



MINISTERUL EDUCAȚIEI ȘI CERCETĂRII
Universitatea Națională de Știință și Tehnologie
POLITEHNICA din București
Școala Doctorală de
Inginerie Industrială și Robotică

TEZĂ DE DOCTORAT
REZUMAT

*Contribuții privind creșterea durabilității sabelor de foraj prin
încărcarea prin sudare cu aliaje cu entropie înaltă*

Violeta-Elena ȘTEFĂNESCU (PAVELIU)

Conducător științific,
Prof.dr.ing. Ionelia VOICULESCU

INTRODUCERE

Teza de doctorat intitulată *„CONTRIBUȚII PRIVIND CREȘTEREA DURABILITĂȚII SAPELOR DE FORAJ PRIN ÎNCĂRCAREA PRIN SUDARE CU ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ„*, se încadrează în domeniul ingineriei industriale și are la bază o temă de actualitate legată de recondiționarea unor elemente de foraj puternic solicitate utilizând aliaje cu noi, cu proprietăți speciale, denumite aliaje cu entropie înaltă. Exploatarea rezervelor de gaze și carburanți fosili este o prioritate în contextul noilor condiții de achiziție și consum a produselor petroliere, generate de criza economică a resurselor energetice la nivel european sau mondial. De aceea, tematica tezei de doctorat este foarte actuală și importantă în acest context. Teza de doctorat prezintă elementele de proiectare și realizare a unor aliaje cu entropie înaltă din sistemele de aliere AlCoCrFeNi și AlCrFeNiMn care să fie utilizate ca materiale de adaos pentru încărcarea prin sudare a zonelor de uzură ale sabelor de foraj.

În primul capitol se prezintă stadiul actual privind condițiile de funcționare și solicitările din exploatare specifice sabelor de foraj. Sunt prezentate principalele tipuri de sape utilizate în operațiile de foraj, materialele care se utilizează în prezent pentru fabricarea sabelor de foraj, solicitările la care acestea sunt supuse în timpul lucrului, zonele în care apar efecte de uzură și metodele utilizate pentru recondiționarea lor, operațiile specifice de mentenanță și câteva concluzii care definesc aspectele de bază legate de noțiunile prezentate.

În capitolul al doilea, intitulat „Metode și materiale pentru recondiționarea elementelor supuse la uzură severă din componența sabelor de foraj” se prezintă în detaliu principalele tipuri de materiale de adaos care se utilizează frecvent la încărcarea prin sudare a sabelor de foraj, electrozi, sârme și baghete cu compoziții chimice care asigură valori înalte ale caracteristicilor de rezistență la uzură. Totodată se prezintă principalele metode utilizate pentru efectuarea operațiilor de recondiționare și zonele specifice unde apar efecte de uzură intensă. În partea a doua a capitolului se prezintă principiile de proiectare ale aliajelor cu entropie înaltă, caracteristici specifice ale acestora, principalele metode de obținere și domeniile de utilizare recomandate.

În capitolul al treilea se prezintă obiectivele și structura tezei de doctorat, metodele și aparatura de cercetare utilizată pentru derularea programului experimental.

Capitolul al patrulea conține cercetări experimentale efectuate privind obținerea la scară de laborator a aliajelor cu entropie înaltă pentru încărcarea prin sudare a sabelor de foraj. Se prezintă tehnicile de obținere și datele referitoare la compoziția chimică și proprietățile materialelor realizate. Capitolul al cincilea, intitulat „Cercetări experimentale privind recondiționarea prin sudare a zonelor uzate ale sabelor de foraj”, conține rezultatele obținute prin încărcarea prin sudare a zonelor de uzură ale sabelor de foraj. Capitolul al șaselea, intitulat „Testarea probelor încărcate prin sudare” conține testele și analizele de microstructură, uzură, duritate și rezistență la coroziune efectuate pe probele prelevate din zonele încărcate prin sudare. În capitolul intitulat „Concluzii și contribuții, direcții ulterioare de cercetare” se prezintă cele mai relevante concluzii și contribuții originale rezultate din activitatea de cercetare, precum și direcțiile pe care se vor orienta viitoarele cercetări, după finalizarea tezei de doctorat.

Cuprinsul Rezumatului Tezei

Introducere	i
Cuprinsul tezei	4
Partea teoretică	
CAPITOLUL I.	
STADIUL ACTUAL PRIVIND CONDIȚIILE DE FUNCȚIONARE ȘI SOLICITĂRILE DIN EXPLOATARE SPECIFICE SAPELOR DE FORAJ	8
1.1. FORME CONSTRUCTIVE ALE SAPELOR DE FORAJ	8
1.2. MATERIALE UTILIZATE PENTRU FABRICAREA ELEMENTELOR SAPELOR DE FORAJ	8
CAPITOLUL II.	
METODE ȘI MATERIALE PENTRU RECONDIȚIONAREA ELEMENTELOR SUPUSE LA UZURĂ SEVERĂ DIN COMPONENTA SAPELOR DE FORAJ	9
2.1. ASPECTE GENERALE PRIVIND NECESITATEA RECONDIȚIONĂRII SAPELOR DE FORAJ	9
2.2. TIPURI DE MATERIALE UTILIZATE PENTRU RECONDIȚIONAREA SAPELOR DE FORAJ	9
2.2.1. Electrozi înveliți	10
2.2.2. Sârme pentru încărcări dure prin sudare	10
2.3. METODE DE ÎNCĂRCARE CU MATERIALE DURE PE ZONELE ACTIVE ALE SAPELOR DE FORAJ CU ROLE	10
2.3.1. Încărcarea prin sudare a dinților rotelor sapeilor de foraj	10
2.3.2. Încărcarea prin sudare a corpului fălcilor sapeilor de foraj	10
2.4. PROIECTAREA ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ PENTRU ÎNCĂRCAREA PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ	11
2.4.1. Aspecte generale privind aliajele cu entropie înaltă	12
2.4.2. Aspecte specifice ale aliajelor cu entropie înaltă	12
2.4.5. <i>Proprietăți mecanice ale aliajelor cu entropie ridicată</i>	13
2.4.6. <i>Proprietăți fizice și chimice ale aliajelor cu entropie ridicată</i>	13
2.5. COMPORTAREA LA SUDARE A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ	14
2.5.1. <i>Sudarea cu arc electric a HEA</i>	14
2.6. CONCLUZII PRIVIND COMPORTAREA LA SUDAREA A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ	14
CAPITOLUL III.	
OBIECTIVELE ȘI STRUCTURA TEZEI DE DOCTORAT. APARATURA DE CERCETARE	15
3.1. OBIECTIVELE TEZEI DE DOCTORAT	15
3.2. STRUCTURA TEZEI DE DOCTORAT	15

3.3.	APARATURA DE CERCETARE UTILIZATĂ PENTRU DESFĂȘURAREA PROGRAMULUI EXPERIMENTAL	17
3.3.1.	<i>Aparatura de cercetare utilizată pentru realizarea noilor aliaje cu entropie înaltă</i>	17
3.3.2.	<i>Aparatura utilizată pentru efectuarea probelor sudate și tratamente termice</i>	17
3.3.3.	<i>Aparatura de cercetare utilizată pentru efectuarea de analize de microscopie și caracteristici ale suprafețelor</i>	17
3.3.4.	<i>Aparatura de cercetare utilizată pentru efectuarea testelor de rezistență la coroziune</i>	17
3.3.5.	<i>Aparatura de cercetare utilizată pentru efectuarea testelor de uzură</i>	17

Partea experimentală

CAPITOLUL IV.

CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND OBȚINEREA LA SCARĂ DE LABORATOR A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ PENTRU ÎNCĂRCAREA PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ

4.1.	OBȚINEREA ALIAJELOR HEA	18
4.2.	ANALIZA MICROSTRUCTURII ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ	22
	<i>4.2.1. Analiza aliajelor din sistemul AlCrFeNiMn</i>	22
	<i>4.2.2. Analiza aliajelor cu entropie înaltă din sistemul AlCoCrFeNi</i>	25
4.3.	CONCLUZII PRIVIND OBȚINEREA ȘI CARACTERIZAREA NOILOR ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ	27

CAPITOLUL V. CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND RECONDIȚIONAREA PRIN SUDARE A ZONELOR UZATE ALE SAPELOR DE FORAJ

5.1.	PROCEDEE DE SUDARE APLICABILE PENTRU RECONDIȚIONAREA PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ	28
5.2.	PROIECTAREA TEHNOLOGIEI DE RECONDIȚIONARE PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ	28
	<i>5.2.1. Analiza suprafețelor uzate în vederea încărcării prin sudare</i>	28
	<i>5.2.2. Stabilirea parametrilor regimului de sudare</i>	28
5.3.	CERCETĂRI PRIVIND DEPUNEREA PRIN SUDARE WIG CU MATERIALE DE ADAOS DIN ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ PE OȚEL PRELEVAT DIN SAPA DE FORAJ	29
5.4.	EXAMINAREA NEDISTRUCTIVĂ AL PROBELOR SUDATE	30
	<i>5.4.2. Examinare cu lichide penetrante</i>	30
5.5.	TESTAREA DISTRUCTIVĂ	32
	<i>5.5.1. Măsurarea durității</i>	32
5.6.	REALIZAREA EXPERIMENTELOR DE DEPUNERE A STRATURILOR DURE CU ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ, PE SAPA DE FORAJ. LOTUL AL II LEA	38
5.7.	ANALIZA METALOGRAFICĂ A DEPUNERILOR PRIN SUDARE WIG UTILIZÂND ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ	39
5.8.	CONCLUZII PRIVIND COMPORTAREA LA DEPUNEREA PRIN SUDARE A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ PE SAPE DE FORAJ	45

CAPITOLUL VI. TESTAREA PROBELOR ÎNCĂRCATE PRIN SUDARE	46
6.1. TESTE TRIBOLOGICE DE ABRAZIUNE EFECTUATE PENTRU DEPUNERILE SUDATE CU ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ	46
6.2. TESTAREA REZISTENȚEI LA COROZIUNE A ALIAJELOR DEPUSE PRIN SUDARE PE OȚELUL SAPEI DE FORAJ	49
6.3. CONCLUZII PRIVIND COMPORTAREA MECANICĂ ȘI LA COROZIUNE A DEPUNERILOR SUDATE DIN ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ	50
CAPITOLUL VII. CONCLUZII ȘI CONTRIBUȚII. DIRECȚII ULTERIOARE DE CERCETARE	51
7.3. CONTRIBUȚII PERSONALE	51
7.3.1. Contribuții teoretice	51
7.3.2. Contribuții științifice	51
7.4. DIRECȚII ULTERIOARE DE CERCETARE	51
BIBLIOGRAFIE	52

CAPITOLUL I. STADIUL ACTUAL PRIVIND CONDIȚIILE DE FUNCȚIONARE ȘI SOLICITĂRILE DIN EXPLOATARE SPECIFICE SAPELOR DE FORAJ

1.1. FORME CONSTRUCTIVE ALE SAPELOR DE FORAJ

Sapele de foraj sunt cele mai importante componente ale sculelor de foraj. Acestea vin în contact direct cu materialul excavat, fapt pentru care sunt cele mai expuse elemente ale ansamblului de foraj, mai ales la solicitările de uzură și coroziune ce apar în procesul de realizare a canalului de sondă și de îndepărtare a materialului mineral dislocat. [1-5].

Sapele cu role sunt dispozitive specializate echipat cu elemente mobile, care sunt utilizate pentru realizarea canalelor de sondă. [1-5].

Sapele cu trei role (fig. 1.4.) sunt instrumente de dislocare compuse dintr-un corp central, care prin intermediul unui cep asigură legătura la garnitura de prăjini (2). Are și trei fălci masive (1), pe axele cărora sunt fixate rolele (3) prin intermediul rulmenților și lagărelor de alunecare. La exteriorul rolelor sunt amplasate conurile din materiale dure (4) care realizează spargerea și îndepărtarea rocilor excavate [10]. Rolele sunt împiedicate să se deplaseze de-a lungul axului de către rulmentul cu bile (6). Bilele rulmentului sunt introduse printr-un canal practicat în falcă, după care se obturează zona de alimentare cu un dop metallic (7) care se sudează. [8-10].

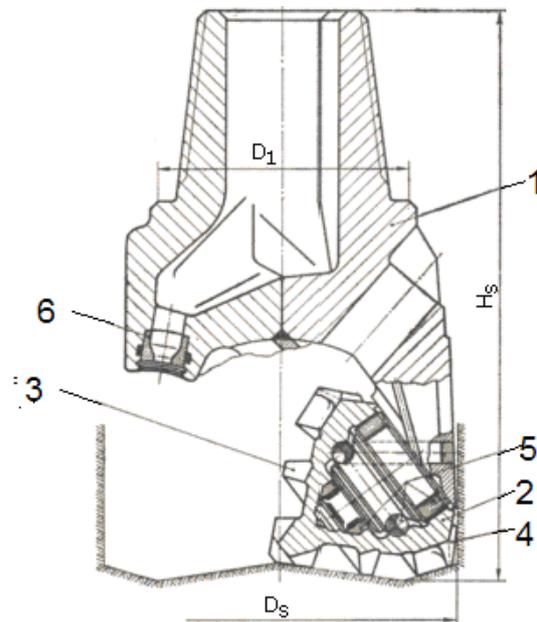


Fig.1.3. Sapă de foraj cu spălare exterioară ce conține 3 conuri și role din carbură de wolfram:
1- corpul sapei; 2 – con de rulare; 3 – pin de excavare; 4 – contracon; 5 – lagăre;
6 – canale pentru vehicularea lichidului de forare;
 D_s – diametrul exterior; H_s – înălțimea totală;
 D_1 – diametrul de asamblare [8].

1.2. MATERIALE UTILIZATE PENTRU FABRICAREA ELEMENTELOR SAPELOR DE FORAJ

Elementele constructive ale sapelor de foraj sunt, de regulă, fabricate din materiale diferite, alese pe principiul rezistenței maxime la solicitările din exploatare sau pe criterii economice (durabilitate versus cost). [8-10]. Oțelurile utilizate pentru fabricarea conurilor rotative (fălcilor) trebuie să aibă o bună sudabilitate, de aceea soluția actuală adoptată este de utilizare a oțelurilor pentru cementare aliate, la care procentul de carbon este limitat (max. 0,2%C) pentru asigurarea sudabilității corespunzătoare.

CAPITOLUL II. METODE ȘI MATERIALE PENTRU RECONDIȚIONAREA ELEMENTELOR SUPUSE LA UZURĂ SEVERĂ DIN COMPONENTA SAPELOR DE FORAJ

2.1. ASPECTE GENERALE PRIVIND NECESITATEA RECONDIȚIONĂRII SAPELOR DE FORAJ

Sapele de foraj cu trei conuri utilizate pentru execuția canalelor de sondă lucrează în condiții severe de uzură abrazivă și coroziune, ceea ce determină rapid instalarea unor tipuri de uzuri la nivelul principalelor elemente active

Pentru a reface geometria zonelor active ale sapelor de foraj au fost dezvoltate o serie de aliaje de sudare care se pot încălca, prin diferite metode, pe zona uzată. În situațiile în care uzura este foarte mare, se recomandă aplicarea unor straturi de reconstrucție, aceasta procedură fiind limitată la circa 3 straturi dure suprapuse. Materialele de adaos utilizate trebuie să acopere diverse de tipuri de solicitare la abraziune, coroziune sau oboseală (fig. 2.2) [25-30].

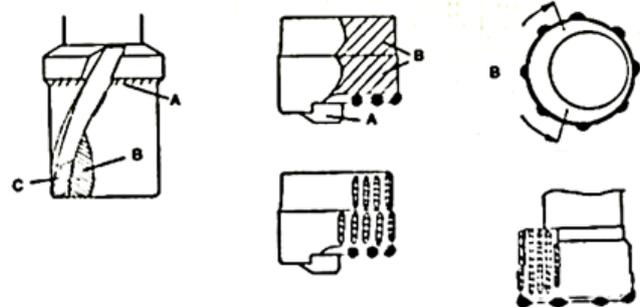


Fig.2.2. Exemple de zone intens solicitate la abraziune care necesită operații de recondiționare prin încărcare prin sudare [27].

2.2. TIPURI DE MATERIALE UTILIZATE PENTRU RECONDIȚIONAREA SAPELOR DE FORAJ

Materiale care se folosesc pentru armarea sau încărcarea dură a sapelor pot fi clasificate astfel:

- *Oțeluri aliate cu un conținut în elemente de aliere mai mic de 20%* (Cr, Mn, Ni, V, W, B etc.);
- *Oțeluri aliate cu un conținut în elemente de aliere mai mare de 20%*, care sunt mult mai scumpe, dar posedă o rezistență la uzură superioară față de prima clasă de oțeluri.
- *Matrici metalice* care aparțin diverselor sisteme de aliere: Cr, W, Co, Ni, V, Si, Zr, cu diferite conținuturi de carbon. [39-44].
- *Carburi metalice* înglobate în matrici metalice, ce pot fi utilizate cu succes la armarea sau recondiționarea zonelor uzate. Cele mai utilizate sunt carburile de wolfram, dar și cele ale altor elemente, precum Cr, Ti, Ta, Mo, Va, Zr, Nb, care sunt înglobate în lianți metalici pe bază de Co, Ni, Cu, Mo, Ti, Ta [45-48]. Pentru armarea dinților sapelor cu role, cel mai folosit material dur este aliajul Relit T-3 (carbura de wolfram turnată, măcinată sub formă de granule) [50-55].
- *Aliaje cu entropie înaltă*, care posedă caracteristici mecanice mult mai mari față de elementele chimice din care sunt alcătuite, cum ar fi: rezistență mecanică, rezistență la uzură și oboseală, duritate, tenacitate, care sunt atribuite în special capacității de formare a unor soluții solide complexe și concentrate, rezultate prin suprimarea tendinței de formare a compuşilor intermetalici fragili. Aceste aliaje se caracterizează prin participarea a cel puțin 5 elemente chimice diferite, introduse în proporții echi-molare. [204].

2.2.1. Electrozi înveliți

Electrozii înveliți se utilizează pentru refacerea formei tehnologice a zonelor puternic uzate, asigurând o bună accesibilitate la zonele fălcilor și ale corpului sapelor de foraj (Fig.2.3.). Așa cum se poate observa din Fig. 2.3, mai întâi se depun cordoanele 1, 2, 3 și 4, pe zonele diametral opuse, apoi se încarcă, tot diametral opus, pe zonele alăturate 5, 6, 7 și 8.

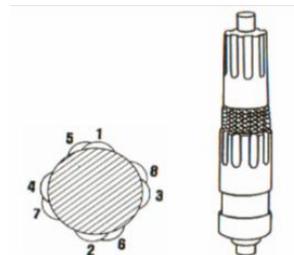


Fig. 2.3. Exemplificarea modului de depunere alternantă a cordoanelor de sudură pe componentele sapelor de foraj [5].

2.2.2. Baghete pentru sudarea WIG

Bagheta din oțel inoxidabil 312 pentru sudarea WIG în mediu de argon este utilizată în foarte multe aplicații, pentru îmbinări eterogene, ale oțelurilor manganoase sau pentru scule. Aceste baghete se utilizează pentru refacerea formei uzate ale pieselor.

2.3. METODE DE ÎNCĂRCARE CU MATERIALE DURE PE ZONELE ACTIVE ALE SAPELOR DE FORAJ CU ROLE

2.3.1. Încărcarea prin sudare a dinților rolelor sapelor de foraj

Pentru a mări durabilitatea suprafeței de lucru a conurilor sapelor cu role se poate realiza încărcarea dinților cu material dur. Depunerea prin sudare a unor straturi de aliaje dure se poate realiza cu flăcără oxiacetilenică, cu arc electric, cu plasmă sau cu laser.

Dinții din zona centrală a rolelor se încarcă parțial sau total, pe ambele fețe. În general, dinții sapelor se armează în funcție de destinația lor. La sapele destinate prelucrării de canale în roci tari se armează ambele muchii ale dinților, pe întreaga lor înălțime, depunerii fiind efectuate pe coroana periferică, la toate cele trei muchii ale dintelui (fig. 2.9).



Fig. 2.9. Imagine a zonei centrale a unei sape de foraj cu trei role, cu grad avansat de uzare a inserturilor din carburi de wolfram [11].

2.3.2. Încărcarea prin sudare a corpului fălcilor sapelor de foraj

Corpul fălcilor este zona care interacționează cu pereții canalului de sondă, fiind supus mai ales la uzura de abraziune. La sapele cu 3 role, poziționarea și fixarea fălcilor se realizează prin sudare (fig. 2.10). Pentru protejarea cusăturilor sudate, suprafața corpului se poate încărca cu material dur, pe o înălțime cuprinsă între 85-100 mm, pe zonele din partea frontală a sapei.

