



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2022 00408**

(22) Data de depozit: **13/07/2022**

(41) Data publicării cererii:
30/01/2024 BOPI nr. **1/2024**

(71) Solicitant:

• UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN
BUCUREȘTI, SPLAIUL INDEPENDENȚEI
NR.313, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

• GEAMBAZU ELENA LAURA,
STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU, NR.6,
CĂLĂRAȘI, CL, RO;

• MANEA CIPRIAN ALEXANDRU,
STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU NR.6,
CĂLĂRAȘI, CL, RO;
• SEMENESCU AUGUSTIN,
ȘOS.BUCUREȘTI - TÎRGOVIȘTE 22T, A14,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

Această publicație include și modificările descrierii,
revendicărilor și desenelor depuse conform art. 35 alin.
(20) din HG nr. 547/2008

(54) ACOPERIRI CU PROPRIETĂȚI SUPERIOARE REALIZATE DIN ALIAJ CU ENTROPIE RIDICATĂ PRIN METODA DEPUNERII ELECTRICE PRIN SCÂNTEIERE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un material metalic de tip aliaj cu entropie ridicată pe bază de CoCrFeNiMo utilizat pentru acoperiri ale pieselor care lucrează în medii corozive cum este mediul termal și la un procedeu de realizare a acestor acoperiri. Materialul metalic conform inventiei este constituit din pulberi cu puritate ridicată > 99% ale următoarelor elemente chimice exprimate în procente în greutate: 16,5...17% Co, 13...13,5% Cr, 15...15,5% Fe, 16,5...17% Ni și 38...38,5% Mo. Procedeu de realizare a acoperirilor conform inventiei începe cu obținerea materialului metalic pentru electrozii de acoperire prin alierea mecanică a pulberilor într-o moară planetară cu bile cu atmosferă protectoare de Ar, având raportul dintre bile și polbere de 10:1, viteza de rotație de 350 rot/min, timpul efectiv de măcinare de 450 min. și agentul de control al procesului PCA de 2% N - heptan, după care materialul metalic astfel obținut este consolidat prin presare cu 25 tf la temperatura camerei, sinterizat într-un cuptor cu atmosferă controlată de Ar la temperatura de 1100°C, debitarea piesei rezultate pentru obținerea formei brute a electrodului, prelucrarea mecanică a piesei metalice pentru a obține forma finală a electrodului cu diametrul cuprins între 3...5 mm și lungimea de 15...29 mm, urmat de depunerea straturilor subțiri cu acești electrozi prin tehnica

depunerii electrice prin scânteie, acoperirile fiind realizate prin depuneri succesive de material în atmosferă protectoare de Ar cu debit de 3 l/minut, utilizând următorii parametrii de depunere: capacitanță 20 µF, tensiune electrică 100 V și frecvență de 200 Hz.

Revendicări inițiale: 2

Revendicări amendate: 3

Figuri: 6

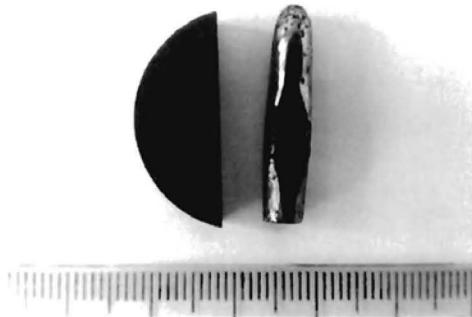


Fig. 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozitivelor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



ACOPERIRI CU PROPRIETĂȚI SUPERIOARE REALIZATE DIN ALIAJ CU ENTROPIE RIDICATĂ PRIN METODA DEPUNERII ELECTRICE PRIN SCÂNTEIERE

Inventatori: Geambazu Elena Laura, Manea Ciprian Alexandru, Semenescu Augustin

Invenția se referă la straturi de aliaje cu entropie ridicată cu proprietăți superioare de rezistență la coroziune pentru medii agresive precum mediul geotermal.

Factorii agresivi principali în mediul geotermal sunt coroziunea, abraziunea și eroziunea, aceștia conducând în timp la efecte negative ireversibile asupra echipamentelor. Acești factori sunt determinați în primul rând de compoziția aburului și a fluidelor geotermale, fiind compuse în principal din H_2S și CH_4 , care împreună cu presiunea, temperaturile ridicate și particulele abrasive, rezultă în costuri ridicate de întreținere, reparații și înlocuiri ale diverselor piese metalice.

Studiile și cercetările au fost îndreptate spre această problemă, încercându-se găsirea unor soluții viabile de prelungire a duratei de viață a pieselor afectate, atât prin înlocuirea sau repararea lor, cât și prin acoperirea acestora cu materiale cu proprietăți superioare, având astfel posibilitatea elaborării unor aliaje cu spectru larg de microstructuri și proprietăți.

Aliajele cu entropie ridicată (HEA) prezintă un potențial ridicat datorită proprietăților unice și superioare pe care acestea le manifestă. HEA sunt în principal caracterizate de cele 4 efecte specifice precum efectul entropiei înalte, efectul distorsiunii severe de rețea, efectul de fuziune lentă și efectul de "cocktail".

