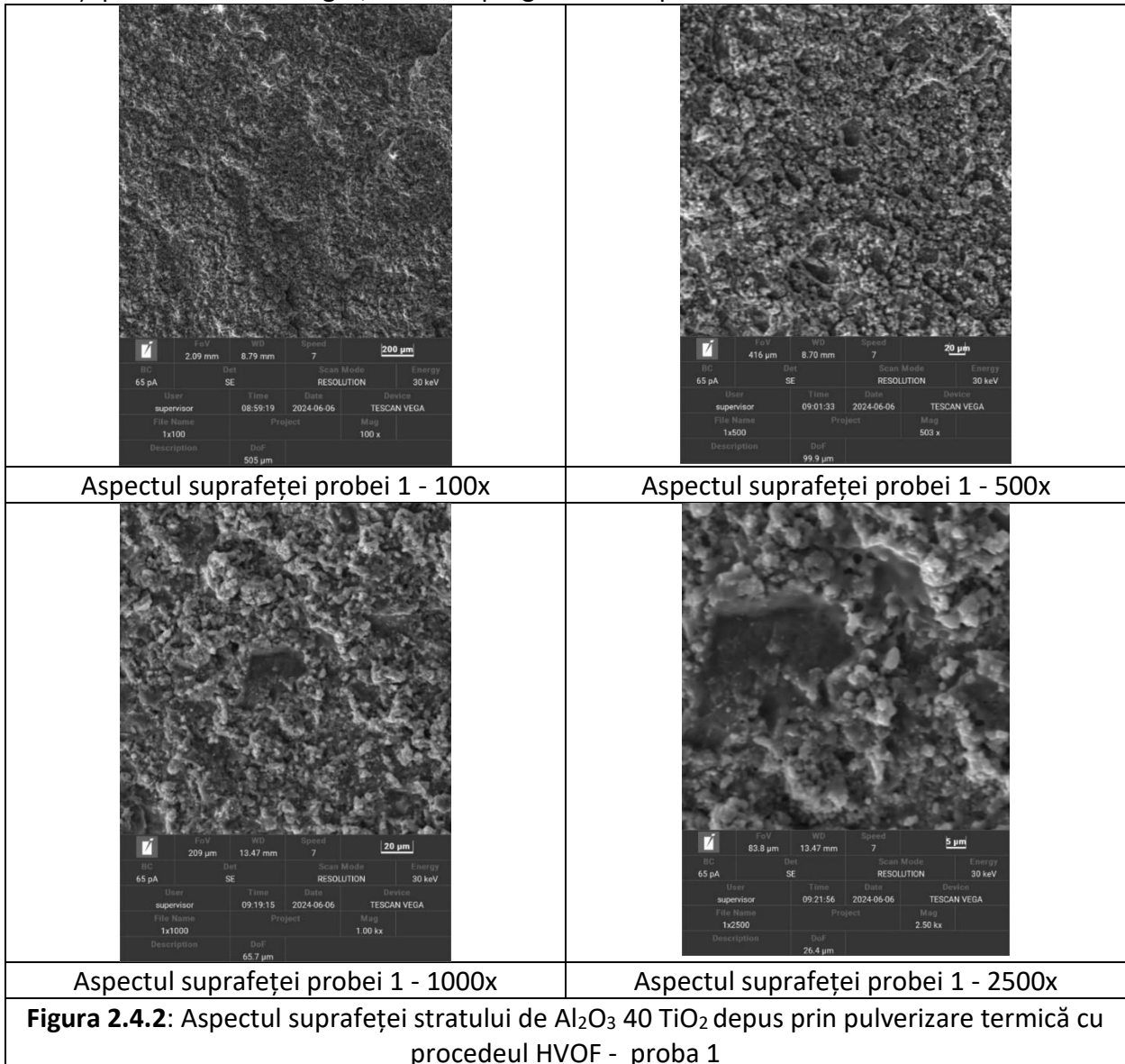
#### 2.4 Analiza aspectului microstructural și a morfologiei suprafeței stratului depus Analiza chimică locală

Analiza aspectului microstructural al suprafeței stratului depus utilizând procedeul de pulverizare termică HVOF și amestecul de pulberi de oxid de aluminiu și oxid de titan ( $Al_2O_3$  40  $TiO_2$ ), precum și analiza chimică locală s-a realizat prin microscopie electronică de scanare (SEM), utilizând microscopul din generația a patra, Tescan VEGA LMU din dotarea laboratorului LIEA al ISIM Timișoara (**figura 2.4.1**).