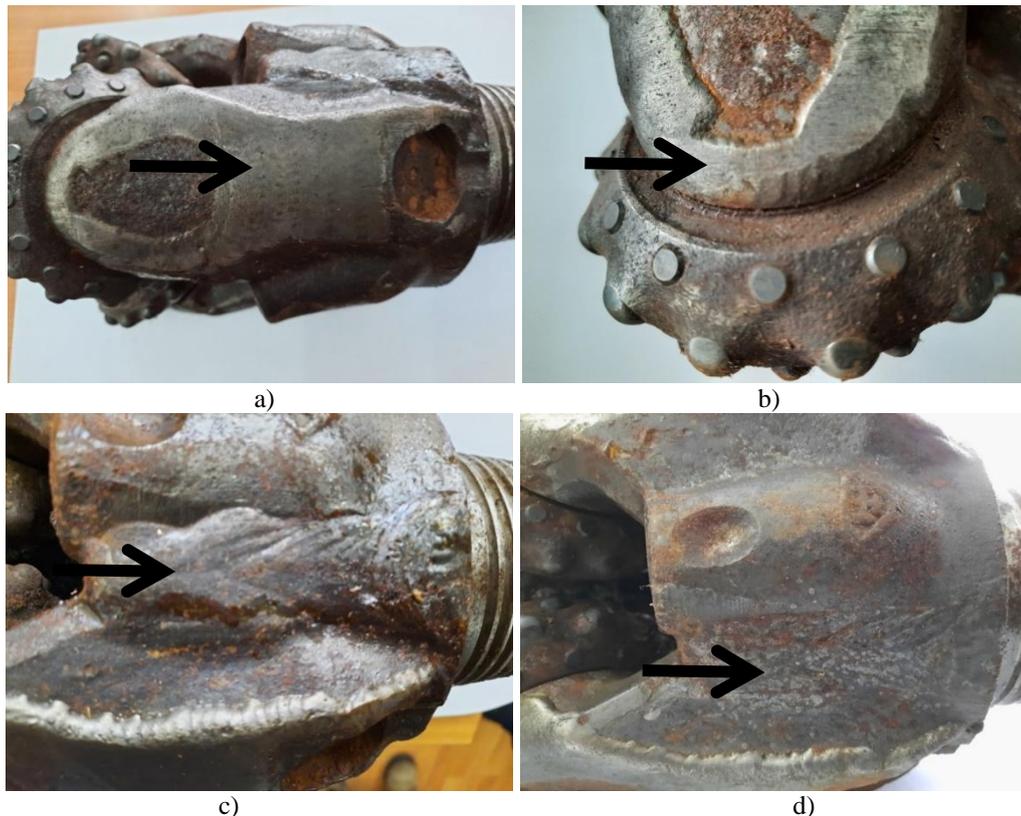


Fig. 2.10. Zone sudate unde s-a depus metal dur prin sudare la sapele de foraj.
a) vedere de ansamblu a zonei de încărcare laterală; b) detaliu pe zona de încărcare laterală; c) zona de încărcare dură peste sudura de asamblare a fălcilor sapei; d) zona de încărcare dură pe flancurile laterale ale fălcilor sapei de foraj.

Cercetările din această teză de doctorat au vizat efectuarea sudurilor de prindere ale fălcilor sapelor de foraj, pentru calibrarea geometrică a fălcilor, în cazul apariției unor uzuri care determină scoaterea din uz a acestora. Soluția prezentată poate fi utilizată și pentru alte zone de interes, inclusiv pentru refacerea zonelor de vârf sau de susținere a roților.

2.4. PROIECTAREA ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ PENTRU ÎNCĂRCAREA PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ

Aliajele HEA au provocat o *revoluție* în domeniul științei materialelor datorită potențialului lor mare de utilizare ca materiale funcționale și structurale. HEA au în același timp proprietăți mecanice foarte bune, cum ar fi duritatea ridicată, dar și capacitatea de a-și menține rezistența mecanică la temperaturi ridicate, ceea ce este extrem de important în industria aerospațială. Experimentele efectuate au arătat că anumite HEA au o rezistență excelentă la oxidare, la uzură și la coroziune.

Echilibrul sistemului metalurgic al aliajelor poate fi obținut pentru valori minime ale energiei libere (G), conform relației propuse de Gibbs (2.1):

$$G=H-TS, \text{ sau } \Delta G_{mix}=\Delta H_{mix}-T\Delta S_{mix} \quad (2.1)$$

în care G este energia liberă (sau entalpia Gibbs), H - entalpia, T - temperatura iar S - entropia.

Conform ipotezei propuse de Boltzmann, se poate calcula entropia de amestec a unui aliaj care are proporții complet echiatomice de n -elemente, la trecerea din soluția solidă elementară la stadiul de soluție aleatorie (ideală), cu ajutorul ecuației 2.3:

$$\Delta S_{mix} = R \cdot \ln(n) \quad (2.3)$$

în care R este constanta gazului ideal, egală cu $8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Pentru numărul elementelor participante cuprins între $n=5$ și $n=13$, se obțin valori ale entropiei între $1.61R$ și $2.56R$, fiind situate în așa numitul domeniu al aliajelor cu entropie ridicată.

Astfel, se poate evidenția diferența la nivel energetic între aceste aliaje (Fig. 2.11).

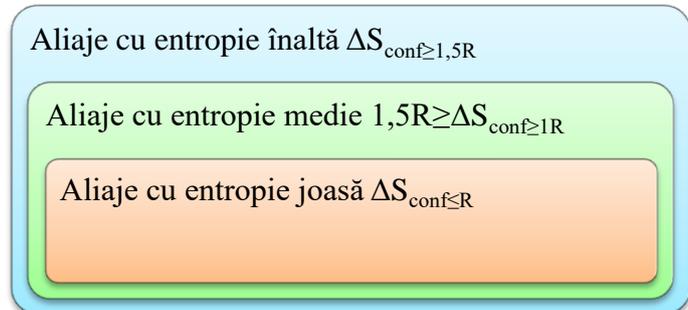


Fig. 2.11. Domeniile de valori ale entropiei pentru aliaje (Conform Murty B. S. și colab.) [19].

2.4.1. Aspecte specifice ale aliajelor cu entropie înaltă

Cercetătorul J. W. Yeh a formulat patru „efecte de bază” care apar în aliajele cu înaltă entropie ce conțin atomi diferiți, ceea ce afectează semnificativ proprietățile materialelor. Acestea se numesc entropie ridicată, deformarea liniilor de dislocații, difuzia lentă și efectele de tip cocktail.

2.4.2. Metode de fabricare a aliajelor cu entropie înaltă

a. Topirea cu arc electric în vid

Obținerea aliajelor cu entropie înaltă prin topirea materiilor prime de înaltă puritate în cuptoare, echipate fie cu rezistență electrică fie cu sisteme de inducție este o practică deja dezvoltată la scară de laborator. Nivelul vidului înaintat (10^{-2} - 10^{-4} torr) pe perioada de topire, asigură condiții optime de evacuare a gazelor, dar ușurează evaporarea elementelor ușor fuzibile, care nu se pot utiliza în aceste agregate metalurgice (fig. 2.15). Lingourile sau mini-lingourile obținute cu aceste cuptoare au structura dendritică, cu grăunți columnari care se formează și cresc echi axial pe direcția fluxului termic (fig. 2.16).

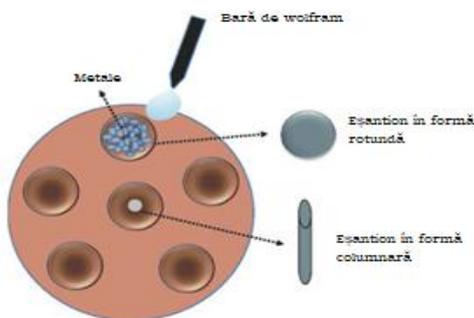


Fig. 2.15. Schema de principiu a procedurii de retopire cu arc în vid



Fig. 2.16. Granulație echi axială într-un lingou din aliaj cu entropie înaltă AlCrFeMnNi [16].

b. Topire în cuptor electric cu inducție

Cuptorul cu inducție este un agregat metalurgic în care se obțin aliaje metalice feroase și/sau neferoase din materiale și aliaje de puritate comercială, cu conținuturi scăzute de fosfor și sulf, prin topire sub acțiunea curenților de inducție, prin efect Joule – Lenz (fig. 2.17). Topirea materialelor metalice se efectuează într-un creuzet ceramic (cu caracter bazic sau acid).

2.4.5. Proprietăți mecanice ale aliajelor cu entropie ridicată

❖ Comportarea la tracțiune/compresiune și duritatea

În 2014, Wu și colab. au studiat proprietățile mecanice ale familiei de aliaje cuaternare, ternare și binare echiatomice cu compoziții ce conțin Fe, Co, Ni, Cr și Mn. În figura 2.23 sunt prezentate comparativ unele valori ale durității determinate prin studii efectuate pe aliaje de tip HEA, comparativ cu aliaje clasice. Zhang și colab. [130] au arătat că solidificarea rapidă după topirea superficială cu laser a produs o duritate relativ mare de 1152 HV în aliajul $\text{FeCoNiCrCuTiMoAlSiB}_{0.5}$.

❖ Rezistența la uzură a aliajelor cu entropie ridicată

Figura 2.26. prezintă o analiză a valorilor de rezistență la uzare în cazul aliajului cu entropie înaltă $\text{Al}_{0.5}\text{BxCoCrCuFeNi}$, prin comparație cu aliaje tradiționale.

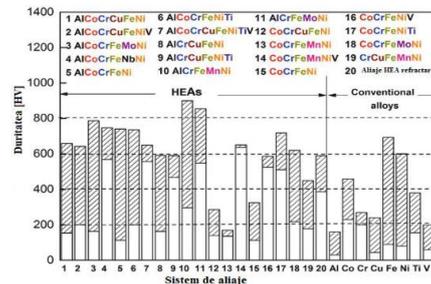


Fig. 2.23. Valori de duritate ale unor aliaje HEA comparativ cu aliaje convenționale [12].

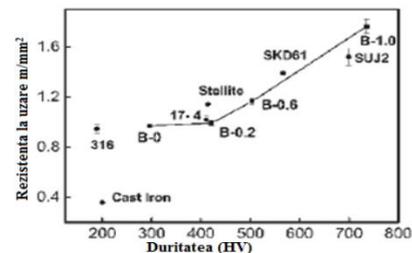


Fig. 2.26. Efectul conținutului de bor în aliajul $\text{Al}_{0.5}\text{BxCoCrCuFeNi}$ asupra rezistenței la uzare și a durității [125].

2.4.6. Proprietăți fizice și chimice ale aliajelor cu entropie ridicată

❖ Proprietăți magnetice

Studiile privind proprietățile magnetice ale HEA sunt concentrate în principal pe aliajele derivate din sistemele Al-Mn-Cr-Cu-Co-Fe-Ni-Ti. Aceste aliaje conțin mai mult de 50% elemente magnetice (Fe, Co și Ni). Ele sunt fie paramagnetice, fie feromagnetice cu o saturație de magnetizare (M_s) de obicei în jur de 10–50 emu/g (dacă este convertită la densitatea medie ponderată, aproximativ în intervalul 70–350 emu/cc). [146-150].

❖ Proprietăți termice

Conductivitatea/difuzivitatea termică a fost determinată pentru aliajele $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ și $\text{Al}_x\text{CrFe}_{1.5}\text{MnNi}_{0.5}\text{Moy}$, stabilindu-se că valoarea conductivității termice a $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ se încadrează în intervalul 10^{-27} W/m·K. [153].

❖ *Rezistența la oxidare a aliajelor HEA*

Rezistența la oxidare a aliajelor poate fi crescută prin adăugarea unor elemente precum Al, Cr, și Si, ce au capacitatea de a forma la suprafața aliajului a unui strat de oxid impenetrabil, dens, aderent și stabil care îl protejează de acțiunea oxigenului la temperaturi ridicate. [131-138].

❖ *Modificarea durității cu temperatura*

Multe aliaje HEA au rezistență mecanică și duritate excepționale la temperaturi înalte, care asigură comportarea lor excelentă la solicitări termice. Aliajele $\text{AlCoCr}_2\text{FeMo}_{0.5}\text{Ni}$ și $\text{Al}_{0.2}\text{Co}_{1.5}\text{CrFeNi}_{1.5}\text{Ti}$ au o duritate foarte mare la temperatura camerei, dar valoarea acesteia scade lent odată cu creșterea temperaturii (Fig. 2.28.)

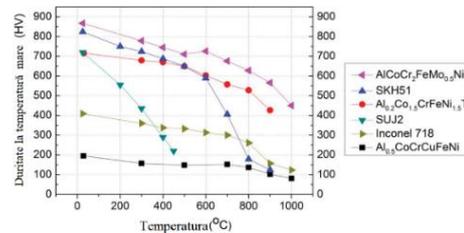


Fig. 2.28. Duritatea diferitelor HEA și aliajelor convenționale în funcție de temperatură [106].

❖ *Rezistența la coroziune a HEA*

Rezistența la coroziune a metalelor și a aliajelor depinde de mai mulți factori, cum ar fi compoziția chimică, temperatura, mediul de lucru și microstructura. $\text{FeTa}_{0.5}\text{Nb}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}_{0.5}$ prezintă o rezistență mai bună la coroziune decât Ti-6Al-4V, care poate fi atribuită în principal adăugării de elemente Nb, Ta și Zr în aliaj, ducând la formarea unui mai stabil și inert strat de oxid (compus în principal din TiO_2 , Nb_2O_5 , NbO_2 , Ta_2O_5 și ZrO_2) pe suprafața aliajului $\text{FeTa}_{0.5}\text{Nb}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}_{0.5}$. Adăosul de Ta poate îmbunătăți rezistența aliajelor de Ti în soluțiile de clor, deoarece Ta pur este rezistent la clor, ca urmare a stabilității relative a soluției de oxid de Ta_2O_5 .

2.5. COMPORTAREA LA SUDARE A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ

2.5.1. *Sudarea cu arc electric a HEA*

Sudarea cu arc electric este una dintre cele mai comune metode de sudare, în care energia dezvoltată prin arderea acestuia topește simultan suprafața pieselor și a unui material de adaos consumabil (electrod învelit, sârme sau baghete), cu sau fără atmosferă de protecție. Există mai multe procedee de sudare aplicabile la îmbinarea HEA, cele mai cunoscute fiind: sudarea manuală cu electrod învelit (SMAW), sudarea WIG în mediu de gaz inert și electrod nefuzibil din wolfram (GTAW) (cunoscută și sub numele de TIG -Tungsten inert gaz), sudarea cu electrod fuzibil în mediu de protecție gazos (GMAW), sudarea cu arc electric sub flux (FCAW sau FCA), sudarea cu arc submersibil (SAW).[216, 217].

2.6. CONCLUZII PRIVIND COMPORTAREA LA SUDAREA A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ

❖ Aliajele cu entropie înaltă posedă proprietăți superioare aliajelor clasice, cum ar fi rezistența mecanică foarte mare, duritatea considerabilă, rezistența la uzură mare și tenacitatea deosebită la temperaturi înalte sau foarte scăzute. Prin definiție, HEA cu structura c.f.c. sunt mai ductile, fiind caracterizate printr-o deformare a rețelei cristaline relativ scăzută. Ca urmare, aceste aliaje nu sunt predispuse la fisurare și la un comportament de difuzie anormal.

CAPITOLUL III. OBIECTIVELE ȘI STRUCTURA TEZEI DE DOCTORAT. APARATURA DE CERCETARE

3.1. OBIECTIVELE TEZEI DE DOCTORAT

Alegerea temei tezei de doctorat este legată de importanța domeniului noilor materiale utilizate pentru recondiționarea prin sudare a sapelor de foraj, care permit creșterea duratei de viață a unei astfel de piese. Aliajele din clasa AlCrFeMnNi se caracterizează prin rezistență la uzare foarte mare până la temperaturi de 800°C, ca urmare a valorilor de duritate de până la 800-900 HV, obținute prin tratamente termice de recoacere pentru omogenizare și călire în apă. Pe baza studiilor bibliografice anterioare, au fost stabilite limitele compozițiilor chimice pentru aliaje cu entropie înaltă din sistemele AlCrFeMnNi și AlCoCrFeNi care au fost utilizate pentru încărcare prin sudare a sapelor de foraj, în vederea creșterii duratei de utilizare. Cercetările teoretice au fost axate, pe atingerea următoarelor obiective majore:

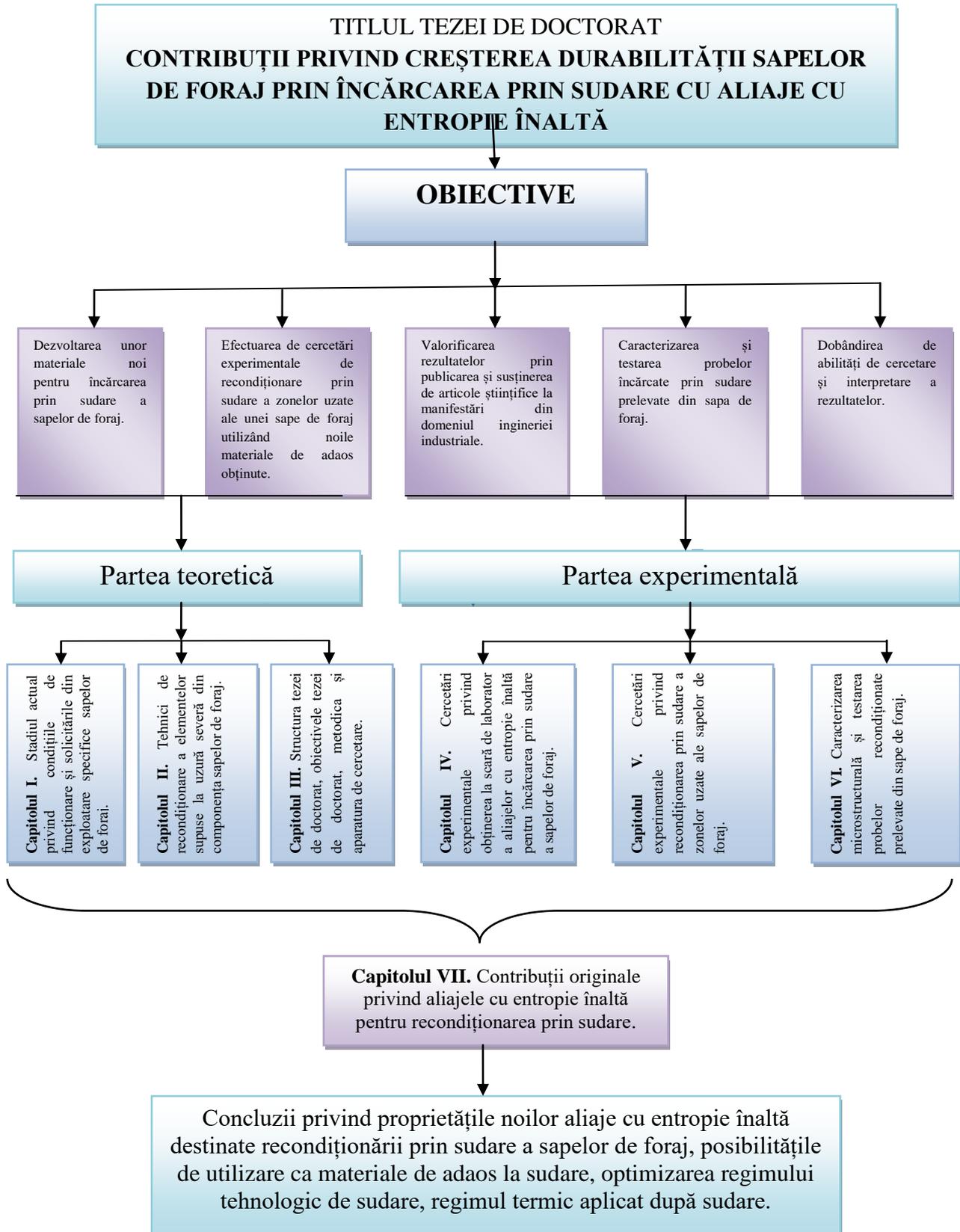
- Studiul noțiunilor de bază privind sapele de foraj, incluzând tipodimensiuni, condiții de solicitare, materiale utilizate pentru fabricarea acestora, operații de mentenanță și probleme specifice.
 - Cunoașterea principalelor tehnici și a materialelor utilizate pentru recondiționarea elementelor supuse la uzura severă din componența sapelor de foraj.
- Cercetările experimentale au vizat atingerea următoarelor obiective:
- Dezvoltarea unor materiale noi pentru încărcarea prin sudare a sapelor de foraj, care să posede simultan valori ridicate ale durității, rezistenței la uzură și la coroziune, pentru a putea rezista solicitărilor complexe din timpul procesului de excavare a solurilor;
 - Efectuarea de cercetări experimentale de recondiționare prin sudare a zonelor uzate ale unei sape de foraj utilizând noile materiale de adaos obținute;
 - Caracterizarea și testarea probelor încărcate prin sudare prelevate din sapa de foraj;
 - Valorificarea rezultatelor prin publicarea și susținerea de articole științifice la manifestări din domeniul ingineriei industriale;
 - Dobândirea de abilități de cercetare și interpretare a rezultatelor, formarea prin studiu, cercetare aplicativă și experimentală a doctorandei.

3.2. STRUCTURA TEZEI DE DOCTORAT

Pentru atingerea obiectivelor propuse în cadrul activității de perfecționare prin doctorat, s-a întocmit un plan de derulare a tuturor activităților de studiu, documentare, experimentare și testare, valorificare a rezultatelor prin publicare de lucrări sau participarea la conferințe de comunicări științifice. Acest plan este redat schematic în fig. 3.1.

Așa cum se poate vedea în fig. 3.1, prima etapă a planului de cercetare a constat în pregătirea teoretică, prin studierea și aprofundarea noțiunilor de bază privind elementele avute în vedere pentru recondiționare, respectiv sapele de foraj, incluzând tipodimensiuni, condiții de solicitare, materiale utilizate pentru fabricarea acestora, operații de mentenanță și probleme specifice.