Depunerea aliajelor cu entropie ridicată a fost realizată prin metoda depunerii electrice prin scânteiere. În cazul acestei metode, necesarul de material este unul minim, în care stratul depus are grosimi de până la 100 μm , iar procesul este relativ rapid, în funcție de suprafața ce urmează a fi acoperită.

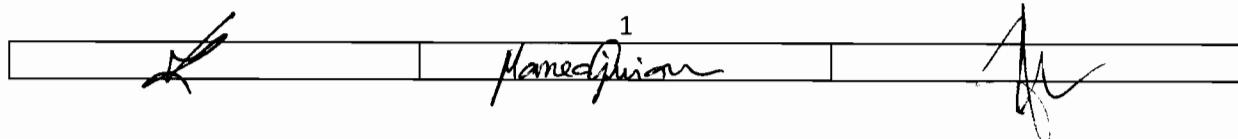
Este cunoscut faptul că, literatura de specialitate prezintă mai multe articole privind metode diferite de obținere a aliajelor cu entropie ridicată, în care sunt urmărite proprietățile acestora în funcție de materialele metalice din sistemul aliajelor. În articolele publicate sunt prezentate metode de obținere a aliajelor cu entropie ridicată, precum retopire cu arc în vacuum și turnare ($Al_xCoCrFeNi$, $x=0-2.0$, puritate 99,9% [1], $AlCrFeCoNi$ [2], $CrMnFeCoNi$ [3]), aliere mecanică (sistemul $AlCoCrCuFe$ [4], $CoCrFeNiAl$ [5], $Al_{0.6}NiFeCrCo$ [6]), topire prin inducție ($CrMnFeCoNi$ [7], $Al_x(TiVCrMnFeCoNiCu)_{100-x}$ ($x = 0, 11.1, 20$ și 40 at.%) [8]), atomizare cu gaz ($Ni_6Cr_4WFe_9Ti$ [9], $AlCoCuFeNi$ [10], $Al_{0.5}Cr_{0.9}FeNi_{2.5}V_{0.2}$ [11]) și topire în creuzet răcit ($Cr_{15}Fe_{46}Mn_{17}Ni_{22}$ [12]).

Se mai cunoaște faptul că, în documentul **CN-105671404-A** este prezentată realizarea unui aliaj cu entropie ridicată $TiZrHfNb$ microaliat împreună cu elementele azot și oxigen, îmbunătățind astfel rezistența la tracțiune și ductilitatea la tracțiune. Rezistența la tracțiune a aliajului cu entropie ridicată pe bază de $(TiZrHfNb)97.5(NO)2.5$ atinge 1300 MPa, iar ductilitatea la tracțiune depășește 15%.

În documentul **RO 132387 A2** este prezentat aliajul cu entropie ridicată $AlCrFeCoNi$, având compoziția chimică exprimată în procente de greutate 6,5 - 8,8% Al, 21 - 22% Cr, 22 - 23,5% Fe, 23 - 25% Co, 23 - 25% Ni, obținut prin procedeul duplex de topire și omogenizare a elementelor în cupor cu inducție în vid, combinat cu retopire cu arc, urmat de tratament termic de durificare rezultând o tenacitate maximă. Aliajul cu entropie ridicată realizat deține proprietăți precum duritate și tenacitate ridicate.

Documentul **RO 132590 A2** prezintă procedeul de obținere a unui compozit cu matrice din aliaj cu entropie ridicată cu compoziția $AlCrFeNiMn$ în proporții echiatomice și element de ranforsare TiB_2 în proporție de 3 - 5 % procente de greutate. Materialul compozit are caracteristici mecanice și de rezistență la coroziune ridicate, superioare oțelurilor înalt aliate și aliajelor neferoase speciale.

De asemenea, literatura prezintă depunerea electrică prin scânteiere ca și metoda de reparare a turbinelor de gaz, în documentul **US 2013/0309418 A1**, datorită avantajelor precum depunerea continuă sub atmosferă protectoare de gaz inert, temperaturi relativ



joase din timpul procesului, substratul nefiind afectat, și nu în ultimul rând posibilitatea depunerii de straturi groase.

Avantajele depunerii electrice prin scânteiere sunt reprezentate de faptul că acest tip de depunere poate fi utilizat și în cazul reparațiilor, unde se poate acționa local, cu un consum redus de material și într-un termen relativ scurt.

Prezenta inventie rezolvă dezavantajele provocate de utilizarea echipamentelor în medii intens corozive pentru captarea de resurse regenerabile precum aburul geotermal prin aceea că, straturile cu proprietăți anticorozive acționează ca o barieră împotriva efectelor precum coroziune-eroziune-uzură, reducând astfel costurile de întreținere a echipamentelor și timpii alocați acestei acțiuni.