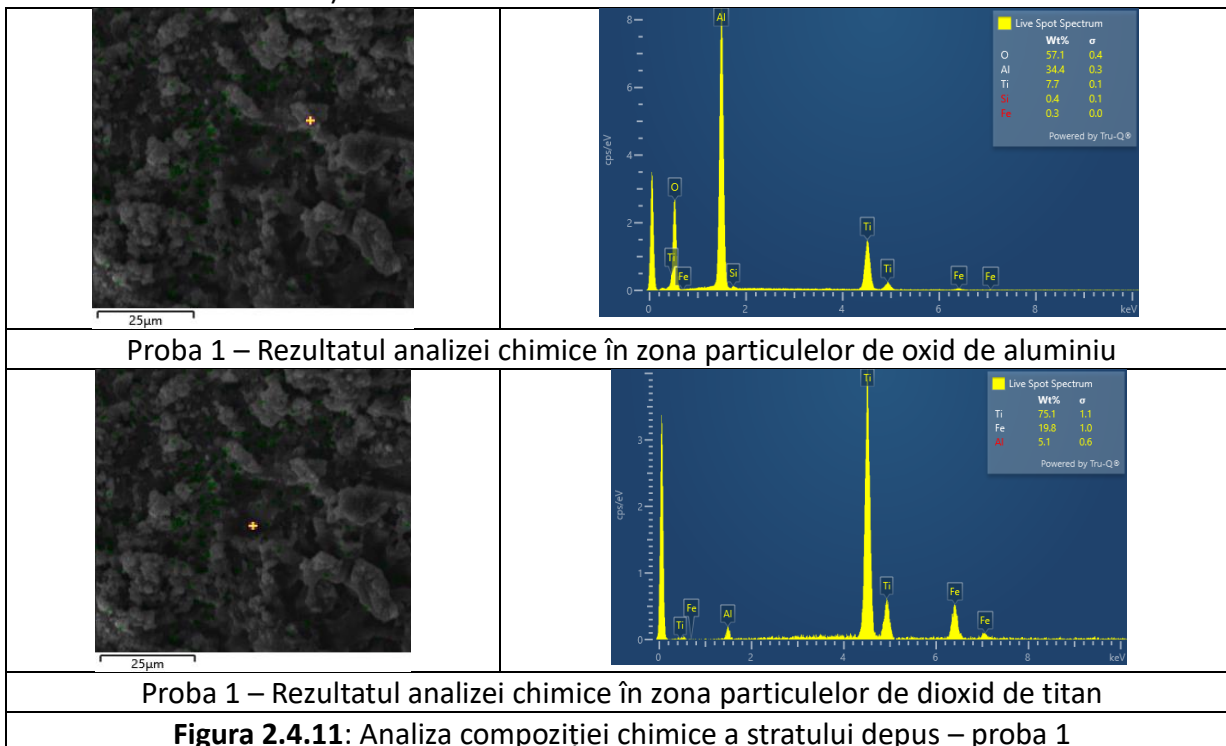


**Figura 2.4.1:** Microscop electronic de scanare (SEM) model Tescan VEGA LMU

În **figura 2.4.2** se prezintă aspectul suprafeței unei probe cu depuneri de oxid de aluminiu și oxid de titan ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  40  $\text{TiO}_2$ ), utilizând procedeul de pulverizare termică HVOF cu diverși parametri tehnologici, conform programului experimental.



În figura 2.4.11 se prezintă compoziția chimică locală (în zona particulelor de oxid de aluminiu și oxid de titan).



Valorile măsurate ale rugozității straturilor depuse se prezintă în **tabelele 2.4.1 și 2.4.2.**

**Tabelul 2.4.1:** Valorile rugozității (Ra) a suprafeței probelor cu depuneri de  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$

Marcaj probă	Rugozitate medie (Ra) – valori măsurate					Valoare medie Ra
	1	2	3	4	5	
1	5,83	6,71	6,29	6,97	6,16	6,39
2	5,22	4,18	5,23	5,24	4,52	4,88
3	4,88	5,37	6,12	4,60	5,63	5,32
4	4,71	4,24	4,31	3,80	3,01	4,01
5	4,56	5,35	7,32	4,61	4,43	5,25
6	4,41	4,36	4,41	5,23	3,64	4,41
7	6,91	6,32	4,87	5,52	7,05	6,13
8	4,25	5,01	4,78	5,63	6,44	5,22
10	5,74	4,83	4,97	5,75	5,87	5,43