Pregătirea teoretică a continuat prin studierea principalelor tehnici de recondiționare a sapelor de foraj utilizate la nivel industrial, pentru a putea rezista la solicitările specifice din exploatare.



3.3. APARATURA DE CERCETARE UTILIZATĂ PENTRU DESFĂȘURAREA PROGRAMULUI EXPERIMENTAL

Au fost efectuate cercetări experimentale pentru obținerea la scară de laborator a aliajelor cu entropie înaltă din sistemul de aliere AlCrFeMnNi și din sistemul de aliere AlCoCrFeNi, din care s-au realizat verzele pentru încărcarea prin sudare. Determinarea compoziției chimice a șarjelor din aliaj cu entropie înaltă s-a realizat cu ajutorul spectrometrului de emisie optică cu scânteie și prin analize EDAX. Noile materiale de adaos obținute au fost apoi utilizate pentru încărcarea prin sudare direct pe suprafețele de uzură ale unei sape de foraj, precum și pe zone prelevate din aceasta.

3.3.1. Aparatura de cercetare utilizată pentru realizarea noilor aliaje cu entropie înaltă

Noile aliaje cu entropie înaltă s-au proiectat și realizat în cadrul laboratorului ERAMET din facultatea SIM, UPB, utilizând: Instalația RAV – MRF ABJ 900 și Balanța analitică KERN ABJ, cu precizie de măsurare $e = 1\text{mg}$.

3.3.2. Aparatura utilizată pentru efectuarea probelor sudate și tratamente termice

Probele sudate s-au realizat în cadrul laboratorului de Sudare din Departamentul de Ingineria Calității și Tehnologii Industriale, Facultatea IIR, UPB utilizând sursa pentru sudare WIG PRESTOTIG 210 și Cuptor Nabertherm.

3.3.3. Aparatura de cercetare utilizată pentru efectuarea de analize de microscopie și caracteristici ale suprafețelor

Analizele microstructurilor suprafețelor metalice s-au efectuat în cadrul laboratorului LAMET, din UPB, Departamentul de Ingineria Calității și Tehnologii industriale, Facultatea IIR, Universitatea Politehnica din București, Sala CK106 utilizând microscopul electronic de baleiaj (SEM) Quanta Inspect S, FEI Olanda, Tip FP201711, echipat cu analizor EDAX AMETEC Z2e, microscopul optic OLYMPUS GX51, echipat cu sistem de prelucrare imagine AnalySIS, microdurimetrul Shimadzu HMV2T, Japonia, mașina pentru prelevarea cu precizie a probelor metalografice - ISOMET 4000 Buehler, mașina pentru șlefuire și lustruire automată a probelor metalografice - Vector și Alpha Beta polisher Buehler, sistemul de curățire ultrasonic UCI 50.

3.3.4. Aparatura de cercetare utilizată pentru efectuarea testelor de rezistență la coroziune

Rezistența la coroziune a fost determinată în Laboratorul de Electrochimie și Funcționalizarea Suprafetelor - ElectroSurF, JK209, SIM, UPB, prin tehnica polarizării liniare (Potențiostat/ Galvanostat (tip PARSTAT 4000, AMETEK, USA).

3.3.5. Aparatura de cercetare utilizată pentru efectuarea testelor de uzură

Proprietățile tribologice au fost determinate prin abraziune umedă, pe suprafețele încărcate prin sudare (prelucrate mecanic și șlefuite cu hârtie abrazivă fină), în cadrul laboratorului de Metrologie, din facultatea de Mecanică, UPB. Pentru fiecare tip de probă au fost efectuate cinci teste tribologice succesive (Aparat pentru determinarea rezistenței la uzură Plint 66).

CAPITOLUL IV. CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND OBTINEREA LA SCARĂ DE LABORATOR A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ PENTRU ÎNCĂRCAREA PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ

4.1. OBTINEREA ALIAJELOR HEA

Proprietățile mecanice deosebite ale aliajelor din sistemele de aliere AlCrFeMnNi și AlCoCrFeNi, se pot ajusta prin proiectarea adecvată a compoziției chimice, mai ales prin modificarea conținutului de aluminiu [147-150]. Elementele chimice din aliajele aparținând sistemelor de aliere AlCoCrFeMnNi, precum Cr, Ni și Al influențează în mare măsură și comportarea la coroziune, ceea ce poate fi luat în considerare la stabilirea rețelilor de material, în funcție de aplicațiile posibile ale acestora pentru fabricarea materialelor de adaos destinate încărcării dure a sapelor de foraj [151-162]. Suprafețele care urmează a fi încărcate prin sudare cu materiale de adaos din aliaje cu entropie înaltă necesită o mai atentă pregătire mecanică, astfel încât să se evite contaminarea sudurii cu elemente de tip C, S, P care pot proveni din reziduurile din crustele de oxizi sau contaminanți organici [168,169].

Pe baza studiilor bibliografice anterioare, în acest capitol au fost stabilite limitele compozițiilor chimice pentru aliaje cu entropie înaltă din sistemele AlCrFeMnNi și AlCoCrFeNi care vor fi utilizate pentru încărcarea prin sudare a sapelor de foraj, în vederea creșterii duratei de utilizare și pentru analiza posibilităților de înlocuire a aliajelor scumpe de tip Stelite care se utilizează în prezent. Testele preliminare privind obținerea de aliajele cu entropie ridicată din sistemele de aliere $Al_xCrFeMnNi$ și $Al_xCoCrFeNi$ au fost efectuate în cadrul laboratorului **ERAMET** (www.eramet.ro) din Facultatea SIM a Universității Politehnica din București, utilizând instalația de retopire cu arc în vid, tip MRF ABJ 900 (Fig. 4.1).



Fig. 4.1. Instalația RAV – MRF ABJ 900 cu ajutorul căreia au fost obținute aliajele cu entropie înaltă experimentale.
Laboratorul ERAMET, UPB.

Materiile prime utilizate pentru obținerea acestor aliaje au avut puritate avansată și au fost selectate pe baza compoziției chimice și a granulației, pentru a putea fi așezate cu ușurință în locașurile pentru topire (alveole calibrate executate în placa de cupru răcită cu apă a instalației). Pregătirea materiilor prime și repartizarea elementelor încărcăturii metalice pe placa de topire a instalației RAV este prezentată în fig. 4.2.



Fig. 4.2. Pregătirea materiilor prime (a) și distribuția elementelor încărcăturii metalice pe placa de topire din instalația RAV (b).

Topirea s-a realizat cu ajutorul arcului electric amorsat între un electrod din wolfram aliat cu 2% Th și încărcătura metalică. Aceasta a fost sub formă de granule sau plăci cu dimensiuni de maxim 10mm și a fost încărcată în locașurile speciale ale plăcii din cupru a instalației, care este răcită forțat cu apă, pentru evitarea topirii comune și formării de aliaje cu elementele încărcăturii în timpul elaborării acestora. Pentru asigurarea unei omogenități ridicate a aliajelor, încărcătura a fost retopită de mai multe ori, pe fiecare parte (minimum 5 - 7 ori). Exemplu de aliaj $Al_xCrFeMnNi$ obținut în urma procesului de elaborare și solidificare este prezentat în fig. 4.3. Se observa suprafața neuniformă a barei obținute, care a copiat forma locașului în care s-au topit materiile prime solide. De aceea, după răcire, acest mini-lingou a fost supus operațiilor de prelucrare mecanică, prin care s-a realizat îndepărtarea crustelor superficiale de oxizi și s-a obținut dimensiunea necesară realizării depunerii prin sudare.



Fig. 4.3. Mini-lingou din aliaj S2 HT3 – AlCrFeMnNi.

Calculul încărcăturii aliajelor cu entropie înaltă din sistemul AlCrFeMnNi a fost efectuat pentru a se realiza proporții echiatomice de participare pentru fiecare element chimic, valorile obținute prin calcul fiind redate în Tab. 4.1.

Tabelul 4.1. Calculul de încărcătură corespunzător aliajului S2 HT 3 - $Al_{0,5}CrFeMnNi$
Aliaj $Al_{0,5}CrFeMnNi$ (Masa molară = 235,5 g)

Șarja S2 HT 3		Element					Greutate șarjă, g	Eficiență șarjă, g
		Al	Cr	Fe	Mn	Ni		
	Greutate, %	5,71	22,02	23,76	23,34	25,02	90	88,1
	Greutate, g	5,16	19,87	21,40	21,01	22,56		

După cum se poate observa din valoarea eficienței pentru șarja de aliaj cu entropie înaltă numit HT, s-a înregistrat o pierdere de masă de circa 1,9 g, cel mai probabil datorat evaporării elementelor chimice Al, Mn, Fe, Cr, care au valori specifice mai mari ale ratei de evaporare comparativ cu Ni.

După obținerea noilor aliaje în instalația RAV, s-a realizat obținerea aliajului cu ajutorul cuptorului cu inducție în vid Balzers tip HU-40-25-40-04, din Laboratorul ERAMET al Facultății SIM, UPB.

Pentru elaborarea și turnarea șarjelor din aliajul HT 3 s-au utilizat creuzete fabricate din MgO și masa refractară uscată tip Rodacor Mix 016, care este un material neutru din punct de vedere chimic, ce permite formarea de spineli neutrii la temperaturi cuprinse între 1650 - 1700 °C. A urmat pregătirea pentru elaborare a creuzetului (ștampare), iar sinterizarea s-a realizat cu o viteză de circa 200 °C/h.

Ordinea de încărcare în cuptorul cu inducție a fost următoarea: fier tip ARMCO, nichel, crom, mangan și la sfârșit aluminiu. Al se adaugă în topitură înainte de turnarea acesteia în formele de turnare, care sunt în prealabil preîncălzite. După turnarea aliajului HT 3, s-a lăsat o perioadă de circa 2 ore pentru solidificarea și răcirea aliajelor turnate, apoi s-a realizat extragerea baghetelor, curățarea suprafețelor și desprinderea de rețelele de alimentare (fig. 4.5).

Pentru determinarea compoziției chimice a șarjelor din aliaj cu entropie înaltă s-a utilizat spectrometrul de emisie optică cu scânteie – SPECTROMAXx M, în cadrul laboratorului LISEOFRX (www.liseofrx.ro), din Facultatea SIM, UPB. O parte dintre analize s-a realizat prin comparație cu analizor AMETEC Z2e, din dotarea microscopului electronic SEM Quanta Inspect S, din laboratorul LAMET, UPB. Analiza de compoziție chimică a fost efectuată utilizând două programe specifice aliajelor bază nichel (Ni-01) și oțelurilor (Fe-01), rezultatele fiind aproximative. Compoziția chimică simplificată determinată pentru șarja de aliaj HT3 a fost următoarea: Al ≈ 5,2 %; Cr ≈ 23,29%; Fe ≈ 23,36%; Mn ≈ 23,8 %; Ni ≈ 23,50 %; Alte elemente = 0,85%.



Pentru a putea fi utilizate în bune condiții la topirea și depunerea prin sudare, s-a realizat prelucrarea mecanică prin strunjire a baghetelor turnate din aliajele experimentale, fiind obținute tije cu lungime de 160mm și diametru de 4 mm (fig. 4.6).

Fig. 4.6. Tije din aliaj S2 HT 3 rezultate în urma prelucrării mecanice prin strunjire.

A urmat obținerea aliajelor cu entropie înaltă din sistemul AlxCoCrFeNi, urmând o procedură similară. Aceste aliaje se caracterizează prin rezistență mare la compresiune (2004 MPa), valori ridicate ale rezistențelor de curgere și de rupere (1250 MPa), valori bune ale energiei de rupere la 20 °C (60-62 J) și duriții mari (350 – 650 HV0,2), care depind de nivelul de aliere și starea de livrare [177].

Masele atomice ale elementelor utilizate la obținerea aliajelor cu entropie înaltă au fost următoarele: Al=27 g/mol; Cr = 52 g/mol; Fe = 56 g/mol; Co = 59 g/mol; Ni = 59 g/mol. Compozițiile chimice ale șarjelor realizate din aliaje HEA din sistemul AlCoCrFeNi sunt prezentate în tabelul 4.2 iar aspectul mini-lingourilor obținute în fig. 4.7.

Tabelul 4.2. Compoziția chimică a aliajelor experimentale din sistemul AlCoCrFeNi

Aliaj		Element					masa șarjă, g
		Al	Cr	Fe	Co	Ni	
Aliaj HEA 1 AlCoCrFeNi Masa molară $M_{mol.} = 253$ g	Masa procentuală, %	10,67	20,55	22,13	23,32	23,33	200,82
	masa, g	22	41,04	44,24	46,64	46,9	
	Masa molară, % at.	20	20	20	20	20	
Aliaj HEA 5 Al _{0,8} CoCrFeNi Masa molară $M_{mol.} = 247,6$ g							52,53
	Masa procentuală, %	8,72	21	22,61	23,82	23,85	
	masa, g	4,57	11,01	11,85	12,5	12,6	
	Masa molară, % at.	20	20	20	20	20	
Aliaj HEA 6 Al _{0,6} CoCrFeNi Masa molară $M_{mol.} = 242,2$ g							79,9
	Masa procentuală, %	6,68	21,47	23,12	24,36	24,36	
	masa, g	5,34	17,17	18,5	19,49	19,4	
	Masa molară, % at.	20	20	20	20	20	



Fig. 4.7. Aspectul mini-lingourilor obținute din aliaje AlCoCrFeNi.

Pentru caracterizarea aliajelor experimentale au fost prelevate probe din micro-lingourile obținute, utilizând mașina pentru debitare de mare precizie IsoMet 4000 (Laborator LAMET, UPB). Parametrii de debitare utilizați au fost: turația: 2050 rot/min; viteza de avans la tăiere: 5,5mm/min; tipul discului: materiale extradure (R/Al2O3).

Din fiecare mini-lingou de aliaj cu entropie înaltă au fost debitate mici porțiuni de capăt, cu grosimi de circa 10mm. Apoi, mostrele de aliaj au fost înglobate la cald, utilizând rășină fenolică (PhenoCure) (fig. 4.10), la temperatura de 195 °C. Suprafețele aliajelor au fost șlefuite cu hârtii abrazive cu granulații progresive (600 – 2500) apoi au fost lustruite cu pulbere abrazivă de alumina (cu granulație 10 – 0,1μm).



Fig. 4.10. Aspectul probelor din aliaj AlCrFeMnNi după înglobarea în rășină.

După pregătirea metalografică, probele au fost spălate cu etanol în cuva cu ultrasunete, au fost uscate și apoi au fost atacate chimic cu acid oxalic 10%, în vederea analizei cu microscopul optic și electronic.

4.2. ANALIZA MICROSTRUCTURII ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ

4.2.1. Analiza aliajelor din sistemul AlCrFeNiMn

Analizele microstructurii au fost realizate prin microscopie electronică de baleiaj SEM, cu microscopul electronic Inspect S, FEI Olanda, echipat cu sistem de analiză EDAX, AMETEC Z2e, pentru vizualizarea suprafețelor de rupere (fig. 4.11 – 4.13).

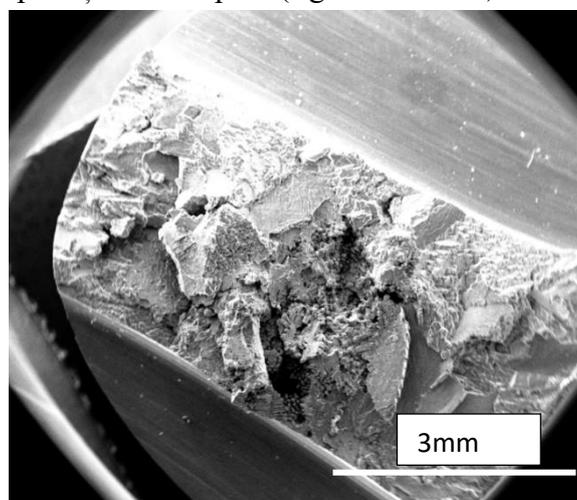


Fig. 4.11. Aspectul suprafeței de rupere la aliajul HT 3. Microscopie SEM. Laborator LAMET.

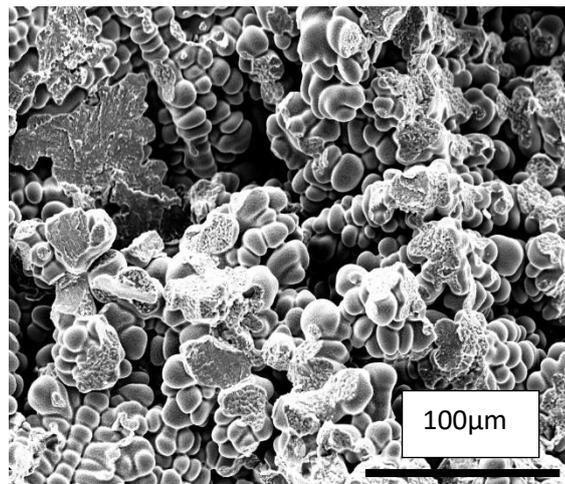


Fig. 4.12. Analiza SEM pe zona centrală a mini-lingoului din aliaj HT 3. Dendrite solidificate și suprafețe de rupere fragilă. Laborator LAMET.

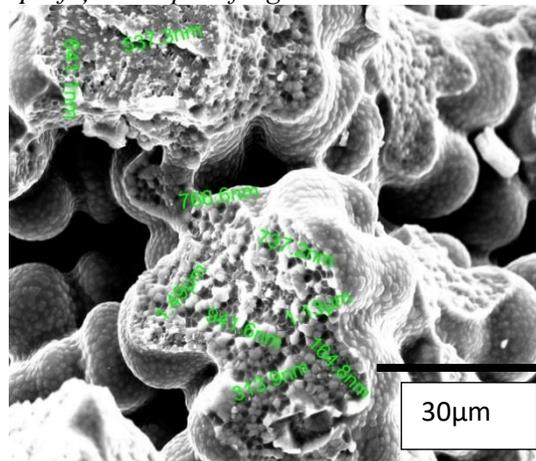


Fig. 4.13. Detaliu pe o zonă de rupere din aliajul HT 3. Se observă grăunții aliajului cu diametre cuprinse între 164nm și 1,49 μ m. Laborator LAMET.

Microstructura în stare de turnare a aliajelor din sistemul AlCrFeNiMn a fost analizată și prin microscopie optică, utilizând microscopul Olympus GX51, evidențiindu-se aspectul acicular al fazelor din grăunții cristalini (fig. 4.14).

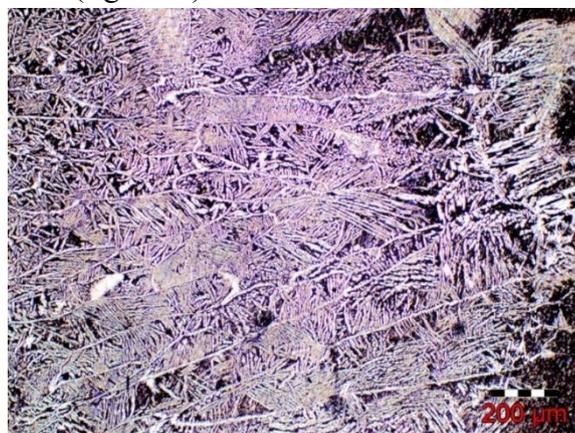


Fig. 4.14. Microstructura dendritică a aliajului HT 3. Microscopie optică. Laborator LAMET.

Au fost efectuate și tratamente termice pentru evaluarea efectelor de durificare/înmuire ce pot apărea în timpul sudării. După tratamentele termice, probele au fost din nou pregătite metalografic și s-au efectuat analize ale microdunității și microstructurii. Tratamentele termice au fost efectuate în cuptor Nabertherm, dotat cu regulator de temperatură electronic, cu rata minimă de încălzire: 0,25 °C/ora, 9 memorii pentru programe, 4 rampe de încălzire, 4 posibilități de întrerupere temperatură/program, timp pornire programabil, Interfața RS 422 pentru conectarea software Nabertherm MV pentru control și arhivare date. După tratamentul termic probele au fost retăiate și înglobate în rășină pentru măsurarea dunității (tab. 3 și 4). Regimurile de tratament termic aplicate au fost:

- TT1 – încălzire lentă cu cuptorul și menținere timp de 4 ore la 700°C, urmată de răcire în aer liniștit (fig. 4.16);
- TT2 – încălzire lentă cu cuptorul și menținere timp de 4 ore la 700°C, creșterea temperaturii la 1100°C și menținere 2 ore urmată de răcire în aer liniștit (fig. 4.17-4.18).

În urma efectuării tratamentului termic TT1, s-a constatat că formațiunile aciculare din microstructură încep să se rotunjească (fig. 4.16).

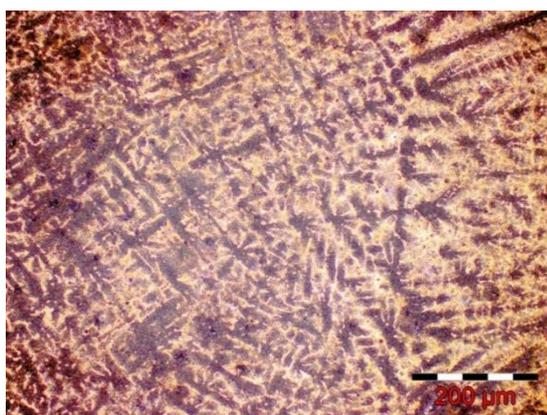


Fig. 4.16. Microstructura aliajului HT 3 după aplicarea tratamentului TT1. Laborator LAMET

În urma efectuării tratamentului termic TT2 s-a constatat că formațiunile aciculare din microstructura aliajelor AlCrFeNiMn tind să se rotunjească mai mult, iar din soluția solidă suprasaturată încep să se precipite compuși inter-metalici (fig. 4.17).