Invenția este prezentată pe larg, în continuare, printr-un exemplu de realizare a acesteia, în legătură cu figurile 1, 2, 3, 4, 5, 6, anexate, care reprezintă:

- Fig. 1. Analize SEM și ESD după un timp de măcinare efectiv de 450 de minute al amestecului CoCrFeNiMo0,85
- Fig.2. Analiza microstructurală SEM și analiza EDS M_P4 după sinterizare a) suprafață b) zona 1
- Fig. 3. Electrod din HEA CoCrFeNiMo0,85 obținut pentru depunerea electrică prin scânteiere
- Fig.4. Depunerea de straturi subțiri prin metoda ESD cu electrod de CoCrFeNiMo0,85 aliaj cu entropie ridicată obținut prin aliere mecanică
- Fig.5. Rezultatele analizelor de suprafață și a secțiunii transversale a probei de oțel inoxidabil acoperită cu CoCrFeNiMo0,85 HEA pentru (a) imagine SEM a suprafeței depuse (b) imagine SEM a secțiunii transversale (c) rezultatele analizei EDS
- Fig.6. Acoperirea de CoCrFeNiMo0,85 HEA a) înainte și b) după expunerea la mediu coroziv

Procesul de obținere a strukturilor metalice a pornit de la omogenizarea materialelor metalice de Co, Cr, Fe, Ni și Mo sub formă de pulbere de puritate ridicată. În urma omogenizării, am aliat mecanic în mediu umed și atmosferă de Argon, obținând astfel după 30 h timp de aliere, aliajul cu entropie ridicată CoCrFeNiMo_{0,85}. Rezultatele microstructurale SEM și EDS prezintă un grad de aliere ridicat și o omogenizare bună în toată masa. Nu au fost prezente contaminări ale materialului, iar conținutul de oxigen este minim (Fig.1).

Pentru alierea mecanică, am utilizat o incintă cu volum de 500 ml și bile din oțel inoxidabil, reducând nivelul de impurificare al aliajului. Raportul de bile la pulbere sau BPR, a fost de 10:1, cu două dimensiuni de bile, eficientizând procesul, viteza de rotație de 350 rotații/min pentru un timp efectiv de măcinare de 450 minute [13, 14]. Parametrii au fost selectați în urma mai multor teste preliminare[15-17].

Am adăugat un agent de control în compoziție (N-Heptan), cu scopul efectuării unei măcinări umede, având avantajul obținerii unui grad înalt de aliere, dar și a evitării temperaturilor foarte ridicate din interiorul incintei, ce induc astfel sudarea materialului de pereții incintei.

Pregătirea incintei și a bilelor pentru procesul de aliere mecanică, constă în curățarea acestora în baia cu ultrasunete și apoi cu alcool cu puritate ridicată

Din caracterizarea pulberii, au rezultat: unghiul de taluz cu valoarea de 19,8°viteza de curgere de 4,33g/s și raportul de împachetare de 81 %, indicând astfel posibilitatea compactizării ulterioare și prelucrării mecanice sub formă de electrozi.

Aliajul cu entropie ridicată a fost presat în forma de cilindru cu o forță de 25 tf și sinterizat în cuptor (Fig. 2), probele finale având porozitatea cuprinsă între 20,41% și 38,85%, cu o densitatea cuprinsă între 5,4 g/cm³ și 6,1 g/cm³, valori obținute în funcție de parametrii folosiți în timpul experimentărilor.

Prezenta inventie prezintă elemente de progres tehnic prin obținerea de straturi cu proprietăți superioare, având costuri reduse, dar cu o eficiență ridicată pentru mediile intens agresive.

Pentru depunerea electrică prin scânteiere, au fost obținuți electrozi prin prelucrare mecanică cu o formă în concordanță cu aplicatorul utilizat și cu metoda de depunere (Fig.3.). Electrodul obținut a fost apoi finisat și curățat cu alcool de puritate ridicată.

Depunerea electrică prin scânteiere, ca și în cazul aliajului obținut prin topire, a fost realizată cu ajutorul echipamentului Spark Depo Model 300. Parametrii depunerii de straturi subțiri pentru aliajul cu entropie ridicată CoCrFeNiMo_{0,85}, obținut prin aliere mecanică, sunt prezentați în tabelul 1.

Tabel 1. Parametrii depunerii electrice prin scânteiere cu electrod obținut prin metoda fazei solide pe un substrat de oțel inoxidabil

Material de depus	Substrat	Capacitanță (μF)	Tensiunea (V)	Frecvența (Hz)	Atmosferă
HEA CoCrFeNiMo _{0,85}	Oțel inoxidabil	20	100 V	200Hz	Argon (3 l/min)

Acoperirea a fost realizată pe substrat din oțel inoxidabil pregătit anterior prin sablare cu nisip, curățare cu alcool de puritate înaltă și uscare în flux de aer cald, pentru a înlătura impuritățile, dar și pentru a obține o suprafață rugoasă. Rugozitatea suprafeței, îmbunătățește adeziunea stratului la substrat (Fig.4).

Acoperirea a fost realizată cu ajutorul aplicatorului miniatural prin depuneri succesive de straturi subțiri cu scopul obținerii unui strat uniform.

Rezultatele microstructurale pe suprafața stratului depus, dar și în secțiune, prezintă un strat uniform, fără defecte majore și cu o omogenitate bună, cu mici porozități de suprafață. Zona de interfață dintre strat și substrat nu a prezentat fisuri, crăpături sau pori. Topografia prezintă fisuri mici de suprafață, specifice acestui tip de depunere, unde răcirea este foarte rapidă (Fig.5).