**Tabelul 2.4.2:** Valorile rugozității (Rz) a suprafeței probelor cu depuneri de  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$

Marcaj probă	Rugozitate Rz – valori măsurate (înălțime medie a rugozității)					Valoare medie Rz
	1	2	3	4	5	
1	38,18	38,94	38,99	29,60	37,06	36,55
2	24,39	26,77	33,74	29,82	28,74	28,69
3	30,36	29,58	36,16	28,77	39,52	32,88
4	25,63	24,60	21,32	24,52	28,22	24,86

5	33,03	32,59	45,30	40,59	38,93	38,09
6	31,14	26,53	23,91	28,81	32,19	28,52
7	34,77	28,91	30,69	39,97	34,18	33,70
8	24,51	30,69	22,18	34,65	26,27	27,66
10	28,34	26,66	27,03	31,12	33,30	29,29

## 2.5 Analiza spectroscopică a stratului depus

Spectroscopia UV-Vis este o tehnică analitică utilizată pentru a obține spectrele de absorbție ale unei substanțe în soluție sau ca solid

Reflectanța este definită ca proporția de lumină reflectată de suprafața unui material. Este măsurată ca raportul dintre fluxul luminos reflectat și fluxul luminos incident. Reflectanța se exprimă adesea ca un procentaj și poate varia în funcție de lungimea de undă a luminii incidente. În cadrul lucrării se prezintă reflectogramele (spectrele de reflectanță) ale probelor cu straturi depuse din Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 40 TiO<sub>2</sub>, iar în figura 2.5.11 se prezintă comparativ reflectograma materialului suport, oțel termorezistent 10CrMo9.10.

## 2.6 Măsurători de grosime a stratului depus

Măsurătorile de grosime a stratului depus din Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 40 TiO<sub>2</sub> pe suport din oțel termorezistent 10CrMo9.10 s-au realizat cu microscopul optic model Nikon SMZ745T, dotat cu o cameră video MshOt MS 60 ce preia imaginile probei pentru a fi prelucrată cu un software specializat. Rezultatele măsurătorilor se prezintă în **tabelul 2.6.1**.

**Tabelul 2.5.1:** Valorile grosimii stratului depus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 40 TiO<sub>2</sub> prin procedeul HVOF

Marcaj probă	Grosime strat depus [μm] – valori măsurate					Grosime medie [μm]
	1	2	3	4	5	
1	42,4	60,6	52,9	52,8	67,4	55,2
2	47,1	56,6	72,7	62,2	44,7	56,7
3	66,5	65,2	63,1	56,6	50,5	60,4
4	42,2	44,4	33,5	41,1	55,2	43,3
5	50,5	52,6	61,0	37,9	67,3	53,9
6	46,3	52,6	40,0	44,2	54,7	47,6
7	67,3	44,2	48,4	61,0	63,1	56,8
8	54,7	54,7	52,6	52,6	56,8	54,3
10	42,1	44,2	46,3	31,5	44,2	41,7