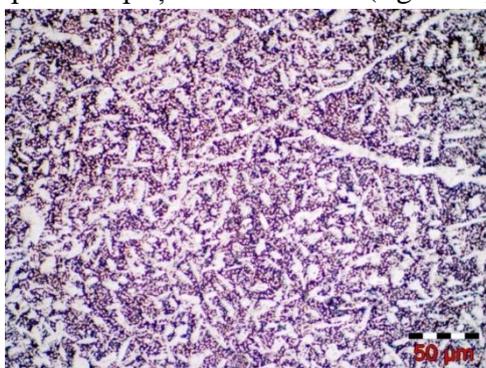


Fig. 4.17. Microstructura aliajului HT 3 după aplicarea tratamentului TT2. Laborator LAMET.

Totodată, în urma tratamentului termic, la nivelul suprafețelor s-a format un strat subțire de oxid bogat în Cr și Al, care protejează restul materialului de efectele oxidative și corozive (fig. 4.18).

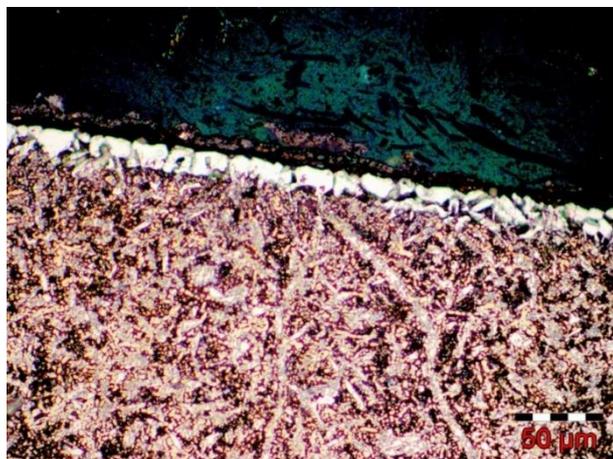


Fig. 4.18. Aspectul în secțiune transversală a zonei de margine a lingoului tratat termic cu regimul TT2. Se observă formarea unui strat oxidat cu grosime de circa $10\mu\text{m}$. Laborator LAMET.

Duritatea aliajelor în diferite stadii de procesare a fost determinată cu aparatul Shimadzu HMV 2T din laboratorul LAMET (fig. 4.19). Condițiile de măsurare au fost: Temperatura 25°C , Umiditatea 55%, forța de apăsare 1N, timp de apăsare 10 secunde.

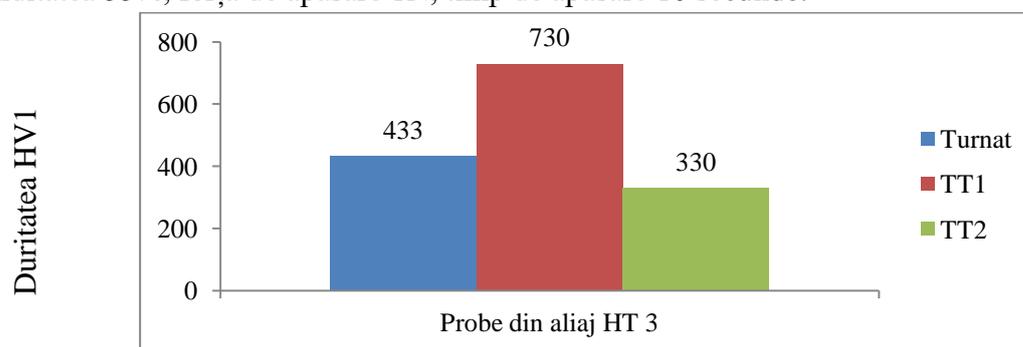


Fig. 4.19. Evoluția durității aliajului experimental în funcție de starea de procesare.

Se constată că în stare de turnare aliajul HT3 are o duritate mare, de circa 433 HV1, dar după aplicarea tratamentului termic TT1 duritatea crește la 730HV1. Prin aplicarea ulterioară a tratamentului TT2, duritatea scade la 330HV1. Această evoluție a dus la concluzia că aliajul HT3 se poate durifica după sudare, dacă se aplică un tratament termic în condițiile TT1.

4.2.2. Analiza aliajelor cu entropie înaltă din sistemul AlCoCrFeNi

Analiza microstructurii aliajelor din sistemul de aliere $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ a fost efectuată prin microscopie optică și electronică SEM. Aliajul HEA 1 are o fracție molară a aluminiului $x=1$. Valoarea determinată în laboratorul LAMET pentru duritatea aliajelor experimentale este prezentată în tabelul 4.6.

Tabelul 4.6. Valorile microdurității HV_1 ale eșantioanelor din aliaje HEA în stare de turnare

Tip aliaj	Valori punctuale, HV_1	Valoare medie
AlCoCrFeNi – HEA 1	483, 512, 509, 508, 517	500.6
Al _{0.8} CoCrFeNi – HEA 5	405, 402, 398, 415, 415	407
Al _{0.6} CoCrFeNi – HEA 6	219, 236, 214, 220, 231	224

Microstructura aliajului HEA 1 prezintă formațiuni dendritice, mărginite de limite de grăunte clar definite (fig. 4.20).

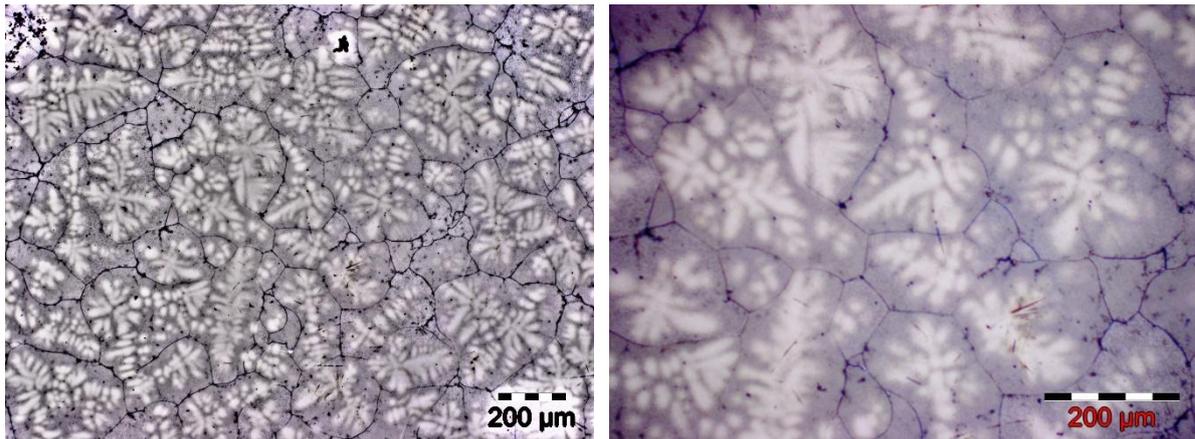
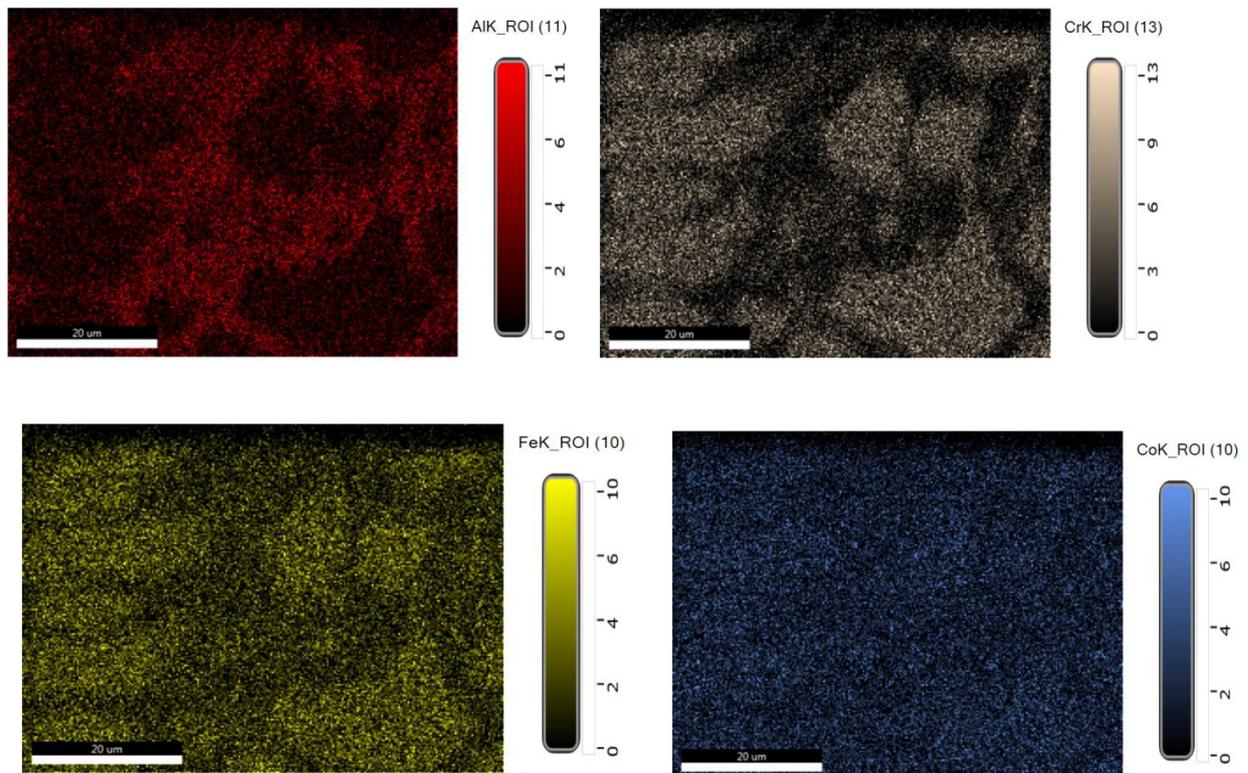


Fig. 4.20. Microstructura aliajului AlCoCrFeNi în stare de turnare. Microscopie optică.

Analiza hărților de distribuție elementală realizate cu metoda EDAX arată modul în care se distribuie și se asociază elementele chimice din matricea metalică a aliajului HEA 6 pentru micro-zona analizată în fig. 4.26 (fig. 4.27).



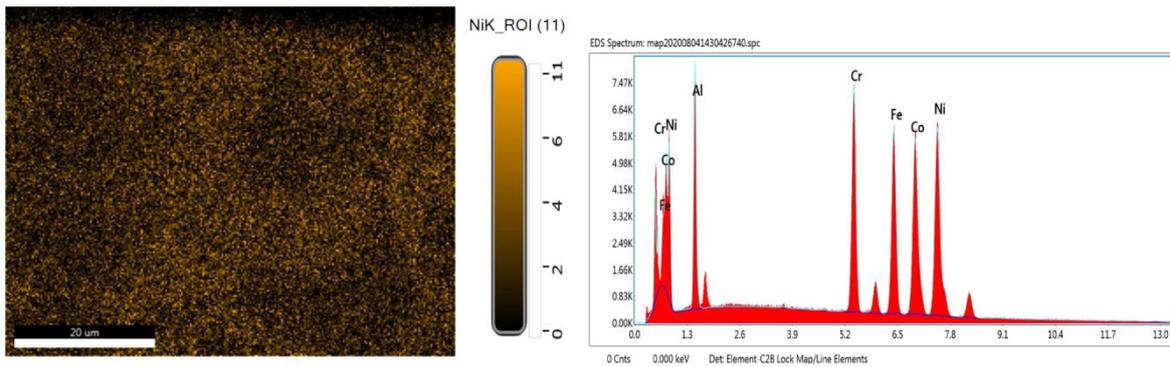


Fig. 4.27. Hărți de distribuție elementală și spectrul elementelor chimice pentru aliajul HEA 6.

În cele ce urmează sunt prezentate efectele tratamentelor termice asupra aliajelor cu entropie înaltă din sistemul de aliere AlCoCrFeNi. Călirea este tratamentul de răcire rapidă a aliajului metalic de la temperaturi aflate în domeniile în care se produc transformări de fază. Răcirea rapidă înhibă de multe ori transformările cu difuzie, ducând la formarea unor microstructuri cu duritate mai mare față de aliajul răcit lent.

Pentru îmbunătățirea proprietăților mecanice și creșterea omogenității microstructurale, aliajele cu entropie ridicată HEA 6 au fost supuse unor cicluri de tratament termic, după cum urmează:

- TT1, efectuat timp de 4 ore, la 700 °C;
- TT2, efectuat timp de 4 ore, la 700 °C după care s-a efectuat menținere 2 ore la 1100 °C și răcire în aer (fig. 4.28).

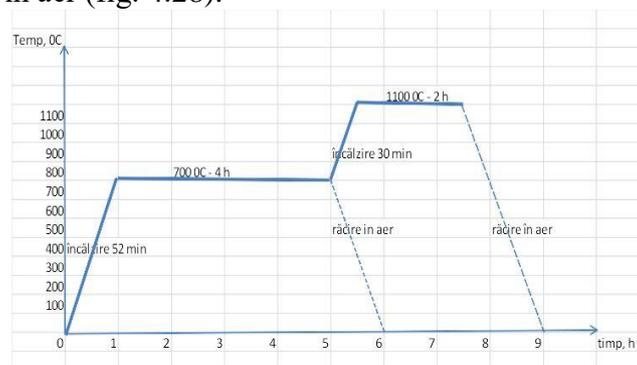


Fig. 4.28. Diagrama de tratament aplicată aliajelor cu entropie înaltă de tip HEA.

4.3. CONCLUZII PRIVIND OBTINEREA ȘI CARACTERIZAREA NOILOR ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ

Din experimentele de tratament termic s-a reținut concluzia că, la aliajele cu entropie înaltă, aplicarea unor tratamente termice succesive determină o reducere a durității, prin faptul că se dizolvă sau se pun în soluție acei compuși duri formați la răcirea rapidă la turnare, care asigurau valorile mai mari ale durității. În unele cazuri însă, (de ex. aliajul HEA 6 și HT 3), aplicarea unui singur tratament termic este suficient pentru obținerea unor valori ale durității la nivel corespunzător. În urma tratamentului termic TT1, duritatea medie a aliajului HEA 6 a crescut la 500 HV1 de la 224 HV1 în stare de turnare. Efectuarea celui de-al doilea tratament termic TT2 a determinat însă reducerea durității, la 387 HV1.

CAPITOLUL V. CERCETĂRI EXPERIMENTALE PRIVIND RECONDIȚIONAREA PRIN SUDARE A ZONELOR UZATE ALE SAPELOR DE FORAJ

5.2. PROIECTAREA TEHNOLOGIEI DE RECONDIȚIONARE PRIN SUDARE A SAPELOR DE FORAJ

Pentru recondiționarea prin sudare a zonelor uzate ale sapei de foraj s-a ales procedeul WIG (wolfram inert gaz). Acest procedeu se recomandă pentru aliaje feroase (oteluri carbon, slab aliate, mediu aliate, înalt aliate inoxidabile), aliaje neferoase de Cr, Ni, Al, Cu, Ni, Ti, în orice poziție de sudare, componente subțiri sau primul strat (rădăcină) la suduri importante și intens solicitate din aliaje speciale [218].

5.2.1. Analiza suprafețelor uzate în vederea încărcării prin sudare

După examinarea stării sapei s-a decis recondiționarea prin sudare a acesteia, prin refacerea geometriei suprafețelor de prindere a conurilor.



Fig.5.1. Examinarea vizuală a sapei de foraj cu 3 conuri și evidențierea nivelului de uzare a elementelor ceramice și ale zonelor cu suduri de prindere a conurilor.

5.2.2. Stabilirea parametrilor regimului de sudare

a) Alegerea materialului de adaos

Materialele de adaos utilizate pentru efectuarea sudurilor pe corpul sapei de foraj au fost de tip aliaje cu entropie ridicată, respectiv AlCoCrFeNi și AlCrFeNiMn. Aceste materiale de adaos au fost produse în laboratorul ERAMET din UPB, sub formă de vergele turnate, care au fost apoi prelucrate mecanic prin strunjire sau rectificare, procesul de obținere fiind prezentat în capitolul IV.

5.3. CERCETĂRI PRIVIND DEPUNEREA PRIN SUDARE WIG CU MATERIALE DE ADAOS DIN ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ PE OȚEL PRELEVAT DIN SAPA DE FORAJ

În prima etapă, au fost efectuate depuneri prin sudare cu procedeul WIG, direct pe corpul unei sape de foraj scoase din uz. S-a depus mai întâi un strat tampon (intermediar), peste care s-a încărcat cu aliaje cu entropie înaltă din două sisteme de aliere: AlCoCrFeNi și AlCrFeMnNi.

Principalele tipuri de materiale de adaos utilizate în etapa I de experimentări sunt sumarizate în Tabelul 5.2.

Tabelul 5.2. Tipuri de materiale de adaos pentru fiecare zonă din sapa de foraj

Zona sudată	Strat intermediar	Depunere prin sudare pentru încărcare cu aliaj dur
Zona 1	Electrod sârmă din aliaj bază Ni-Fe	HEA _{0.8}
Zona 2	Electrod sârmă din aliaj bază Ni-Fe	HT _{0.3}
Zona 3	Bohler FOX CN 22/9 N	HEA _{0.8}
Zona 4	Bohler FOX CN 22/9 N	HT _{0.3}
Zona 5	Electrod sârmă din aliaj bază Ni-Fe	HEA _{0.8}
	Bohler FOX CN 22/9 N	HEA _{0.8}
Zona 6	Electrod sârmă din aliaj bază Ni-Fe	HT _{0.3}
	Bohler FOX CN 22/9 N	HT _{0.3}



BOHLER FOX CN 22/9 N



Bagheta din aliaj Ni-Fe

Fig. 5.3. Electrozi pentru sudarea stratului tampon (intermediar).

a) Materiale de adaos pentru încărcarea dură

Pentru încărcarea dură s-au utilizat două aliaje cu entropie înaltă, respectiv HEA0.8 și HT3 (fig. 5.4). Probele s-au sudat la temperatura camerei, fără preîncălzire.



a) HEA 0.8 - AlCoCrFeNi

b) HT3 - AlCrFeNiMn

Fig. 5.4. Materiale de adaos pentru încărcare dură prin sudare.

Compoziția chimică a aliajelor experimentale utilizate pentru încărcarea dură prin sudare este prezentată în tabelul 5.3.

Tabelul 5.3. Compoziția chimică a materialelor dure pentru sudare

Aliaj	Elemente chimice, % greutate				
	Al	Cr	Fe	Mn	Ni
HT3	5,73	22,08	23,78	23,35	25,06
HEA 0.8	8,72	21	22,61	23,82	23,85

După sudare, probele au fost mai întâi examinate prin metode nedistructive, apoi s-au prelevat secțiuni transversale pentru teste distructive, respectiv analize metalografice, măsurări de duritate, teste de rezistență la coroziune și teste de uzură.

5.4. EXAMINAREA NEDISTRUCTIVĂ A PROBELOR SUDATE

În cadrul programului experimental s-au efectuat depuneri prin sudare cu procedeul WIG și material de adaos din aliaje cu entropie înaltă. Depunerile s-au efectuat pe diferite zone ale sapei de foraj apoi s-au prelevat probe pentru analize de microstructură, uzură, duritate. După răcirea completă a depunerilor, s-a trecut la prelevarea de eșantioane din zonele încărcate prin sudare, utilizând discuri metalice placate cu pulberi diamantate, sub lichid de răcire. Probele obținute au fost apoi supuse operațiilor de prelucrare cu disc abraziv metalografic sub lichid de răcire, pentru îndepărtarea oricăror zone afectate termic în urma tăierii. Analiza sudurilor și testarea probelor depuse a fost efectuată prin metode distructive – microstructură, microduritate, rezistența la uzura. Pentru desfășurarea experimentelor s-au realizat o serie de probe, care au fost ulterior examinate nedistructiv și distructiv. Deoarece depunerile realizate prin sudare pe corpul sapei de foraj au dimensiuni reduse, numărul metodelor de examinare nedistructivă a fost restrâns, fiind utilizate următoarele metode: examinare vizuală și examinare cu lichide penetrante.

5.4.2. Examinare cu lichide penetrante

Examinarea cu lichide penetrante este o metodă simplă și ușor de aplicat în cazul depunerilor prin sudare la sapele de foraj.