Prin această metodă de depunere a rezultat un strat cu o adeziune bună, testată prin metoda smulgerii, unde nu au existat exfolieri sau separări ale stratului.

Parametrii testării electrochimice a probei acoperite sunt prezentați în tabelul 2 și au fost determinați pentru caracterizarea rezistenței la coroziune conform cu ASTM G5-94(2011) [18], unde E_{oc} reprezintă potențialul de circuit deschis, E_{corr} este potențialul de coroziune și densitatea curentului de coroziune este I_{corr} [13].

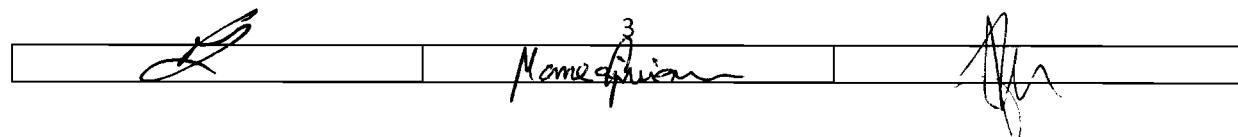
Tabel 2. Parametrii testării electrochimice pentru acoperirea de CoCrFeNiMo_{0,85} HEA în soluție salină la temperatură camerei

Proba	E_{oc} (mV)	E_{corr} (mV)	i_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	β_c (mV)	β_a (mV)	Rp (k Ωcm^2)	CR (mm/an)
HEA CoCrFeNiMo _{0,85}	-487	-520	0.0011	222.53	140.09	33.980	0.00016

Testarea la coroziune a fost realizată în soluție salină cu concentrație de 3,5 % NaCl la temperatură camerei. Valoarea calculată a ratei de coroziune a fost de 0,00016 mm/an, indicând o rezistență la coroziune foarte bună în mediu salin. Rezultatele analizelor microstructurale SEM și EDS pentru proba înainte de testare și după testarea la coroziune sunt prezентate în figura 6.

Prin compararea rezultatelor, cu testările anterioare [16], deși E_{oc} are valoarea electronegativității mai mare decât cea a aliajului obținut prin procesare în stare lichidă, valoarea ratei de coroziune pentru acoperirea cu CoCrFeNiMo_{0,85} HEA testată a fost mai mică, datorită faptului că un film protector s-a format pe suprafața probei analizate, acoperirea nefiind afectată la fel de mult de mediul coroziv.

Eficiența economică a metodei propuse a fost calculată ținând cont de valoare de piață a unei pale de turbină pentru mediul geotermal. Calculele teoretice au demonstrat că pentru acoperirea unei pale de turbină geotermală cu lungime medie de 581 mm obținem un cost de 54,9 euro, mult mai mic decât costul necesar de înlocuire al acesteia.



Invenția prezintă avantaje precum îmbunătățirea rezistenței la coroziune a echipamentelor ce lucrează în medii agresive, îmbunătățirea eficienței de lucru a echipamentelor prin reducerea timpului acordat întreținerii și reparațiilor, dar și datorită tehnologiei de realizare a acoperirilor.

Tehnica de realizare a invenției este prezentat în cele ce urmează. Materialele metalice utilizate (Co, Cr, Fe, Ni, Mo) având puritate ridicată (peste 99 %) sunt selectate.

Materialele metalice sub forma de pulbere sunt omogenizate, iar apoi aliate cu scopul obținerii aliajului cu entropie ridicată, folosind următorii parametrii de aliere: raport bile la pulbere 10:1, viteză 350 RPM, timp 30 h și agent de control N-Heptan, pentru a realiza măcinare umedă.

Aliajul sub formă de pulbere metalică este apoi presat sub forma de cilindru cu o forță de 25 tf, sinterizat în cuptor, debitat și prelucrat mecanic, cu scopul obținerii de electrozi pentru depunerea electrică prin scânteiere.

În vederea depunerii de straturi, parametrii utilizați vor fi: 20 μ F, 100 V, 200 Hz în atmosferă de gaz argon. Grosimea stratului rezultat este influențată de numărul de treceri succesive și în funcție de aplicație și de grosimea dorită, numărul trecerilor poate fi variat.