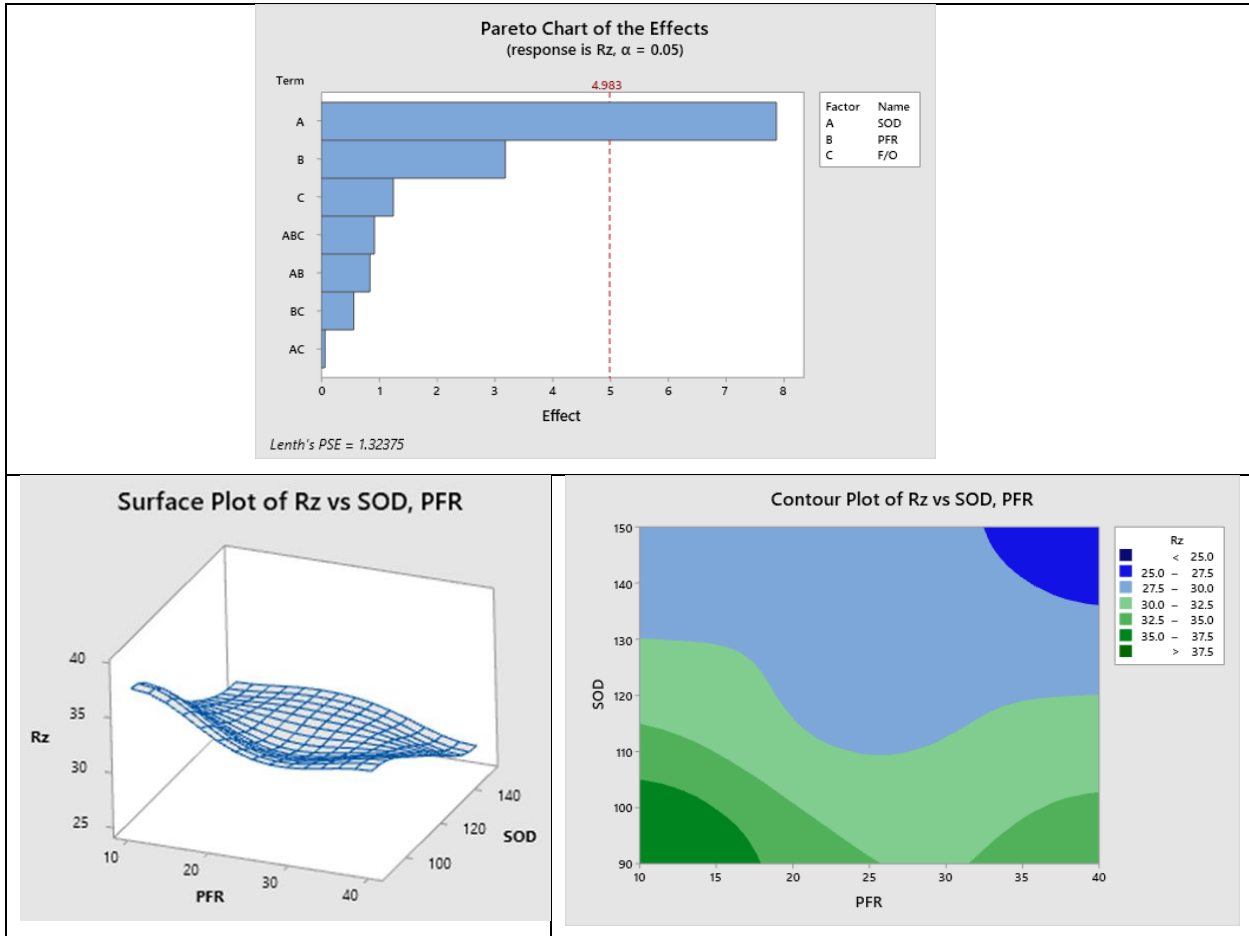
## 2.7 Interpretarea rezultatelor experimentale. Tehnologie optimizată destinată realizării de straturi depuse din Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 40 TiO<sub>2</sub>, realizate cu procedeul de pulverizare termică HVOF

Pentru a obține o corelație între parametrii HVOF: distanța de pulverizare (SOD – Stand-off Distance), debitul de pulbere (PFR- Powder Feed Rate) și raportul combustibil / oxigen (F/O – Fuel/Oxygen) și principalele funcții obiectiv: rugozitatea suprafeței (Rz), forța de zgâriere (F) și reflectanța în domeniul ultraviolet (R<sub>UV</sub>), s-a utilizat un software specializat de analiză statistică.



Pe baza rezultatelor obținute în urma încercărilor și analizelor specifice pe probele acoperite cu amestecul de pulberi  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$ , corelațiile obținute sunt prezentate sub formă grafică și analitică, ca în exemplul alăturat, **figura 2.7.1**. Corelația dintre rugozitatea suprafeței Rz și SOD, PFR și F/O este descrisă de **ecuația 2.7.1**:

$$Rz = 43,29 - 0,08111 \cdot SOD + 0,09417 \cdot PFR + 123,8 \cdot F/O - 0,002139 \cdot SOD \cdot PFR - 0,9800 \cdot SOD \cdot F/O - 4,170 \cdot PFR \cdot F/O + 0,04100 \cdot SOD \cdot PFR \cdot F/O - 2,079 \text{ Ct Pt} \quad (2.7.1)$$



**Figura 2.7.1:** Diagrama Pareto și corelațiile între rugozitatea suprafeței obținută prin pulverizare termică și principalii parametri tehnologici ai procedului HVOF

Astfel, în urma analizei rezultatelor obținute, s-a concluzionat că tehnologia de depunere amestecuri de pulberi  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$  utilizând procedul de pulverizare termică HVOF, se prezintă în **tabelul 2.7.1**.