Beneficiar Universitatea Politehnica din București Doctorand Ștefănescu Elena	BULETIN EXAMINARE VIZUALĂ - SUDURI Control cu Lichide penetrante – Suduri depuse prin sudare WIG NR/NO LP DATA/DATE 12.07.2021	Code: LP-SF 02
		Page 1 of 1
		Revizia: 0
		Lab. LAMET
DATE DE IDENTIFICARE / IDENTIFICATION DATA		
COMANDA INTERNA / Teza doctorat Contract 06.54/01.10.2017		ANSAMBLU / Sapa foraj
IMAGINE / Sapa foraj 	REPER / ITEM: PROBA 2 	
<i>Fig. 5.10. Zonă din proba 2 a sapei de foraj</i>	<i>Fig. 5.11. Detaliu Proba 2</i>	

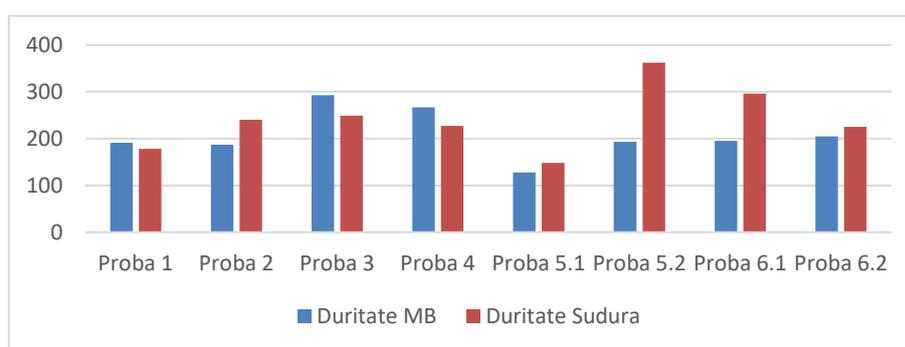
Tehnica de examinare		Examinare cu lichide penetrante, direct x indirect	
Condiții de examinare		- Lumină albă cu intensitate 300lux, Lupă 5x	
Simbol și tip sudură / Weld symbol and type	Imperfecțiuni/ Imperfections *)	Rezultat / Result	Observatii / Remarks
Zona 2	 <i>Fig. 5.12. Zone cu imperfecțiuni din proba 2</i>	Acceptat	2017 – por mediu izolat pe zona centrală a sudurii

5.5. TESTAREA DISTRUCTIVĂ

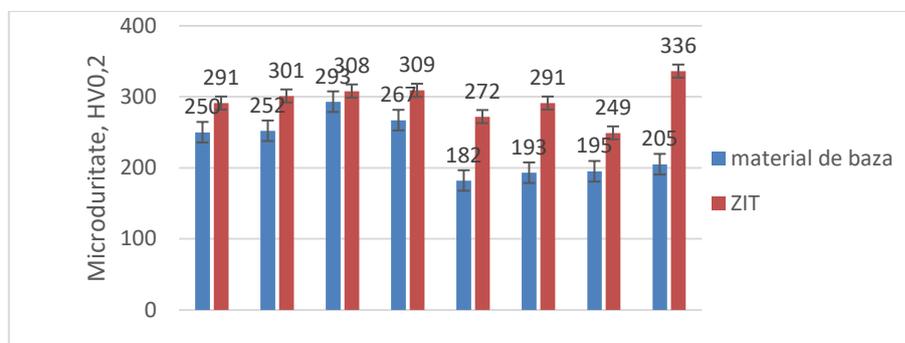
5.5.1. Măsurarea durității

Pentru fiecare probă realizată în cadrul programului experimental au fost executate măsurări de microduritate, cu amprentare în 5 zone diferite, după care s-a calculat media aritmetică a valorilor acestora. Microduritatea a fost determinată cu microdurimetrul Shimadzu HMV 2T, în Laboratorul LAMET. În studiu s-a măsurat duritatea de-a lungul unei linii care a traversat linia de fuziune, apoi s-au efectuat minim 5 măsurări pe fiecare zonă a îmbinării, respectiv depunere sudată, linie de fuziune, ZIT, material de bază.

Analiza comparativă a rezultatelor obținute prin măsurarea durității este prezentată în Fig. 5.25.



a)



b)

Fig. 5.25. Evoluția durității în diferite zone ale depunerilor sudate.

În zona de influență termică din materialul de bază s-au măsurat valori ale durității cuprinse între 249 -308 HV. Creșterea durității în această zonă s-a datorat atât efectului de călire la răcirea rapidă după sudare cât și îmbogățirii cu elemente de aliere difuzate din depunerea sudată.

Din Fig. 5.25a se observă că cea mai mare valoare a durității s-a obținut în cazul probei 5.2 și a probei 6.1, la care s-a utilizat ca strat tampon un electrod înalt aliat inoxidabil austenitic.

La probele 1, 3, 4 duritatea a fost mai mare pe materialul de bază. Acest lucru s-a datorat faptului că stratul tampon, realizat cu un aliaj moale de nichel, a determinat o diluție a metalului depus prin sudare cu aliaj HEA. În concluzie, s-a stabilit ca material optim de încărcare combinația între aliajul dur HEA0.8 cu strat tampon depus cu electrodul inoxidabil Bohler FOX

CN 22/9 N (proba 5), respectiv aliajul dur HT 3 cu strat tampon tot din electrodul inoxidabil Bohler FOX CN 22/9 N (proba 6).

Din Fig. 5.25b se observă că în toate cazurile duritatea în zona influențată termo-mecanic (ZIT) este mai mare față de materialul de bază, cea mai mare diferență fiind înregistrată în cazul probei 6.2. Durificarea în ZIT se produce ca urmare a răcirii rapide după încărcarea prin sudare și formării în microstructură a fazelor dure, de tip martensită. Pe linia de fuziune au fost înregistrate valori de duritate între 199-296 HV, comparabile cu cele din ZIT. Aceste valori corespund unui oțel feritic-austenitic care conține suplimentar Al și Co.

Pentru analiza aspectului zonelor sudate și determinarea compozițiilor chimice pe microzone (analize SEM și EDX) a fost utilizat microscopul electronic de baleiaj SEM/EDAX Quanta Inspect S, Q47 (fig. 5.26).

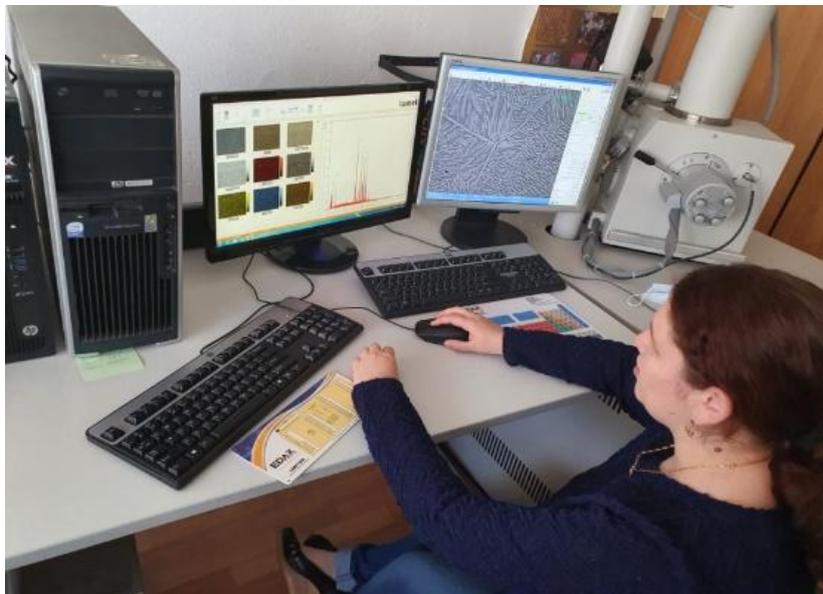
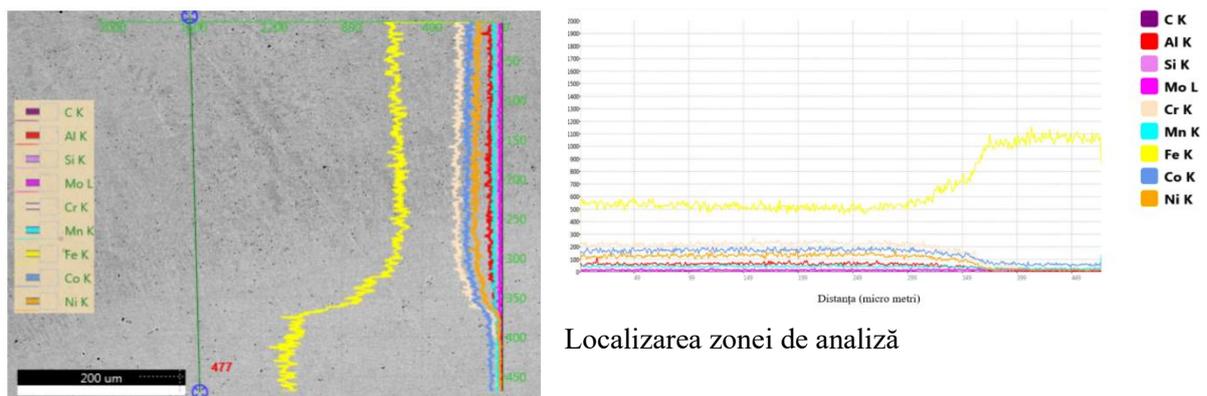


Fig. 5.26. Microscopul electronic de baleiaj SEM Inspect S, Q 47, echipat cu analizor EDAX Ametec 2E, Laborator LAMET.

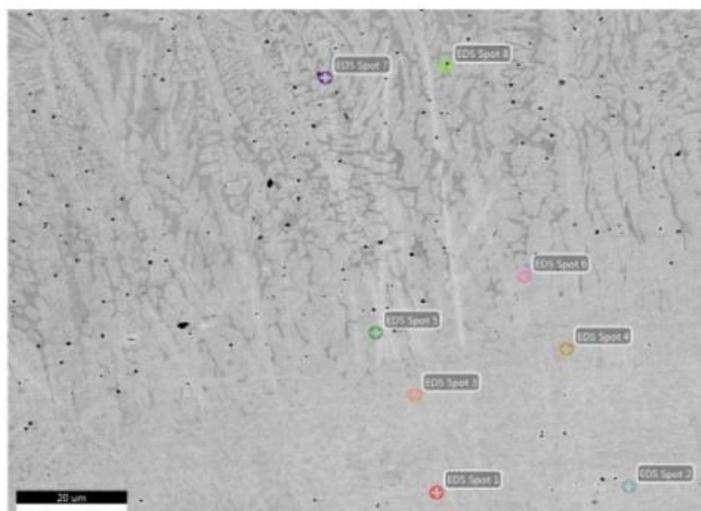
Pentru estimarea efectelor de difuzie a elementelor chimice între depunerea sudată și sustratul din oțel manganos (din care este realizat corpul sapei de foraj) s-a efectuat o analiză EDAX pe lungimea unei linii ce a străbătut linia de separație întresudură și materialul de bază (Fig. 5.27).



Liniile de distribuție ale compozițiilor chimice pentru principalele elemente chimice din îmbinarea sudată corespunzătoare probei 5.2.

Măsurarea cantitativă a compoziției chimice s-a efectuat în diferite zone ale secțiunii transversale ale probei 5.2 (Fig. 5.28), astfel:

- Punctele 7 și 8 – localizate în sudură
- Punctele 5 și 6 - pe interfața de separare a sudurii față de materialul de bază
- Punctele 3 și 4 - în ZIT, aproape de interfața sudurii
- Punctele 1 și 2 - în ZIT la distanța de circa 20 micrometri față de interfața sudurii



a) Localizarea zonelor de măsurare a compoziției chimice

Tabelul 5.14. Valorile efective ale compoziției chimice în punctul 7

Element	Greutate %	Atomic %	Net	Eroare
C	0.79	3.38	3.96	18.33
Al	5.75	10.90	117.35	9.38
Si	0.61	1,11	17.42	13.12
Cr	14.73	14.48	469.31	2.27
Mn	0.49	0.46	14.07	18.41
Fe	47.55	43.54	1154.70	1.90
Co	15.38	13.34	326.26	2.43
Ni	14.69	12.79	273.32	3.15

După cum rezultă din valorile compoziției chimice prezentate în tabelul 5.14, la o distanță de aproximativ 60μm față de linia de fuziune, concentrația principalelor elemente chimice din depunerea sudată conține, pe lângă Fe, atât elemente din electrodul utilizat pentru realizarea stratului tampon (14,7% Cr, 14,69 % Ni) cât și din bara de aliaj cu entropie ridicată (5,75% Al, 15,38% Co). Se poate spune că, în timpul sudării, a fost creat ”*in-situ*” un nou aliaj cu entropie înaltă, rezultat din amestecarea rapidă a celor două metale de adaos.

Hărțile de distribuție elementală pentru microzona analizată din îmbinarea sudată în cazul probei 5.2. sunt prezentate în Fig. 5.36.

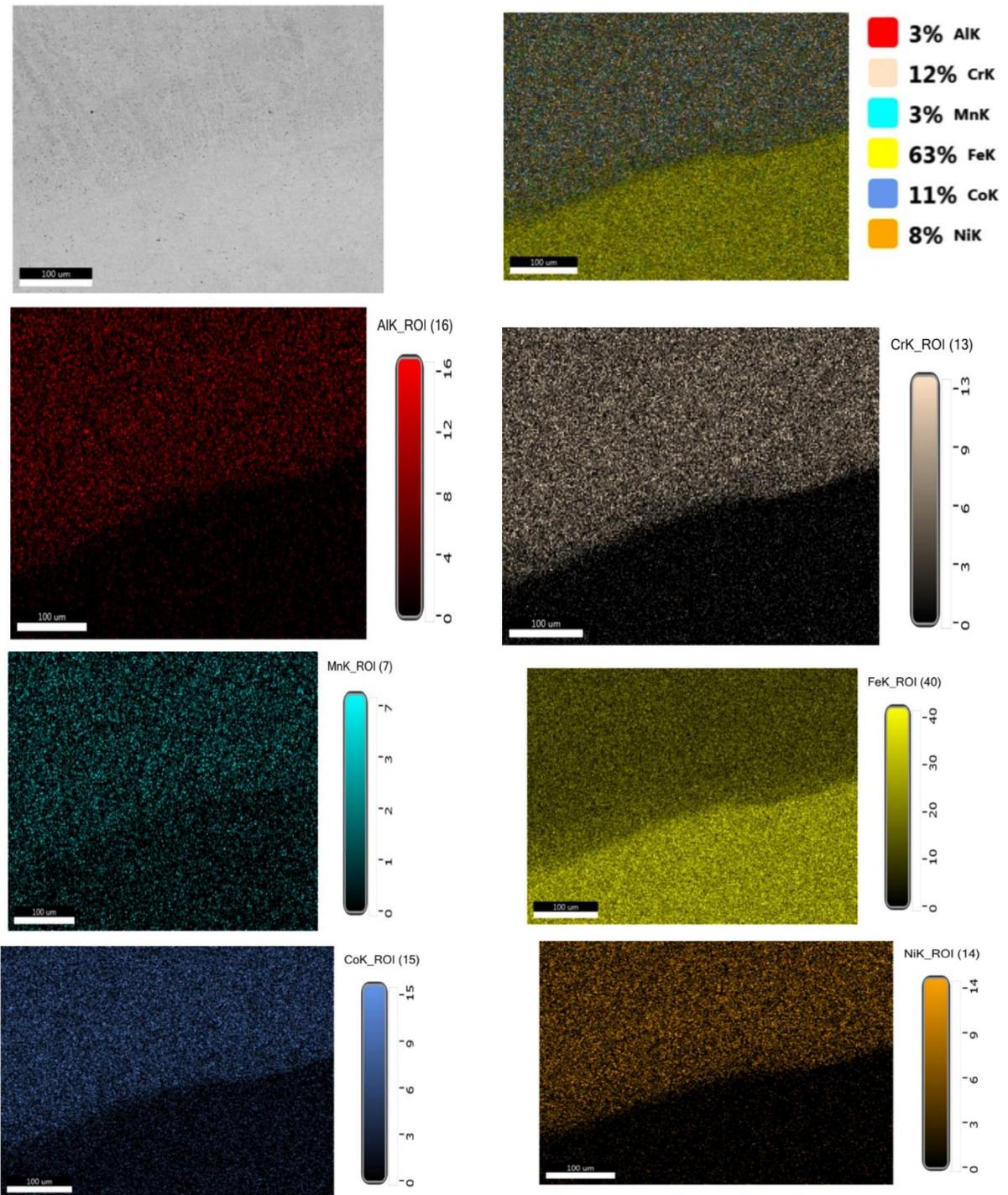


Fig. 5.36. Hărți de distribuție elementală pentru proba 5. Laborator LAMET.

Din distribuția elementelor chimice prezentată în Fig. 5.36 se poate observa că principalele elemente de aliere (Cr, Co, Al, Ni) sunt uniform distribuite în depunerea sudată. Totodată, se poate observa că în depunerea sudată predomină elemente precum Cr, Ni, Al, Co, în timp ce Fe este elementul majoritar în materialul de bază, situat la baza figurilor.

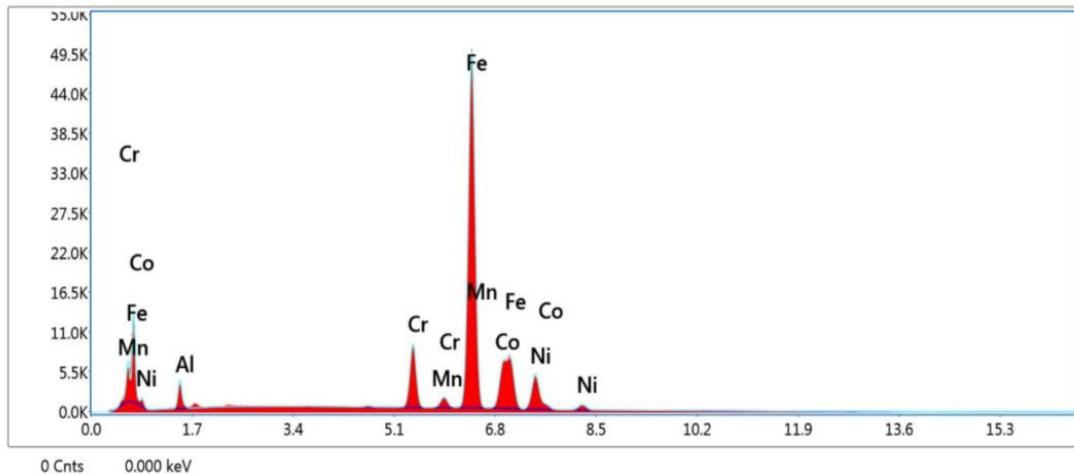


Fig. 5.37. Spectrul global al elementelor chimice din microzona analizată în fig. 5.34.

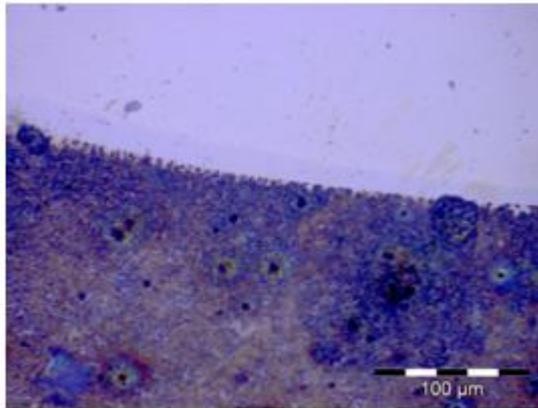
Pentru evidențierea aspectelor microstructurale prin examinarea cu microscop optic, probele au fost supuse unui atac cu reactiv chimic Nital 2%, după care au fost spălate cu apă și uscate cu aer cald. Analizele s-au efectuat pe secțiuni transversale prelevate din probele încărcate prin sudare pe sapa de foraj.

Toate examinările de microscopie s-au realizat la temperatura 24 °C și umiditatea de 54 %, conform Procedurii de măsurare din laboratorul LAMET (UPB - PO - 05.03.02, SR EN ISO 17639: 2014 și SR CR 12361 + AC: 1999) (Fig. 5.38).

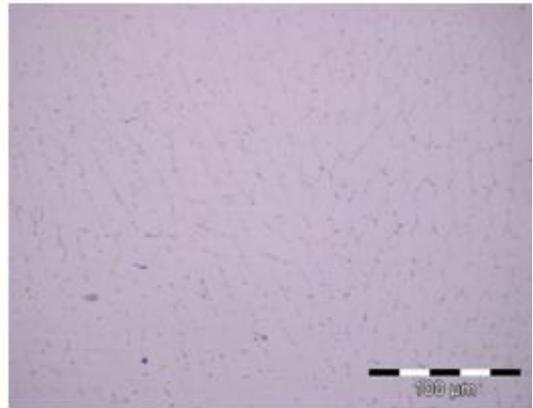
Imagini ale microstructurilor optice ale probelor sudate pe sapa de foraj și interpretări ale acestora sunt prezentate în Fig. 5.39.



Fig. 5.38. Efectuarea analizelor cu microscopul metalografic Olympus GX51, Laborator LAMET.