BIBLIOGRAFIE

- [1] W. R. Wang, W. L. Wang, S. C. Wang, J. W. Yeh, Effects of Al addition on the microstructure and mechanical property of AlxCoCrFeNi high-entropy alloys, *Intermetallics*, Vol. 26, 2012, pp:44-51.
- [2] Y. P. Wang, B. S. Li, M. X. Ren, C. Yang, H. Z. Fu, Microstructure and compressive properties of AlCrFeCoNi high entropy alloy, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 491, Issues 1–2, 2008, pp. 154-158.
- [3] E. J. Pickering, R. Muñoz-Moreno, H. J. Stone, N. G. Jones, Precipitation in the equiatomic high-entropy alloy CrMnFeCoNi, *Scripta Materialia*, Vol. 113, 2016, pp. 106-109.
- [4] S. Praveen, B. S. Murty, Ravi S. Kottada, Alloying behavior in multi-component AlCoCrCuFe and NiCoCrCuFe high entropy alloys, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 534, 2012, pp. 83-89.
- [5] W. Ji, Z. Fu, W. Wang, H. Wang, J. Zhang, Y. Wang, F. Zhang, Mechanical alloying synthesis and spark plasma sintering consolidation of CoCrFeNiAl high-entropy alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 589, 2014, pp. 61-66.
- [6] Z. Fua , W. Chen, H. Wen, Z. Chen, E. J. Lavernia, Effects of Co and sintering method on microstructure and mechanical behavior of a high-entropy Al0.6NiFeCrCo alloy prepared by powder metallurgy, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 646, 2015, pp.175-182
- [7] M. L. Brocq, A. Akhatova, L. Perrière, S. Chebini, X. Sauvage, E. Leroy, Y. Champion, Insights into the phase diagram of the CrMnFeCoNi high entropy alloy, *Acta Materialia*, Vol. 88, 2015, pp. 355-365.
- [8] Y. J. Zhou, Y .Zhang, Y. L. Wang, G. L. Chen, Microstructure and compressive properties of multicomponent Alx(TiVCrMnFeCoNiCu)100-x high-entropy alloys, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 454–455, 2007, pp. 260-265.
- [9] X. Yanga, Y. Zhoub, S. Xia, Z. Chenc, P. Weic, C. Hea, T. Lia, Y. Gaoa, H. Wu, , Grain-anisotropied high-strength Ni6Cr4WFe9Ti high entropy alloys with outstanding tensile ductility, *Materials Science & Engineering*, Vol. A 767, 2019.
- [10] M. Zhang, X. Zhou, D. Wang, W. Zhu, J. Li, Y. F. Zhao, AlCoCuFeNi high-entropy alloy with tailored microstructure and outstanding compressive properties fabricated via selective laser melting with heat treatment, *Materials Science & Engineering*, Vol. A 743, 2019, pp. 773–784.
- [11] M. Traversier , P. M. Rinn, N. Peillon, E. Rigal, X. Boulnat, F. Tancret, J. Dhers, A. Fraczkiewicz, Nitrogen-induced hardening in an austenitic CrFeMnNi high-entropy alloy (HEA), *Materials Science & Engineering*, Vol. A 804, 2021, pp. 7-25.
- [12] H. Yao, Z. Tan a, D. He, Z. Zhou, Z. Zhou, Y. Xue, L. Cui, L. Chen, G. Wang, Y. Yang, High strength and ductility AlCrFeNiV high entropy alloy with hierarchically heterogeneous microstructure prepared by selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 813, 2020, pp. 83-96.
- [13] L. E. Geambazu, C. M. Cotruț, F. Miculescu, I. Csaki, Mechanical alloyed CoCrFeNiMo0.85 high entropy alloy for corrosion resistance coatings, *Materials*, Vol. 14, Issue 14, 2021

- [14] L. E. Geambazu, R. Ciocoiu, F. Miculescu, I. Csaki, Coatings Of Co_xCrFeMoNi High Entropy Alloy Produced By Electro Spark Deposition Technique, University Politehnica Of Bucharest Scientific Bulletin Series B-Chemistry And Materials Science, Vol. 83, Issue 1, 2021, pp. 165-174.
- [15] S. Sergiuța, I. Csaki, I., S. N. Karlsdóttir, L. E. Geambazu, C. A. Manea., Multi-component alloy synthetized by a powder metallurgy route, UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science, Volume 80, Issue 1, 2018, pp. 163-172
- [16] Csáki, I., Stefanou, R., Karlsdottir, S.N., Geambazu, L.E. , Corrosion behavior in geothermal steam of CoCrFeNiMo high entropy alloy, NACE - International Corrosion Conference Series Volume 2018-Phoenix; United States, 2018
- [17] Csáki, I., Karlsdottir, S.N., Sergiuță, S., Popescu, G., Buzatu, M., Geambazu, L.E., Manea, C.A., CoCrFeNiMo high entropy alloy produced by solid state processing, Key Engineering MaterialsVolume 750 KEM, 2017, pp. 15-19.
- [18] ASTM G5-94(2011)e1, Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011

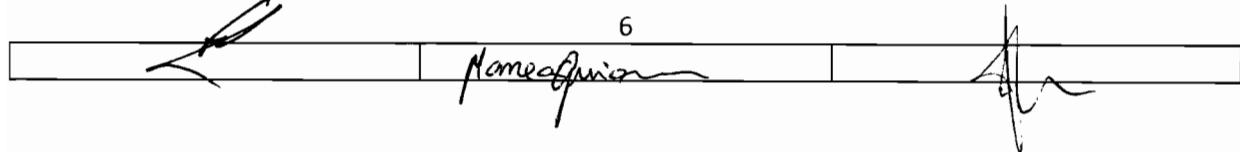
	5 Manea	
--	------------	--

4

REVENDICĂRI

1. Material metalic CoCrFeNiMo_{0,85} aliaj cu entropie ridicată, caracterizat prin aceea că, în scopul îmbunătățirii rezistenței la coroziune a echipamentelor ce lucrează în medii agresive și folosesc materiale asemănătoare, este alcătuit din cinci elemente metalice de puritate ridicată, având compozită chimică situată în domeniile de valori după cum urmează: Co = 16,5 – 17, %, Cr = 13 – 13,5 %, Fe = 15 – 15,5 %, Ni = 16,5 – 17, %, Mo = 38 – 38,5 % obținut prin aliere mecanică umedă în moară planetară, cu parametrii de aliere mecanică: raportul de bile la pulbere sau BPR, a fost de 10:1, viteza de rotație de 350 rotații/min pentru un timp efectiv de măcinare de 450 minute.