**Tabelul 2.7.1:** Parametrii tehnologici de depunere HVOF

Distanța de pulverizare SOD [mm]	Debitul de pulbere PFR [g/min]	Raportul combustibil / oxigen F/O	Reflectivitatea în domeniul ultraviolet $R_{UV}$ [%]	Forța de zgâriere F [mN]	Rugozitatea suprafeței Rz [ $\mu m$ ]
150	40	0,1	73	4708	27

Capitolul 3 prezintă modul de diseminare a rezultatelor obținute în cadrul fazei: actualizare pagină proiect, elaborare lucrări științifice, actualizare cerere de brevet de invenție, participare la târguri și expoziții.

Pentru a crește vizibilitatea proiectului și a principalelor rezultate obținute, pe parcursul fazei 3, reprezentanți ai ISIM Timișoara au participat la o serie de manifestări științifice, după cum urmează:

- Participare la EUROINVENT Iași – 6-8 Iunie 2024;
- Participare la DEMOMETAL Arad – Târgul de tehnologie din vestul României 11-13 Iunie 2024;
- Participare la Traian Vuia Timișoara – 13-15 Iunie 2024.



În capitolul 4 se prezintă concluziile lucrării și direcții viitoare de cercetare

Capitolul sintetizează contribuțiile majore ale lucrării, evidențiază direcțiile viitoare de cercetare și prezintă strategia de diseminare și valorificare a rezultatelor. Lucrarea a demonstrat că utilizarea oțelului termorezistent 10CrMo9.10 și aplicarea straturilor de protecție din amestecul de pulberi  $Al_2O_3$  40  $TiO_2$ , realizate prin procedeul de pulverizare termică HVOF, este o metodă eficientă pentru protejarea componentelor care operează în condiții extreme de temperatură și presiune.

6. Rezultate, stadiul realizării obiectivului fazei, concluzii și propuneri pentru continuarea proiectului (se vor preciza stadiul de implementare a proiectului, gradul de îndeplinire a obiectivului cu referire la țintele stabilite și indicatorii asociați pentru monitorizare și evaluare).

În vederea atingerii obiectivelor propuse, în cadrul fazei 3 a proiectului s-a conceput și implementat un program experimental adecvat privind fabricarea avansată a unor straturi depuse cu proprietăți reflectorizante în domeniul ultraviolet și testarea acestora în condiții de laborator. Straturile depuse s-au realizat prin pulverizare termică, pe un suport din oțel termorezistent 10CrMo9.10, utilizând un amestec de pulberi din oxid de aluminiu  $Al_2O_3$  și oxid de titan  $TiO_2$ . Alegerea acestor pulberi s-a realizat pe baza experimentelor preliminare care au confirmat capacitatea acestor pulberi de a fi utilizate în condiții excelente pentru producerea ceramicilor avansate și depunerea acestora sub formă de straturilor funcționale destinate protejării suprafețelor metalice, datorită proprietăților sale termice și mecanice. Programul experimental a vizat evaluarea caracteristicilor termice și mecanice a acestor straturi depuse și optimizarea parametrilor tehnologici de pulverizare termică HVOF.

Rezultatele obținute au fost diseminate prin elaborarea a două articole științifice acceptate pentru publicare în revista „Welding and Material Testing BID-ISIM (nr. 1/2024 și nr. 2/2024). De asemenea, în cadru fazei s-a realizat actualizarea cererii de brevet de invenție privind: „Sistem informatizat de încercare la oboseală termică a straturilor funcționale sau de protecție”, precum și modificarea în consecință a sistemului informatizat de încercare la oboseală termică din dotarea laboratorului LIEA al ISIM Timișoara.

În vederea creșterii vizibilității rezultatelor obținute s-a actualizat pagină web a proiectului, realizată în secțiunea „Cercetare – Program Nucleu”, a site-ului ISIM Timișoara ([www.isim.ro](http://www.isim.ro)). De asemenea rezultatele obținute au fost prezentate la târguri și expoziții tehnice unde au primit aprecieri pozitive. Astfel, propunerea de brevet de invenție menționată anterior a obținut o medalie de argint la cea de-a 16-cea ediție a expoziției europene a creativității și inovării - EUROINVENT Iași 2024.

Prin activitățile desfășurate, considerăm că obiectivul fazei 3 a fost atins și propunem continuarea proiectului cu faza 4/2024, cu denumirea: *“Concepere program experimental și efectuarea de cercetări experimentale privind fabricația avansată a stratului absorbant solar”*.

Responsabil proiect,

Dr. ing. Alin Constantin MURARIU