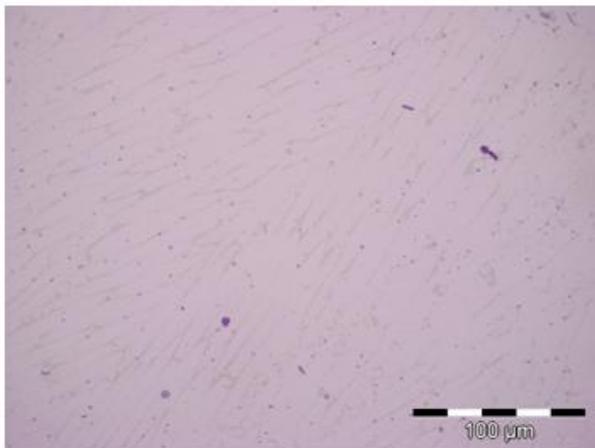


Microstructură MB-sudura, P1 (mărire 500X)

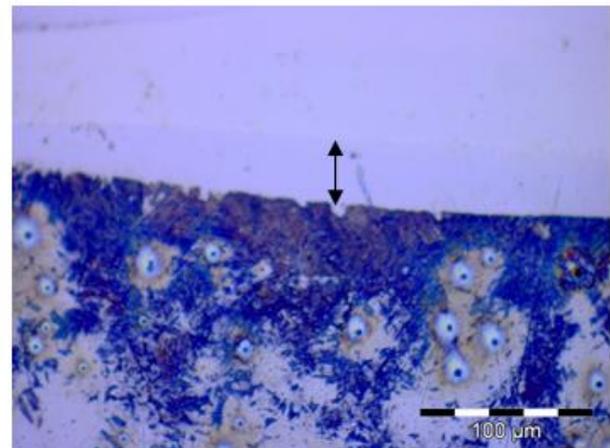


Microstructură sudura, P1 (mărire 500X)

Sudura prezintă o microstructură dendritică cu mici precipitări de compuși inter-metalici iar materialul de bază are o microstructură de perlită aciculară și incluziuni nodulare. Linia de fuziune, care reprezintă interfața între materialul de baza și depunerea sudată, este continuă, fără imperfecțiuni. Se poate observa un efect de între-patrundere a metalului deșus către metalul de baza.



Microstructură sudură, P5.1 (mărire 500X)



Microstructură ZIT, P5.1 (mărire 500X)

Zona stratului tampon este delimitată prin săgeată. Microstructura sudurii este dendritică, fără imperfecțiuni. Materialul de bază (situat la baza imaginii) a reacționat și s-a colorat mai puternic față de sudură.

Fig. 5.39. Analize metalografice ale probelor cu depuneri sudate realizate pe sapa de foraj, lotul I.

5.6. REALIZAREA EXPERIMENTELOR DE DEPUNERE A STRATURILOR DURE CU ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ, PE SAPA DE FORAJ. LOTUL AL II-LEA

După realizarea și identificarea aliajului HEA cu cele mai bune caracteristici de duritate și rezistență la uzură, s-a trecut la un al doilea set de experimente de sudare. S-a utilizat tot procedeul de sudare WIG și sursa de curent SAF-FRO. Pentru efectuarea probelor, s-au debitat porțiuni plane din fâlcile sapei care s-au prelucrat mecanic prin frezare, apoi s-au curățat cu alcool etilic și s-au uscat, pentru a fi pregătite pentru sudare (fig. 5.40).



Fig. 5.40. Probe prelevate din sapa de foraj ce urmează a fi încărcate prin sudare.

Pe suprafețele plane ale probelor s-au depus straturi din aliaje cu entropie înaltă (HT3, cu compoziția chimică, % greutate: Al = 4,72; Cr = 26,44; Mn=22,56; Fe = 25,82; Ni=20,46), fără strat tampon. Încărcarea prin sudare s-a realizat cu procedeul WIG, cu aceleași valori ale parametrilor regimului de sudare ca și probele din lotul I. După încărcarea prin sudare, probele au fost debitate în două părți, una dintre probe fiind destinată analizelor metalografice în stare sudată, iar jumătatea cealaltă din fiecare probă a fost supusă tratamentelor termice (fig. 5.41).



Fig. 5.41. Secțiuni transversale prin probele încărcate prin sudare cu aliaj HEA 6.

Tratamentul termic aplicat probelor încărcate prin sudare pe sapa de foraj s-a efectuat cu cuptorul Nabertherm, iar regimul termic a fost:

- | | |
|--|--|
| <p>TT1</p> <ul style="list-style-type: none"> - încălzire cu cuptorul până la 700°C; - menținere pe palier de temperatură 4 ore; - răcire cu cuptorul. | <p>TT2</p> <ul style="list-style-type: none"> - încălzire cu cuptorul până la 700°C; - menținere pe palier de temperatură 4 ore; - răcire în apă (călire). |
|--|--|

După efectuarea tratamentelor termice, probele au fost supuse din nou testelor de duritate, rezultatele fiind prezentate în tabelul 5.18.

Tabelul 5.17. Valorile de microduritate HV_1 a probelor sudate și tratate termic

Tip aliaj	Valori punctuale, HV_1	Valoare medie, HV_1
SUDURA	412, 388, 408, 386, 418, 432, 387, 352, 528, 445	416
S1-SUD+TT1	370, 430, 397, 492, 405, 365, 437, 352, 357, 357	396
S2-SUD+TT2	482, 455, 481, 487, 539, 497, 520, 547, 524, 563	510
MB	249, 240, 252, 269, 240, 269, 254, 248, 248, 261	253
MB+TT1	194, 194, 185, 181, 178, 186, 188, 176, 171, 193	185
MB+TT2	372, 376, 353, 356, 376, 493, 359, 460, 345, 379	380

Din rezultatele prezentate în tabelul 5.17 se poate observa că depunerea realizată prin sudare cu aliaj HT3 are o duritate superioară materialului de bază (MB), cu circa 163HV1. Prin aplicarea tratamentului termic de călire T1, care este o recoacere de omogenizare, duritatea a scăzut atât în sudură (396 HV1) cât și în materialul de bază (185 HV1).

S-a determinat și valoarea rugozității suprafețelor prelucrate metalografic cu rugozimetrul digital Vogel Germany (Tabelul 5.18), acestea fiind ulterior supuse testelor de rezistență la uzură.

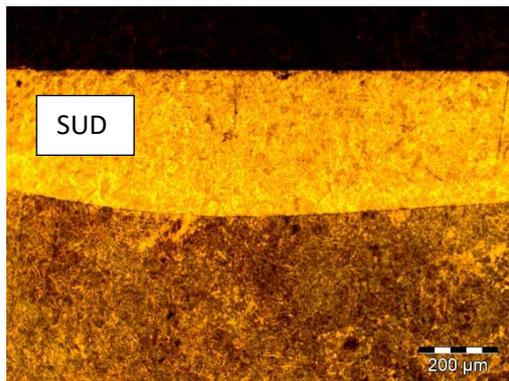
Tabelul 5.18. Valorile rugozității probelor prelevate din sapa de foraj

Tip aliaj	Rugozitatea, R_a μm	Valoare medie
S ₁ SUD	0.082, 0.088, 0.094, 0.081, 0.085	0.086
S ₁ TT1	0.166, 0.308, 0.152, 0.13, 0.152,	0.181
S ₂ SUD	0.036, 0.034, 0.036, 0.034, 0.039	0.0358
S ₂ TT2	0.037, 0.031, 0.03, 0.034, 0.027	0.0318
MB	0.029, 0.031, 0.038, 0.031, 0.033	0.0324
MB TT	0.036, 0.034, 0.042, 0.029, 0.036	0.0354

5.7. ANALIZA METALOGRAFICĂ A DEPUNERILOR PRIN SUDARE WIG UTILIZÂND ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ DIN SISTEMUL DE ALIERE AlCrNiFeMn

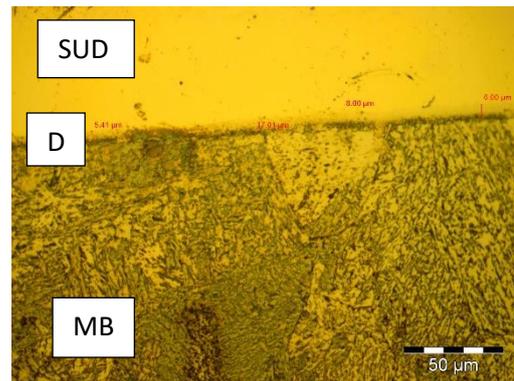
a) Analiza prin microscopie optică

Probele au fost supuse procedurii de pregătire metalografică, care a constat din șlefuire utilizând hârtii abrazive cu granulație progresivă (de la 360 grit la 2500 grit), apoi lustruire cu pulberi fine de alumina, cu granulație de la 3 μm la 0,1 μm . După lustruire, probele au fost spălate cu etanol, apoi au fost atacate cu reactiv chimic Nital 2%. Reactivul Nital s-a utilizat pentru a evidenția microstructura materialului de bază (al sapei de foraj), care este un oțel aliat cu Mn. Imaginile de microscopie optică preluate cu microscopul Olympus GX51 sunt prezentate în figura 5.43.



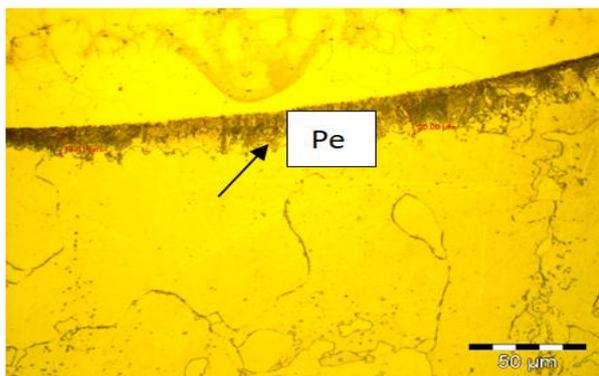
Aspectul în secțiune transversală a depunerii realizate prin sudare cu aliaj HT3. Se observă continuitatea și aderența bună a depunerii sudate, (SUD), fără imperfecțiuni. Mărire 100x

Fig. 5.43. Aspectul zonei de trecere între materialul de bază și depunerea sudată cu aliaj HEA6.

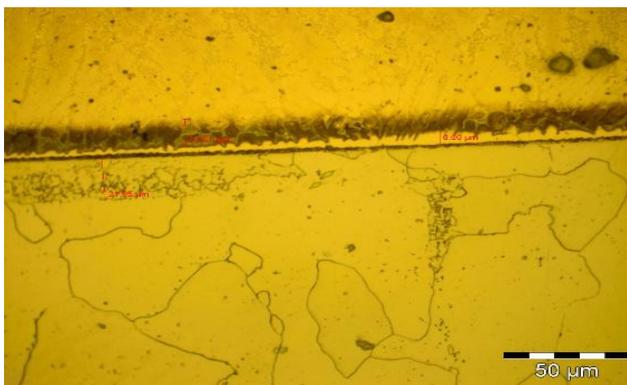


Detaliu al zonei trecere între depunerea sudată (SUD) și materialul de bază (MB). Se poate observa o zonă de diluție (D) cu grosime între 5 și 8 μm. Mărire 500x

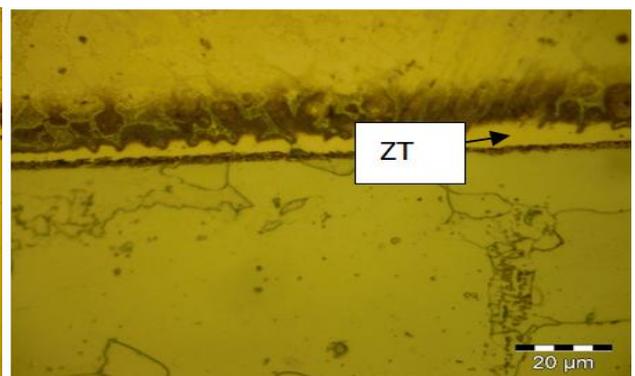
Probele sudate au fost apoi supuse tratamentelor termice (TT1 și TT2), imaginile de microscopie optică fiind prezentate în fig. 5.45.



Se observa o zonă îngustă lângă linia de fuziune (grosime de circa 20 μm) în care mai există perlită nedizolvată. Fig. 5.45. ZIT-ul probei S1-TT1.



Mărire 500x

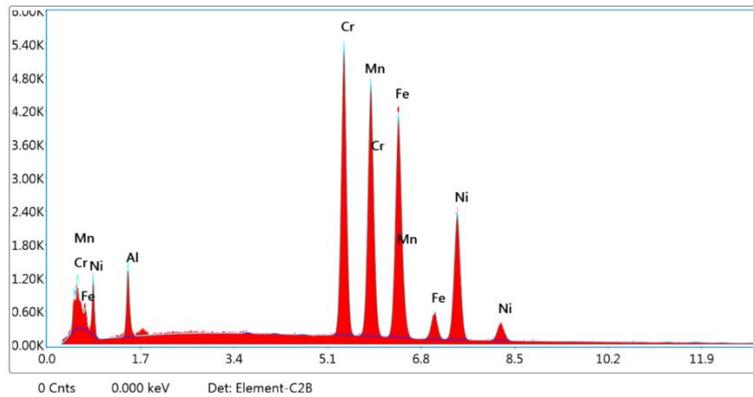


Mărire 1000x

Fig. 5.46. ZIT-ul probei S2-TT2. Detalii pe zona adiacentă liniei de fuziune. Se observa carburi sferoidizate localizate în grăunții de ferită sau acumulați către linia de fuziune, pe o zonă de circa 21 μm. De partea cealaltă a liniei de fuziune, în sudură, s-a format o zonă de tranziție, cu lățime de circa 6 μm

a) Analiza prin microscopie electronică de baleiaj (SEM) și microcompoziție chimică (EDAX)

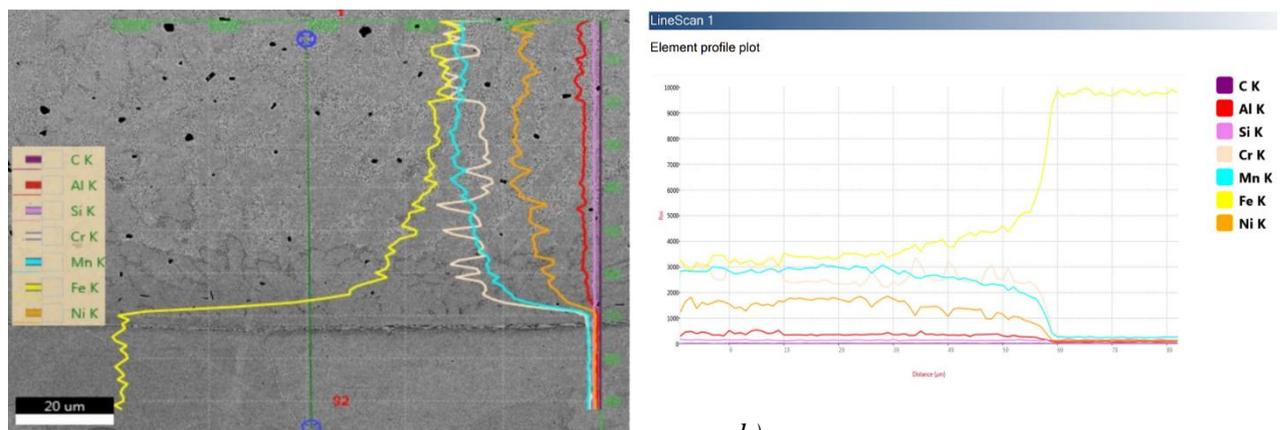
Aliajul cu entropie înaltă utilizat ca material de adaos în cazul acestui set de experimente a fost selectionat din clasa de aliere AlCrFeNiMn, pentru a reduce și mai mult costurile de fabricare prin eliminarea Co din rețeta de produs și înlocuirea cu Mn. Analiza de microcompoziție chimică a aliajului utilizat s-a realizat prin spectrometrie de raze X, cu metoda EDAX (fig. 5.47).



Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %
AlK	5.35	10.36	103.86	9.34
CrK	24.68	24.79	703.60	1.89
MnK	23.09	21.95	575.89	1.86
FeK	25.84	24.17	559.23	2.41
NiK	21.04	18.72	355.97	3.02

Fig. 5.47. Rezultatul analizei de compoziție chimică cu metoda EDAX pentru materialul de adaos din aliaj cu entropie înaltă

S-a trecut apoi la observarea fiecărei zone a depunerii prin sudare, fiind analizate în detaliu mai ales depunerea sudată și zona de trecere către materialul de bază, care este sediul fenomenelor de difuzie (fig. 5.48). În imaginea din Fig. 5.48 se observă linii de distribuție ale elementelor chimice în proba S2 TT, care înregistrează o scădere bruscă a concentrației pentru Cr, Ni, Mn la apropierea liniei de fuziune (fig. 5.48a), pe o distanță de aproximativ 10 μm , ce corespunde zonei de ne-amestec identificată la analiza prin microscopie optică (fig. 5.48b). Totodată, se observă o creștere proporțională a Fe, element majoritar în oțelul sapei de foraj.



a)

b)

Fig. 5.48. Proba S2 TT. Reprezentarea distribuției elementelor chimice de-a lungul unei linii de 92 μm care traversează zona de trecere între depunerea sudată și materialul de bază (oțel sape de foraj).

Analiza prin microscopie SEM a ZIT-ului (fig. 5.49) a evidențiat, la puteri de mărire de 5000x (fig 5.49b), formarea pe linia de fuziune (LF) a unei zone de tranziție între cele două aliaje, unde elementele chimice din depunerea sudată înalt aliată au o tendință de difuzare rapidă, mai ales pe limita dintre grăunții de ferită ai oțelului sapei de foraj (săgeată roșie).

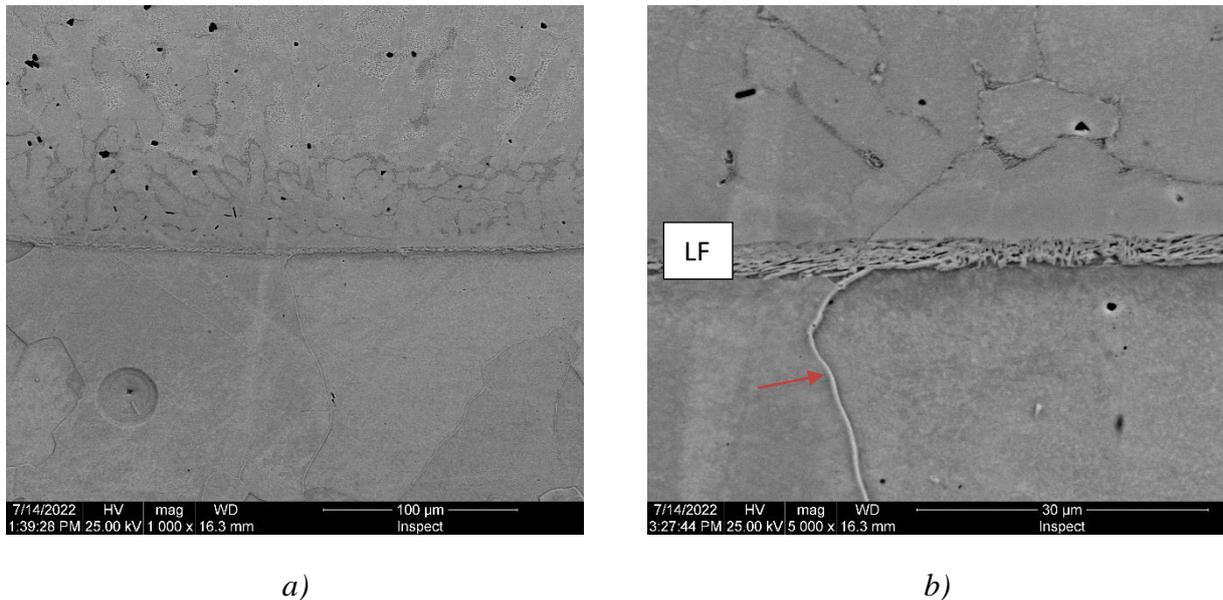


Fig. 5.49. Analiza liniei de fuziune dintre depunerea sudată și materialul de bază. Proba S2 TT.

Pentru analiza în detaliu a depunerii sudate s-au efectuat hărți de distribuție elementală (fig. 5.58) și analize punctuale de micro-compoziție chimică (fig. 5.59), care au evidențiat formarea *in-situ* a unor compuși de tip Al-N. Rezultatele analizelor de micro-compoziție chimică din fig. 5.56 sunt prezentate în fig. 5.60 – 5.63.

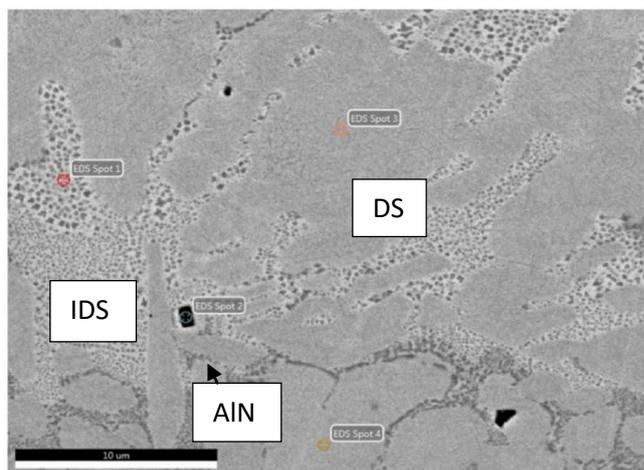
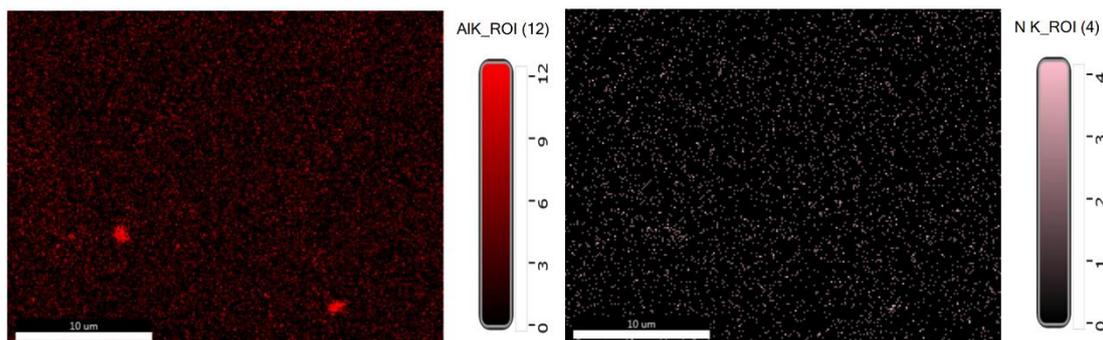


Fig.5.58. Localizarea punctelor de analiză a micro-compoziției chimice din depunerea sudată. Proba S2TT.