2. Material metalic CoCrFeNiMo_{0,85} aliaj cu entropie ridicată conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că acoperirea se face prin metoda depunerii electrice prin scânteiere, cu electrod obținut din pulberi metalice presate și sinterizate, probele rezultate fiind apoi tăiate cu fir, acoperirea fiind realizată cu ajutorul aplicatorului miniatural prin depuneri succesive de straturi subțiri cu scopul obținerii unui strat uniform..



BORDEROU DE FIGURI

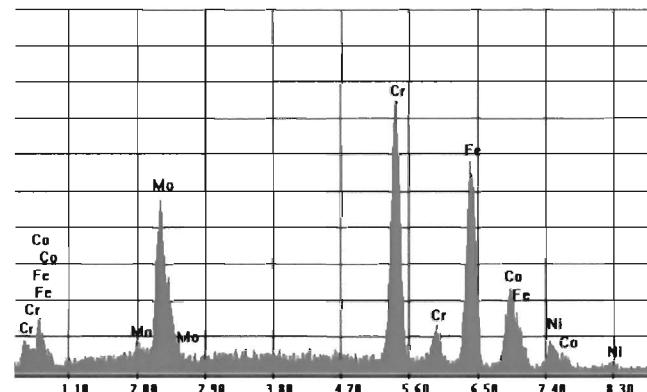


Fig. 1. Analize SEM și ESD după un timp de măcinare efectiv de 450 de minute al amestecului CoCrFeNiMo_{0.85}

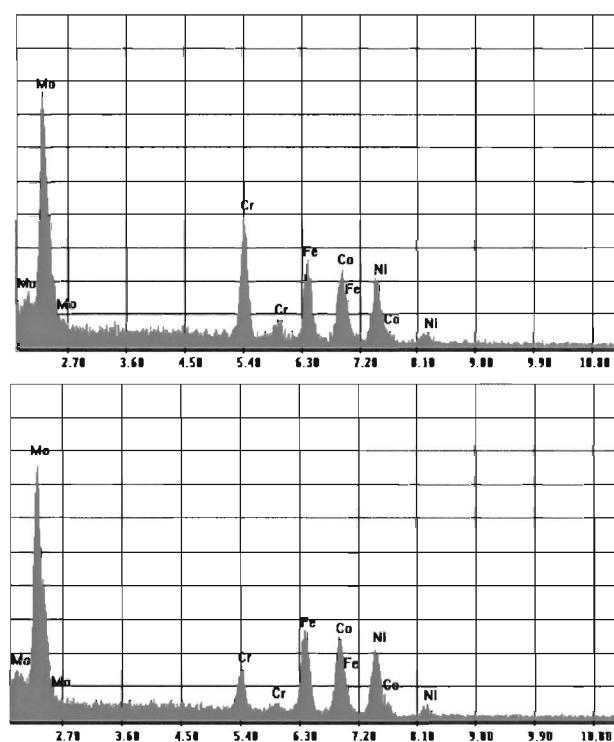
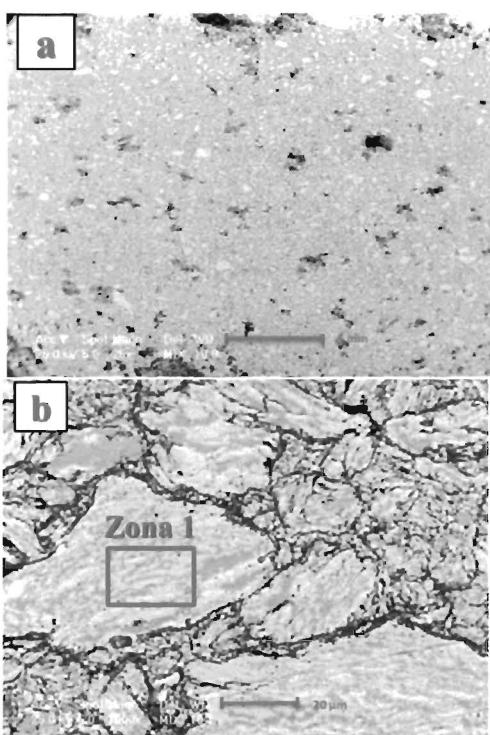


Fig.2. Analiza microstructurală SEM și analiza EDS M_P4 după sinterizare a) suprafață b) zona 1