Se pot observa zonele dendritice (DS) foarte compacte și zonele inter-dendritice (IDS), în care se remarcă prezența unor compuși. Totodată, se pot observa compușii poliedrici de culoare închisă (AIN).



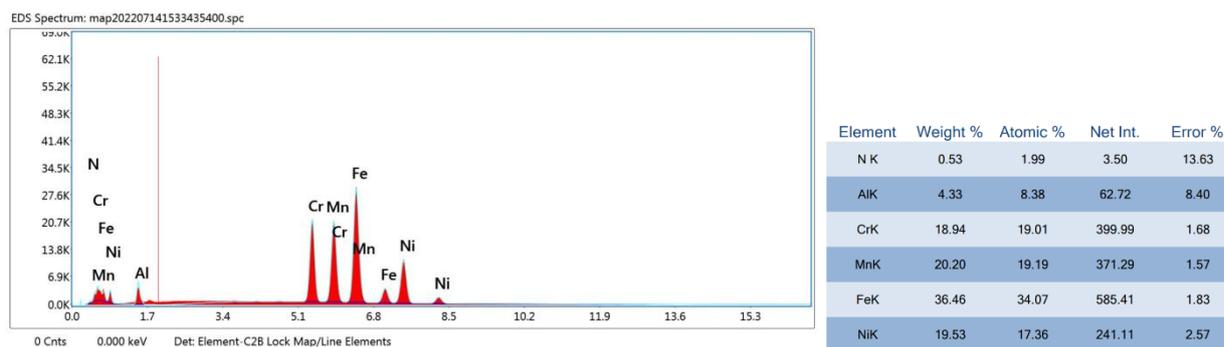


Fig.5.59. Hărți de distribuție elementală pentru Al și N și analiza cantitativă EDAX pentru micro-aria din fig. 5.58.

Pentru compararea efectelor determinate de tratamentul termic, s-au efectuat analize similare și pe proba S1TT, care a fost tratată termic prin recoacere la 700 °C timp de 4 ore și răcire lentă cu cuptorul.

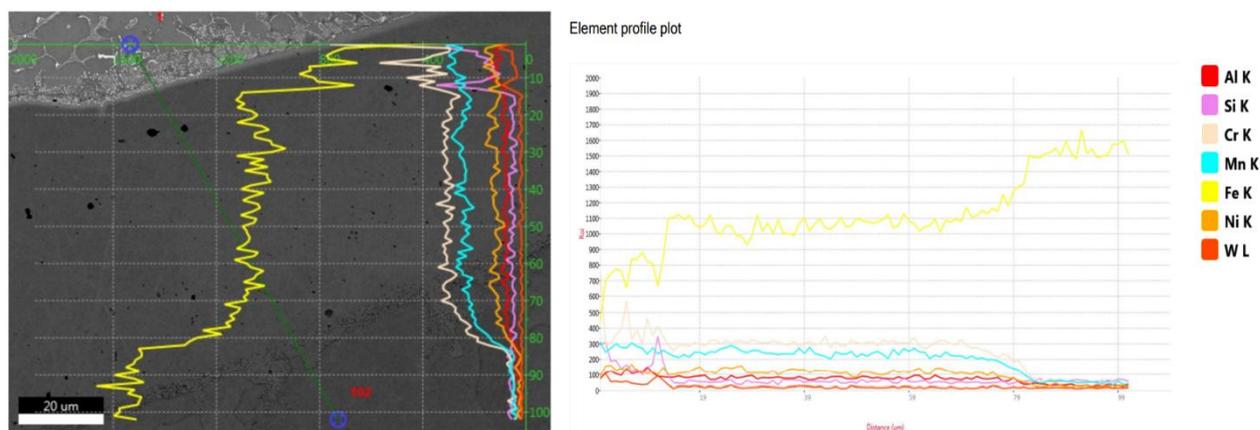


Fig.5.64. Proba S1 TT. Distribuția elementelor chimice de-a lungul unei linii de 102 μm ce traversează zona de trecere între depunerea sudată și materialul de bază (oțel sapă de foraj).

Zona de tranziție (ZT) a fost identificată doar la proba sudată S1 TT, la care efectul tratamentului termic de recoacere cu răcire lentă s-a manifestat prin reducerea durității și formarea unei benzi de difuzie a elementelor chimice, pe o lățime de minim 80 μm. Lățimea acestei zone variază în diferite porțiuni ale rădăcinii depunerii sudate, cea mai mare fiind chiar în acesteia. Totodată, s-a remarcat, la această probă, un tip de neconformitate apărut doar în depunerea sudată, respectiv incluziuni masive de W, provenite prin impurificarea cu picături topite desprinse de pe vârful electrodului nefuzibil de W utilizat la sudare.

În zona centrală a depunerii, ca urmare a densității foarte mari a W (19,30 g/cm³), s-au format acumulări cu acest element (zone de culoare roșie), localizate imediat lângă linia de fuziune (fig. 5.64), care au distorsionat liniaritatea acesteia. Totodată, se pot observa acumulări de siliciu (zone de culoare violet) și aluminiu (roșu intens), în timp ce Cr, Ni și Mn sunt localizate pe zonele cu aspect inter-dendritic.

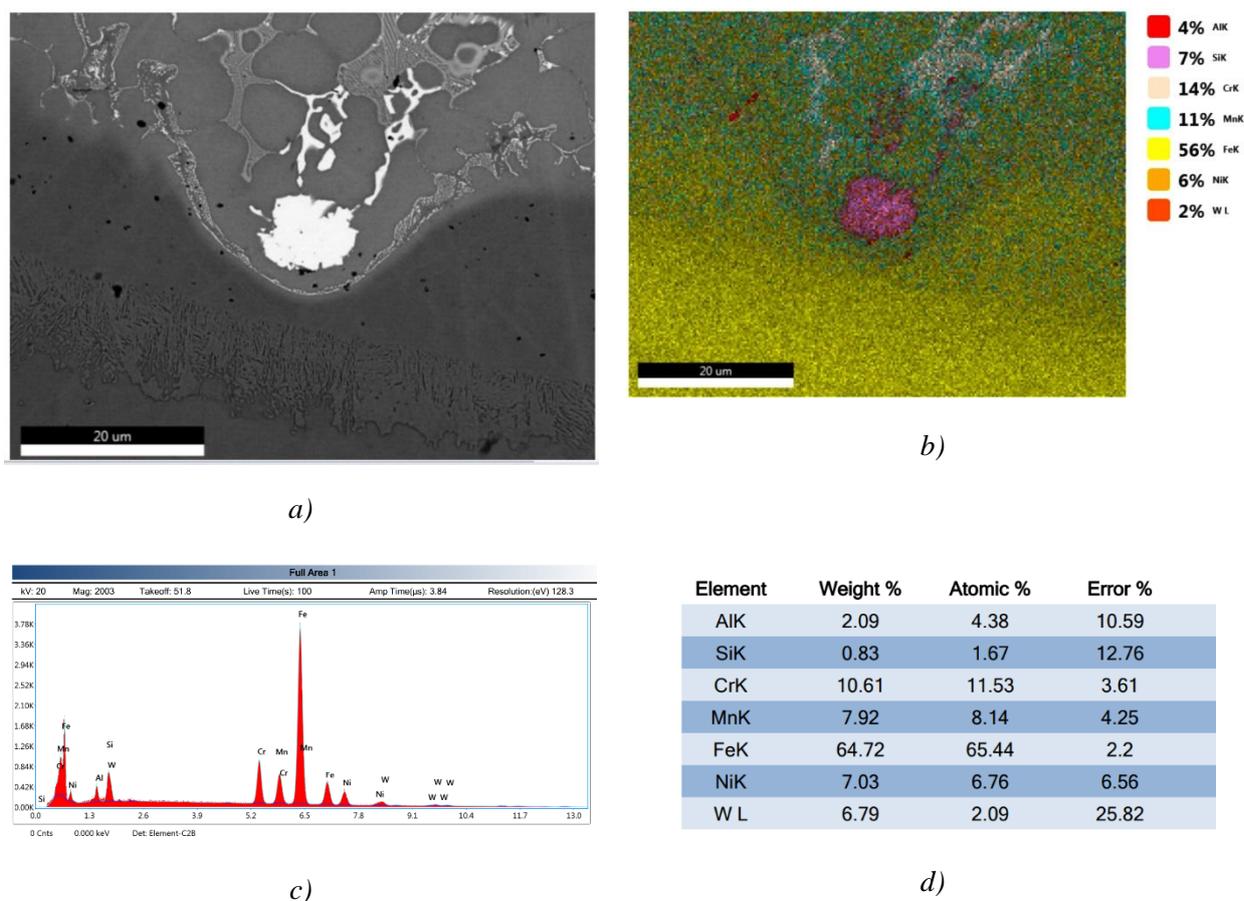


Fig. 5.66. Zona centrală a depunerii cu incluziuni de W și Si localizate la linia de fuziune a depunerii sudate în cazul probei S1 TT. a) imagine SEM; b) harta de distribuție a elementelor chimice principale; c) spectrele elementelor chimice principale identificate pe micro-aria selectată; d) valorile concentrațiilor elementelor chimice.

În cazul probei S1 TT, din analiza rezultatelor obținute prin măsurările de compoziție chimică locală efectuată pe faze din zona de trecere între depunerea sudată, zona de tranziție și materialul de bază al sapei de foraj, rezultă următoarele observații:

- S-a identificat o impurificare însemnată a depunerii prin sudare cu W provenind din topirea parțială a vârfului electrodului utilizat la sudarea WIG, fie din cauza calității slabe a electrodului, fie în urma supraîncălzirii acestuia la sudare; astfel, concentrații cuprinse între 7,58 și 15wt% W s-au măsurat în depunerea sudată, respectiv 9,28-9,91 wt% la nivelul liniei de fuziune;
- Imediat sub linia de fuziune a depunerii sudate s-a identificat o zonă de tranziție, cu lățime între 80 și 100μm, în care s-au manifestat efecte de difuzie a elementelor chimice dinspre depunerea sudată către substratul din oțel al sapei de foraj [220];

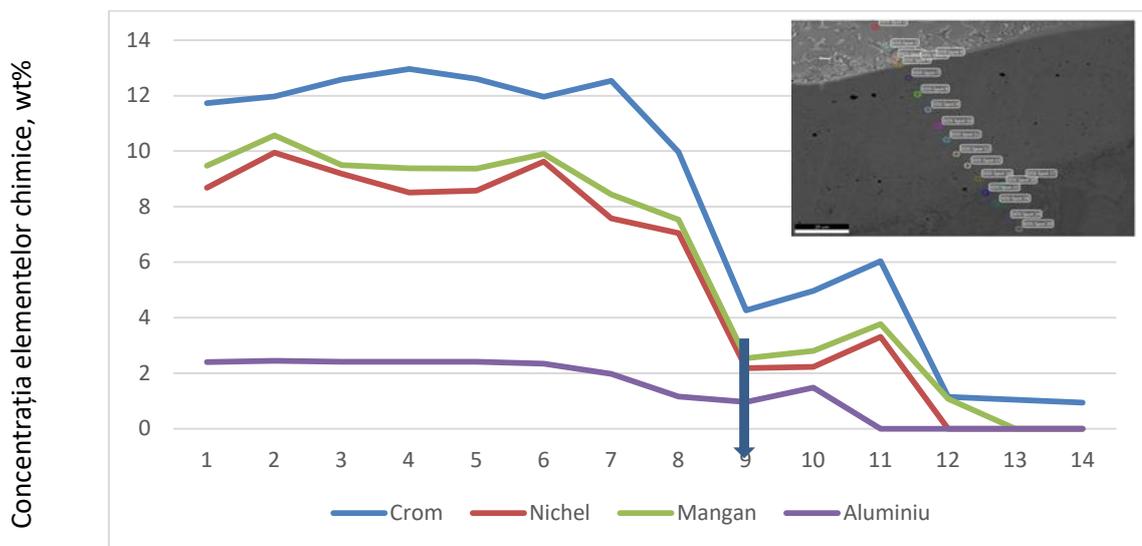


Fig. 5.87. Evoluția concentrației elementelor Cr, Ni, Mn, Al în zona de tranziție, de la linia de fuziune către materialul de bază

Din Fig. 5.85 se poate observa cum concentrația elementelor chimice principale (Cr, Ni, Mn, Al) din zona de tranziție începe să scadă pe măsura apropierii de linia de separație cu materialul de bază al sapei de foraj (punctul 9 din diagrama din fig. 5.85). La distanța de circa 20 μm față de linia de fuziune, se înregistrează valorile cele mai scăzute ale elementelor de aliere. Elementul cu cea mai mare tendință de difuzie este și în acest caz Cr. Acesta are o concentrație de 6wt% pe linia de fuziune și circa 1wt% la distanța de 20 μm față de aceasta. Toate celelalte elemente chimice principale (Ni, Mn, Al) nu au mai difuzat semnificativ sub linia de fuziune.

5.8. CONCLUZII PRIVIND COMPORTAREA LA DEPUNEREA PRIN SUDARE A ALIAJELOR CU ENTROPIE ÎNALTĂ PE SAPE DE FORAJ

- Aliajele cu entropie înaltă utilizate pentru recondiționarea sapei de foraj au avut o comportare corespunzătoare la sudare, în urma controlului cu lichide penetrante nefiind identificate imperfecțiuni de tip fisuri.
- Utilizarea unui strat tampon pentru reducerea efectului de difuzie al elementelor de aliere dinspre depunerea dură către substratul de tip oțel manganos a determinat o reducere a durității stratului depus.
- Analizele de distribuție elementală pe o linie care traversează zona de legătură dintre sudură și metalul sapei de foraj a evidențiat că nu se produc efecte semnificative de difuzie a elementelor din depunerea dură către substrat, ceea ce se explică prin efectul de difuzie lentă specific aliajelor cu entropie înaltă. Acest lucru demonstrează că nu este necesară utilizarea unui strat tampon pentru aceasta aplicație.
- Rezultatele obținute în urma testului de duritate au evidențiat o creștere a durității stratului depus prin sudare cu aliaj cu entropie înaltă la maxim 416 HV1, comparativ cu materialul de baza al sapei de foraj de 253 HV1.
- Aplicarea unui tratament termic de recoacere după sudare, efectuat la 700°C, urmat de răcire în apă, a dus la creșterea durității la circa 510 HV1, ceea ce permite o creștere a rezistenței la uzură pe zonele încărcate.

CAPITOLUL VI. TESTAREA PROBELOR ÎNCĂRCATE PRIN SUDARE

6.1. TESTE TRIBOLOGICE DE ABRAZIUNE EFECTUATE PENTRU DEPUNERILE SUDATE CU ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ

Testul de determinare a rezistenței la uzură a straturilor depuse cu aliaje având entropie înaltă a vizat estimarea comportării noilor materiale în condiții simulate, asemănătoare cu cele din timpul forajului. În acest scop, eșantioanele prelevate din zonele încărcate prin sudare, au fost prelucrate la valori asemănătoare ale rugozității, $R_a = 0,220 - 0,287 \mu\text{m}$. Pentru simularea condițiilor de uzură umedă, între piesa de testat și bila de presare a aparatului s-a injectat o soluție abrazivă de SiC în suspensie de apă, cu debit constant asigurat de aparatul CSEM CALOWEAR (Fig. 6.1 și 6.2).

Metoda utilizată

În timpul testului tribologic, bila din oțel dur a fost apăsată pe suprafața încărcată prin sudare cu aliaje cu entropie înaltă, aplicând o valoare dorită a forței de apăsare. Apoi s-a măsurat diametrul craterului de uzură (prin microscopie optică) și pe baza valorilor măsurate s-au efectuat calculele pentru estimarea rezistenței la uzură.

Bila execută o mișcare de rotație deoarece este antrenată cu ajutorul unui ax legat la un motor electric, pentru care se poate regla turația dorită (Fig. 6.2).

Prin rotire, bila antrenează particulele abrazive din soluția dispersată în mod continuu în spațiul de lucru și o apasă pe suprafeței piesei cu o forță cunoscută, generând astfel o amprentă de uzură.

Parametrii regimului de testare au fost:

- Diametrul bilei: $d=25.4 \text{ [mm]}$
- Material bilă: oțel pentru rulmenți, călit
- Forța de apăsare: $F_N[\text{N}]$
- Numărul de rotații la arborele de antrenare: n
- Timpul de testare: $t[\text{s}]$

Tip soluție abrazivă

Aparatura



Fig. 6.1. Imaginea de ansamblu a aparatului CSEM CALOWEAR

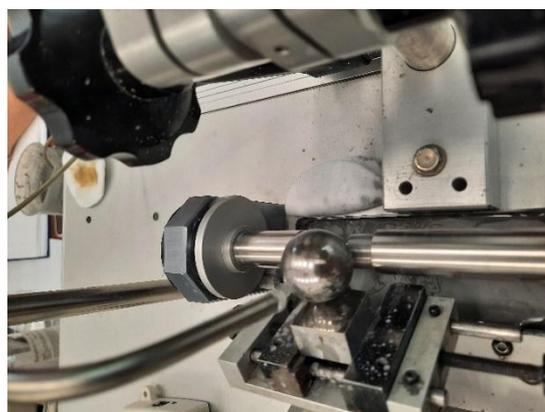


Fig.6.2. Detaliu pe zona de testare SiC, particule cu diametrul mediu de $4,5 \mu\text{m}$ în suspensie de apă distilată, cu o concentrație de 50 ml SiC/173 ml H₂O.

Rezultate și discuții

Aparatul CSEM Calowear este un instrument care efectuează teste de uzură abrazivă la scară mică. Acesta permite evaluarea coeficientului de uzură intrinsec pentru suprafețele materialelor sau pentru anumite substraturi, precum și pentru diverse depuneri ale acestora. Pentru fiecare probă, s-au efectuat câte 2 teste de uzură abrazivă, după care s-a măsurat diametrul amprentei rezultate în urma frecării dintre bila de test și suprafața probei, între acestea fiind injectat continuu fluidul abraziv. (Fig 6.3a).

Suprafețele probelor au fost lustruite cu hârtii abrazive în condiții identice, valoarea rugozității determinate cu rugozimetrul digital Vogel, Germania, fiind situate între $Ra = 0,222 - 0,287 \mu m$ (Fig. 6.3b și 6.3c). Măsurarea diametrului amprentelor s-a realizat cu microscopul Olympus GX51, echipat cu programul de analiză a imaginii și efectuare de măsurări, AnalySIS (Fig. 6.4).

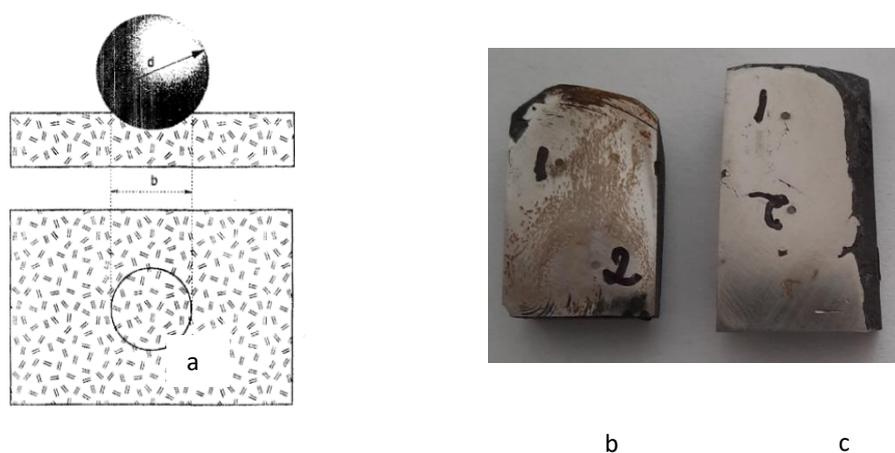


Fig. 6.3. Principiul metodei Calowear (a) și modul de pregătire a probelor din lot 1 SUD pentru efectuarea testului de uzură (b) proba 1 SUD și (c) proba 1 TT. Se observă că suprafața a fost lustruită cu hârtie abrazivă și amprentele de uzură sunt distanțate și numerotate cu 1 și 2.

Valorile diametrelor amprentelor au fost utilizate pentru efectuarea calculelor parametrilor de rezistență la uzură care sunt prezentați sintetic în tabelele 6.1 – 6.6.

Cu cât valoarea diametrului amprentei de uzură este mai mic, cu atât rezistența la uzură a materialului este mai mare.