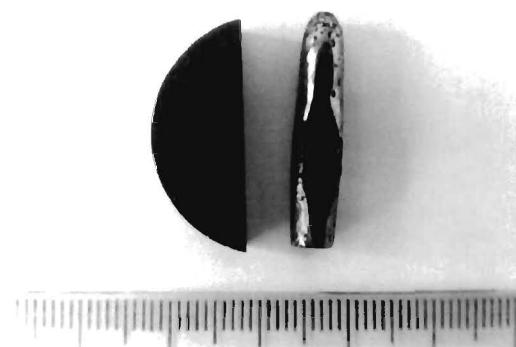
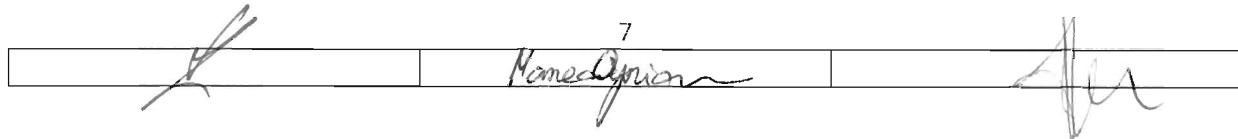


Fig. 3. Electrod din HEA CoCrFeNiMo_{0.85} obținut pentru depunerea electrică prin scânteiere



Fig.4. Depunerea de straturi subțiri prin metoda ESD cu electrod de CoCrFeNiMo_{0.85} aliaj cu entropie ridicată obținut prin aliere mecanică



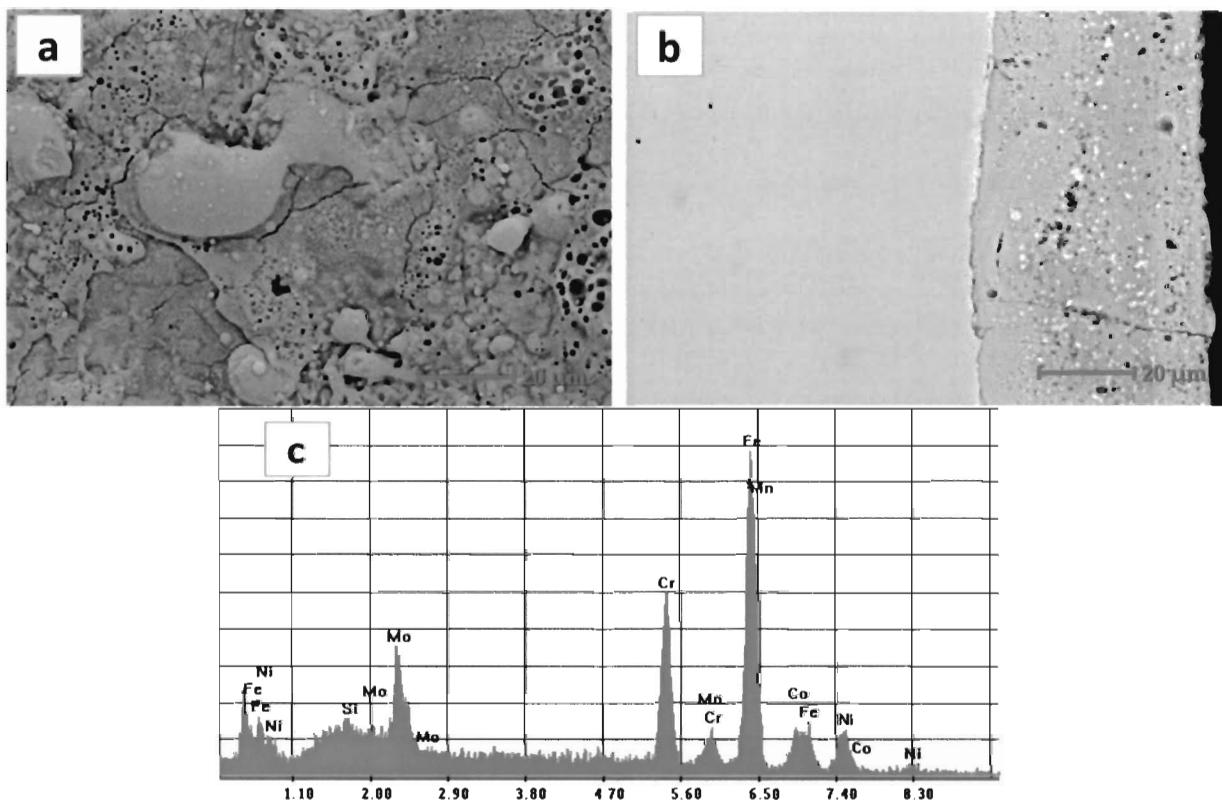


Fig.5. Rezultatele analizelor de suprafață și a secțiunii transversale a probei de oțel inoxidabil acoperită cu CoCrFeNiMo_{0.85} HEA pentru (a) imagine SEM a suprafeței depuse (b) imagine SEM a secțiunii transversale (c) rezultatele analizei EDS