Tabelul 6.1. Rezultatele testului de uzură pentru Proba 1 SUD

Nr. Crt.	Timp de testare [s]	Lungimea cumulată de frecare [mm]	Forța de încărcare F_N [N]	Coeficientul de uzare k [mm^3/Nm]	Volumul de material uzat [mm^3]	Intensitatea de uzare,	Adâncimea stratului, [mm]
1	900	214956,28	0,28	2.09771E-08	0.001262564	2.617E-08	0.005625354
2	900	214956,28	0,37	2.53682E-08	0.002017632	3.3082E-08	0.00711122

Probele 1 SUD și 1 TT au fost prelevate din aceeași depuneri prin sudare, efectuată cu același material de adaos. Proba 1SUD este în stare sudată iar proba 1 TT este sudată și apoi tratată termic.

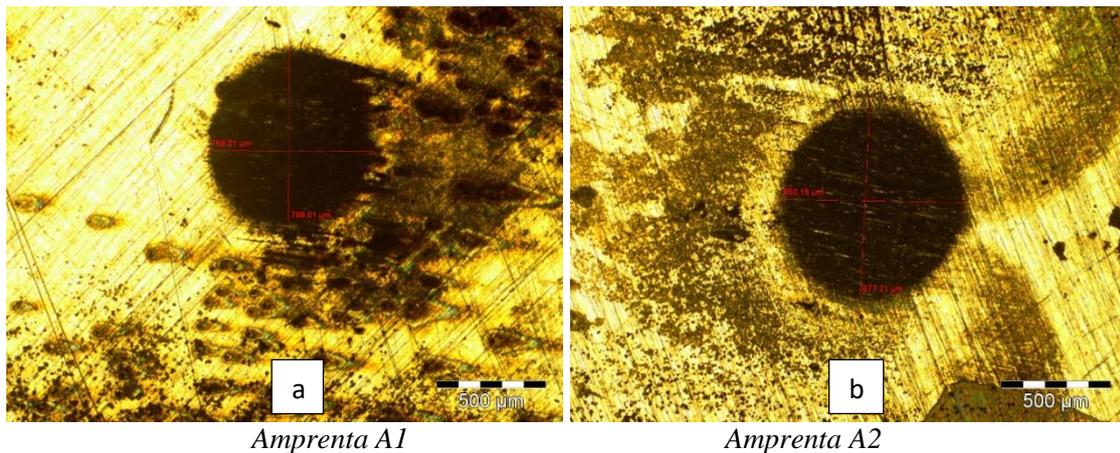


Fig. 6.4. Măsurarea diametrului amprențelor de uzură pentru proba 1SUD (μm)

Diametrul pe direcția 1, μm	Diametrul pe direcția 2, μm
756,01	850,15
796,01	877,21

Tabelul 6.2. Rezultatele testului de uzură pentru Proba 1 SUD TT

Nr. Crt.	Timp [s]	Lungimea de frecare [mm]	Forța de încărcare F_N [N]	Coefficientul de uzare k [mm^3/Nm]	Volumul de material uzat [mm^3]	Intensitatea de uzare,	Adâncimea stratului, mm
1	900	214956,28	0,308	2.16095E-08	0.001430687	2.7858E-08	0.005988189
2	900	214956,28	0,306	2.87025E-08	0.001887953	3.2001E-08	0.006878898

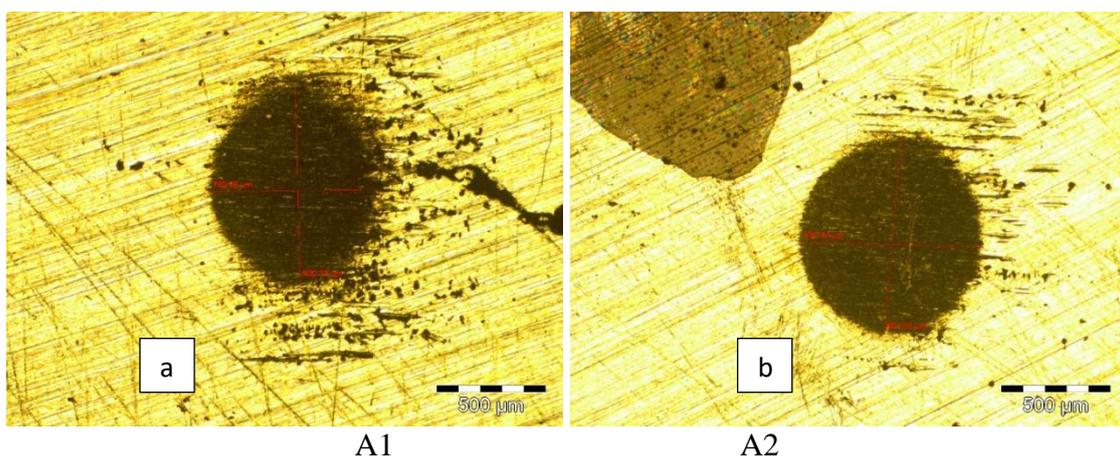


Fig. 6.5 Măsurarea diametrului amprențelor de uzură pentru proba 1 SUD TT (μm)

Diametrul pe direcția 1, μm	Diametrul pe direcția 2, μm
780,06	836,24
900,32	907,53

Analiza rezultatelor obținute în cazul setului de probe 1 SUD și 1 SUD TT a evidențiat faptul că diferențele între cele două probe nu sunt mari, valorile intensităților de uzare fiind foarte apropiate (minim 2.617E-08 pentru proba 1 SUD și respectiv 2.7858E-08 pentru proba 1

SUD TT; maxim $3.3082E-08$ pentru proba 1 SUD și respectiv $3.2001E-08$ pentru proba 1 SUD TT). Aceste rezultate conduc la concluzia că aplicarea tratamentului termic determină doar o ușoară reducere a rezistenței la uzură a depunerii prin sudare cu aliaje având entropie înaltă.

Probele sudate din lotul 2, respectiv 2 SUD și 2 SUD TT au fost pregătite în mod similar, dispunerea amprentelor de uzură fiind prezentată în Fig. 6.6.

Se poate observa că diametrul amprentei este mai mare pe zona corespunzătoare materialului de bază, ceea ce indică o valoare mai mică a rezistenței la uzare.

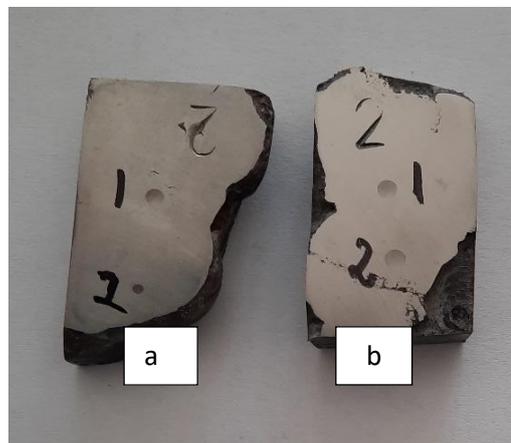


Fig. 6.6. Pregătirea probelor din lot 2 SUD pentru efectuarea testului de uzură: a) proba 2 SUD; b) proba 2 TT.

Față de probele din setul I, în acest caz se constată o rezistență la uzură mai mică, exprimată de valori ale intensității de uzare mai mari (minim $3.5459E-08$ pentru proba 2 SUD și $1.4313E-07$ pentru proba 2 SUD TT, respectiv maxim $1.1157E-07$ pentru proba 2 SUD și $1.5841E-07$ pentru proba 2 SUD TT). Și în acest caz, aplicarea tratamentului termic după sudare a determinat o ușoară scădere a rezistenței la uzare. Ca urmare, se poate spune că tratamentul termic nu este necesar nici pentru această material depus prin sudare, dacă se dorește o creștere a rezistenței la uzare.

Probele sudate din lotul 3, respectiv MB și MB TT au fost pregătite în mod similar, Acest test s-a efectuat pentru a compara comportarea la uzare a materialului de bază și a depunerii prin sudare cu aliajul având entropie înaltă din sistemul AlCrFeNiMn.

Pe baza acestor rezultate, se poate trage concluzia importantă că încărcarea prin sudare a determinat o creștere semnificativă a rezistenței la uzare a materialului sapei de foraj, chiar și în absența unui tratament termic.

În urma aplicării tratamentului termic, s-a obținut o creștere ușoară a rezistenței la uzare a materialului de bază, dar nu la nivelul înregistrat în cazul probei încărcate prin sudare 1 SUD (minim $3.7585E-08$ și maxim $4.2728E-08$).

De aceea, se poate trage concluzia generală că aplicarea tratamentului termic nu este necesară pentru creșterea rezistenței la uzură a materialului depus prin sudare pe sapele de foraj. În plus, această procedură metalurgică presupune un consum suplimentar de energie, timp și manoperă, care nu se justifică în cazul acestei aplicații.

6.2. TESTAREA REZISTENȚEI LA COROZIUNE A ALIAJELOR DEPUSE PRIN SUDARE PE OȚELUL SAPEI DE FORAJ

Rezistența la coroziune a fost estimată prin metoda *polarizării liniare*. Comportarea la coroziune în medii saline cu concentrație 3,5 %NaCl a fost evaluată pe baza curbelor

potențiodinamice, care au fost generate cu ajutorul software VersaStudio v.2.50.3. S-au trasat curbele de polarizare liniare, potențialul de circuit deschis (E_{OC}) fiind înregistrat timp de 3 ore, în soluție de NaCl 3% la temperatura de 25 °C, precum și curbele de polarizare potențiodinamice (curbe Tafel) pentru valori ale tensiunii de la -0,2 V (vs OCP) la +0,2 V (vs OCP), cu o viteză de scanare de 1 mV/s. Testele s-au efectuat într-o celulă electrochimică standard, la care s-a utilizat ca electrod de referință un electrod saturat de calomel (SCE), ca electrod de înregistrare un electrod din platină și eșantioanele din aliaj cu entropie înaltă au constituit electrodul de lucru.

Pe baza analizei valorii potențialului de circuit deschis (E_{oc}), se poate spune că valorile mai electropozitive exprimă o comportare la coroziune mai bună, se vede că proba HEA 5 are cele mai mici valori ale acestui parametru.

Sub aspectul potențialului de coroziune (E_{cor}), o valoare mai electropozitivă a materialului investigat denotă un comportament mai bun la coroziune în mediul de testare. Studiind valorile obținute pentru probele investigate rezultă că proba HEA 5 prezintă cea mai electropozitivă valoare (-320 mV), ceea ce indică o rată mai mare de pasivare în raport cu celelalte probe investigate. Se știe că o valoare redusă a densității de curent de coroziune (i_{cor}) corespunde unei valori mai bune a rezistenței la coroziune. Pe baza acestui criteriu, se constată că o comportare mai bună la coroziune o prezintă proba din aliaj HEA 1 ($1,037\mu A/cm^2$).

Din analiza valorilor ratelor de coroziune (CR) obținute prin teste electrochimice în soluție NaCl 3,5% rezultă că cele mai mici valori sunt obținute în cazul probei HEA 1, cu valoarea ratei de coroziune de $10,81\mu m/an$ și respectiv la proba HEA 6, de $15,62\mu m/an$. Proba HEA 5 prezintă cea mai mare valoare a CR ($42,95\mu m/an$) având în consecință cea mai slabă comportare la coroziune comparativ cu celelalte probe investigate.

6.3. CONCLUZII PRIVIND COMPORTAREA MECANICĂ ȘI LA COROZIUNE A DEPUNERILOR SUDATE DIN ALIAJE CU ENTROPIE ÎNALTĂ

- Testele de rezistență la uzură au arătat că materialul de bază netratat termic indică valori ale intensității de uzare de circa 2 ori mai mari față de cele obținute în cazul probei încărcate prin sudare cu aliaje având entropie înaltă
- Cele mai mari valori ale rezistenței la coroziune s-au obținut pentru aliajul HEA 1, cu cea mai mare concentrație de aluminiu (valoarea ratei de coroziune de $10,81\mu m/an$) și în cazul aliajului cu cel mai redus conținut de aluminiu (valoarea ratei de coroziune de $15,62\mu m/an$).
- Cea mai slabă comportare la coroziune a înregistrat-o aliajul HEA 5, cu conținut mediu de aluminiu (valoarea ratei de coroziune de $42,95\mu m/an$).

CAPITOLUL VII. CONCLUZII ȘI CONTRIBUȚII. DIRECȚII ULTERIOARE DE CERCETARE

7.3. CONTRIBUȚII PERSONALE

Pornind de la obiectivele propuse în cadrul tezei de doctorat, aplicând noile concepte privind proiectarea și obținerea aliajelor cu entropie înaltă și analizând rezultatele cercetărilor teoretice și experimentale proprii efectuate în cadrul acesteia, contribuțiile personale pot fi prezentate sintetic astfel:

7.3.1. *Contribuții teoretice*

- Realizarea unui studiu documentar aprofundat privind condițiile de solicitare ale sapelor de foraj, analiza cauzelor care determină uzura și scoaterea din uz, identificarea procedeelelor de recondiționare pentru creșterea duratei de utilizare a acestora;

7.3.2. *Contribuții științifice*

- Proiectarea unor rețete de aliaje cu entropie înaltă din sistemele de aliere AlCoCrFeNi și AlCrFeNiMn destinate recondiționării prin sudare a sapelor de foraj, prin modificarea proporțiilor elementelor de aliere utilizate, pe principiul asigurării caracteristicilor de rezistență la uzură și a rezistenței la coroziune asociate;
- Realizarea unor șarje experimentale de aliaje cu entropie înaltă utilizând procedeul de topire cu arc electric în vid și prelucrarea noilor aliajelor metalice pentru realizarea baghetelor pentru încărcare prin sudare;
- Elaborarea și realizarea unui program experimental de încărcare prin sudare cu procedeul WIG a sapelor de foraj utilizând aliajele cu entropie înaltă realizate;
- Efectuarea de tratamente termice, cu diferite regimuri de răcire, aplicate probelor prelevate din sape de foraj încărcate prin sudare cu aliaje cu entropie înaltă;
- Studiul efectelor tratamentelor termice acestora asupra modificărilor microstructurale și de duritate ale depunerilor realizate prin sudare cu aliaje având entropie înaltă;
- Analiza calității depunerilor sudate cu metode nedistructive (control vizual, control cu lichide penetrante)
- Efectuarea unor teste mecanice pentru determinarea caracteristicilor de utilizare a noilor aliaje cu entropie înaltă proiectate și realizate, incluzând teste de rezistența la uzură și de determinare a durității (pe fiecare microzonă a depunerilor, în comparație cu cele ale materialului sapelor de foraj) în condiții de depunere prin sudare sau după aplicarea de tratamente termice;

7.4. DIRECȚII ULTERIOARE DE CERCETARE

- Dezvoltarea unor noi rețete de aliaje cu entropie înaltă destinate aplicațiilor solicitate la uzură intensă.
- Studiul comportării la sudare a noilor aliaje cu entropie înaltă.
- Redactarea de lucrări, materiale didactice referitoare la efectele de entropie înaltă cu aplicații în industrie, participarea în echipe de cercetare cu reprezentanți din mediul academic sau industrial la rezolvarea unor probleme tehnice.

BIBLIOGRAFIE (EXTRAS)

- [1] *Georgescu G.*-Tehnologia forării sondelor, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1983.
- [2] *S.C. Petrostar S.A. Ploiești* - Forajul sondelor, Carnet tehnic, 2000.
- [3] *Tatu G.* - Carnet tehnic. Forarea sondelor, Editura Tehnică, București, 1983.
- [4] *Olănescu M., Horhoianu G., Beca G.* - Forajul sondelor, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1962.
- [5] https://upb.ro/wp-content/uploads/2020/03/olaru_mihai_rezumat_rom.pdf
- [6] *Slăniceanu V., Stoianovi G.* – Sape și scule pentru forajul sondelor, Editura Tehnică, București, 1964.
- [7] *Ivan S. , Botezatu V.* - Forajul sondelor- Manual Școala Profesională.
- [9] *Macovei N.*- Echipament de foraj, Editura Universitatea din Ploiești, 1996.
- [10] *Bolunduț I.L.*- Materiale și tehnologii neconvenționale, Editura Tehnică-info, Chișinău, 2012.
- [11] *V. Geantă, I. Voiculescu, B. Istrate, D. M. Vranceanu, R. Ciocoiu, C. M. Cotruț*-The Influence of Chromium Content on the Structural and Mechanical Properties of AlCr_xFeCoNi High Entropy Alloys, International Journal of Engineering Research in Africa Submitted: 2018, Vol. 37, pp 23-28.
- [12] *V. Geantă, T. Chereches, P. Lixandru, I. Voiculescu, R. Stefanoiu, D. Dragnea, T. Zecheru and L. Matache* - Virtual Testing of Composite Structures Made of High Entropy Alloys and Steel, , Metals 2017, 7, 496; doi:10.3390/met7110496.
- [13] *I. Voiculescu, V. Geantă, I.M. Vasile, R. Ștefănoiu, M. Tonoiu* - Characterisation of weld deposits using as filler metal a high entropy alloy, Journal of optoelectronics and advanced materials, Vol. 15, No. 7- 8, July – August 2013, p. 650 – 654.
- [14] *V. Geantă, I. Voiculescu, R. Ștefănoiu, D. Savastru, I. Csaki, D. Patro, L. Leonat*-Processing and characterization of advanced multi-element high entropy materials from AlCrFeCoNi system, Optoelectronics and advanced materials– Rapid communications Vol. 7, No. 11-12, November - December 2013, p. 874-880.
- [27] *Petre M., Cristescu M.* – Forajul sondelor și extracția petrolului- Editura UPG din Ploiești, 2013.
- [28] *Gheorghiuțoiu M.* – Mic îndrumar de utilizare a sapeilor de foraj- Editura UPG din Ploiești, 2010.
- [45] *Rakesh B. Nair, H.S. Arora, H.S. Grewal* -Microwave synthesized complex concentrated alloy coatings: Plausible solution to cavitation induced erosion-corrosion, Ultrasonics - Sonochemistry 50 (2019) 114–125.
- [46] *Steadyman Chikumba and Veeredhi Vasudeva Rao* - High-entropy alloy: challenges and prospects, th International Conference on Latest Trends in Engineering & Technology (ICLTET'2015) Nov. 26-27, 2015 Irene, Pretoria (South Africa).

- [47] Daniel B. Miracle *, Jonathan D. Miller, Oleg N. Senkov, Christopher Woodward, Michael D. Uchic and Jaimie Tiley - Exploration and Development of High Entropy Alloys for Structural Applications, Entropy 2014, 16, 494-525. doi: 10.3390/e16010494.
- [48] Y.F. Ye, Q. Wang, J. Lu, C.T. Liu and Y. Yang - High-entropy alloy: challenges and prospects, Materials Today _ Volume 19, Number 6 _ July/August 2016.
- [50] Ming-Hung Tsai - Physical Properties of High Entropy Alloys, Entropy 2013, 15, 5338-5345; doi:10.3390/e15125338.
- [51] M. Claudia Troparevsky, James R. Morris, Paul R. C. Kent, Andrew R. Lupini and G. Malcolm Stocks - Criteria for Predicting the Formation of Single-Phase High-Entropy Alloys, PHYSICAL REVIEW X 5, 011041 (2015).
- [52] Daniel B. Miracle , Jonathan D. Miller, Oleg N. Senkov, Christopher Woodward, Michael D. Uchic and Jaimie Tiley - Exploration and Development of High Entropy Alloys for Structural Applications, Entropy 2014, 16, 494-525. doi:10.3390/e16010494, ISSN 1099-4300.
- [53] A.T. Samaeia, M.M. Mirsayarb and M.R.M. Alihac- The microstructure and mechanical behavior of modern high temperature alloys, 2015 Growing Science Ltd. doi: 10.5267/j.esm.2015.1.001.
- [146] Voiculescu, I., Geantă, V., Ștefănoiu, R., Patroi, D., Binchiciu, H., Influence of the Chemical Composition on the Microstructure and Microhardness of AlCrFeCoNi High Entropy Alloy. Rev. Chim., Vol. 64, No. 12, 2013, p.1441-1444. ISI Thomson Reuters, IF = 1,122 (Q3). ISSN: 0034-7752.
- [147] Voiculescu, I., Geantă, V., Vasile, I.M., Ștefănoiu, R., Tonoiu, M., Characterisation of weld deposits using as filler metal a high entropy alloy. Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 15, No. 7-8, 2013, p.650 – 654. ISI Thomson Reuters, ISSN: 1454-4164.
- [148] Geantă, V., Voiculescu, I., Ștefănoiu, R., Savastru, D., Csaki, I., Patroi, D., Leonat, L., Processing and characterization of advanced multi-element high entropy materials from AlCrFeCoNi system. Optoelectronics and advanced materials – Rapid Communications, Vol. 7, 2013, p.874-880, ISSN: 1842-6573.
- [149] Ștefănoiu, R., Geantă, V., Voiculescu, I., Csaki, I., Ghiban, N., Researches regarding the influence of chemical composition on the properties of Al_xCrFeCoNi alloys. Rev. Chim, Vol. 65, No. 7, p. 819-821, (2014). ISI Thomson Reuters, ISSN: 0034-7752.
- [150] Geanta, V ; Taca, M ; Daisa, D ; Voiculescu, I., Ștefănoiu, R, Constantinescu, DM, Savastru, D, Influence of the chemical composition on the mechanical properties of forged microalloyed steels, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 17, Issue 7-8 (2015) p: 1004-1011, ISSN: 1454-4164, eISSN: 1841-7132. IDS Number: CP6AV.