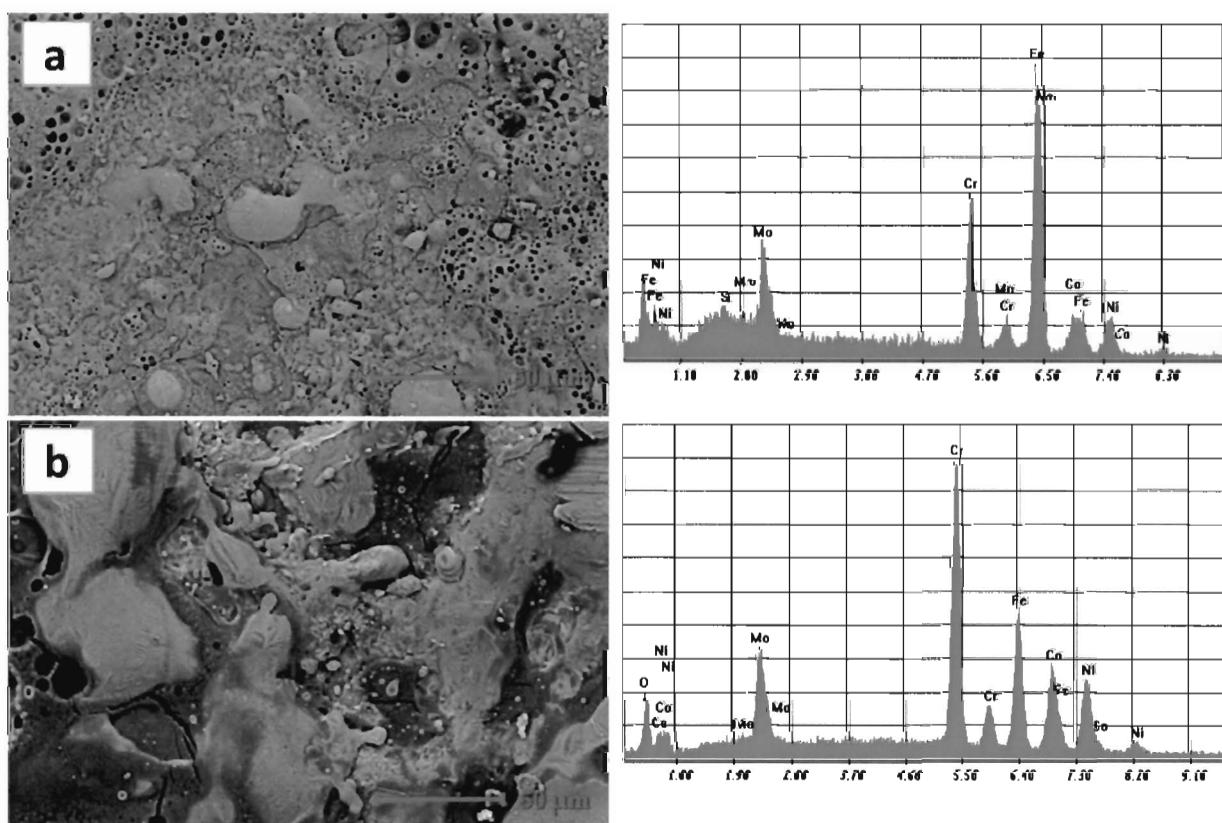


Fig.6. Acoperirea de CoCrFeNiMo_{0.85} HEA a) înainte și b) după expunerea la mediu coroziv

REVENDICĂRI

1. **Material metalic** din aliaj cu entropie ridicată sub formă de pulbere, **caracterizat prin aceea că, este constituit din elementele chimice** Co = 16,5 – 17, %, Cr = 13 – 13,5 %, Fe = 15 – 15,5 %, Ni = 16,5 – 17, %, Mo = 38 – 38,5 % sub formă de pulberi metalice cu puritate ridicată aliate mecanic în moară planetară cu bile, cu următorii parametrii: raportul de bile la pulbere sau BPR, a fost de 10:1, viteza de rotație de 350 rotații/min pentru un timp efectiv de măcinare de 450 minute, agent de control al procesului (PCA) 2% N-heptan și atmosferă protectoare de gaz argon.

2. **Procedeu de obținere** a electrozilor de acoperire din aliajul cu entropie ridicată **conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că**, are următoarele etape:

- Consolidare prin presare la 25 tf la temperatura camerei
- Sinterizare în cuptor cu atmosferă controlată de argon la temperatura de 1100°C
- Debitarea piesei rezultate pentru obținerea formei brute a electrodului
- Prelucrare mecanică pentru a obține electrodul cu dimensiunile prevăzute de cerințele tehnice ale echipamentului de depunere electrică prin scânteiere și anume dia. 3 - 5 mm și lungime 15 - 25 mm.

3. **Procedeu de acoperire** cu straturi subțiri, cu electrozi de depunere, **conform revendicării 2, realizate prin tehnica depunerii electrice prin scânteiere, caracterizat prin aceea că, acoperirile sunt realizate prin depuneri succesive de material, utilizând următorii parametrii de depunere: capacitanță 20 µF, tensiune electrică 100 V, frecvență 200 Hz în atmosferă protectoare de gaz argon cu debit 3 l/min.**

GEMĂGĂU EGENA - LAURENȚIU MANEA CIPRIAN-ALEXANDRU ALEXANDIN JEPMEANU
