

PN19310101- Materiale compozite inovative implicand utilizarea tehnicilor de iradiere cu radiații ionizante

OS1 al proiectului nucleu 19310101 a constatat în obținerea prin sinteză radiochimică a unor nanocompozite polimerice cu NpAg. Obiectivele specifice au constatat în obținerea de modele experimentale de nanocompozite polimerice cu NpAg și în **2 modele experimentale optimizate** de nanocompozite polimerice cu NpAg radiosintetizate.

Într-o primă etapă s-au realizat experimente preliminare de sinteză a unor nanocompozite polimerice formate din diferite matrici polimerice (PVP, EVA, PP) și nanoparticule de argint sintetizate radiochimic. Astfel, au fost obținute **4 ME** de hidrogel pe bază de **PVP cu NpAg**, **1 ME** de nanocompozit pe bază de **PP/NpAg** și **2 ME** de nanocompozit pe bază de **EVA/NpAg**. Materialele obținute au fost caracterizate din punct de vedere fizico-chimic prin diferite tehnici de analiză (UV-Vis, SEM) și din punct de vedere al eficienței antimicrobiene, studiindu-se și influența matricei polimerice și a concentrației de NpAg asupra proprietăților materialului rezultat: dispersie, procesabilitate, doza de iradiere și proprietăți antimicrobiene. De asemenea, a fost realizată o sinteză sumară a datelor de literatură privind aspecte generale legate de metodele de sinteză și de caracterizare a nanocompozitelor polimerice cu nanoparticule metalice.

Sinteza unor compozite cu structură de hidrogel pe bază de PVP și diferite concentrații de NpAg

Iradiarea la o doză de 50 kGy a unor soluții de PVP în concentrație de 15%, cu mase moleculare diferite, împreună cu o soluție de precursori de ioni de Ag (în concentrații de 50 și 100 ppm) a condus la obținerea unor nanocompozite pe bază de PVP/NpAg cu structură de hidrogel (Fig. 1.1). Modificarea de culoare și analiza de UV-Vis au confirmat formarea de NpAg în matricea de PVP (Fig. 1.2-1.3). Nanoparticulele formate de formă sferică au prezentat eficiență ridicată la expunerea la 4 specii de fungi, eficiența crescând cu creșterea concentrației de ioni de Ag.

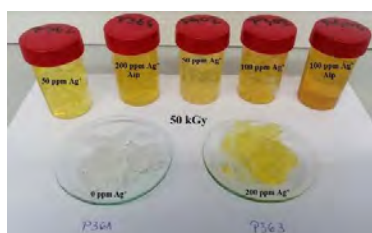


Fig. 1.1 – Nanocompozite pe bază de PVP/NpAg, cu structură de hidrogel, iradiate la 50 kGy

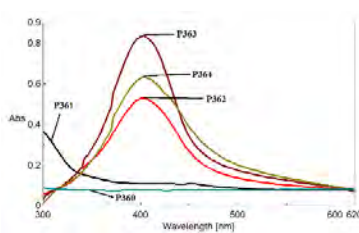


Fig. 1.2 – Spectre de absorbție în UV-Vis ale probelor cu PVP cu masa moleculară de 360000 g/mol

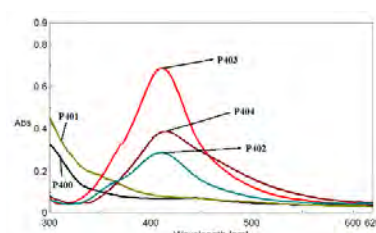


Fig. 1.3 – Spectre de absorbție în UV-Vis ale probelor cu PVP cu masa moleculară de 40000 g/mol

Sinteza unor nanocompozite cu matrice de polipropilenă (PP)/Np Ag

Pentru obținerea de nanocompozite pe bază de PP/NpAg, granule de PP au fost iradiate la 50 kGy într-o soluție apoasă formată din 400 ppm Ag⁺/1%PVP/4% alcool izopropilic (Fig. 1.4). După iradiere, granulele de PP acoperite cu o peliculă de PVP cu NpAg au fost spălate și presate la 180 °C, timp de 10 minute. Formarea de nanoparticule de argint în soluția iradiată dar și în filmul polimeric a fost evidențiată prin spectroscopie de UV-Vis (Fig. 1.5).

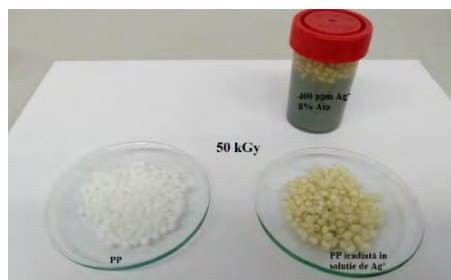


Fig. 1.4 – Sinteza de nanocompozit PP/Np Ag+

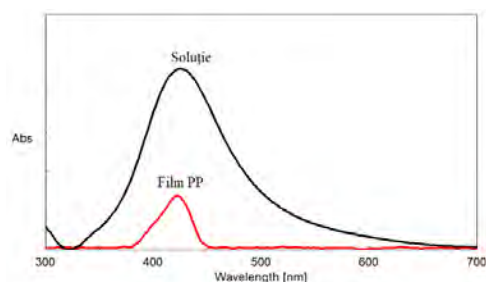


Fig. 1.5 – Spectrul UV-Vis al soluției de 1%PVP/400 ppm Ag+ iradiată la 50 kGy și al filmului de PP iradiat în această soluție

Sinteza unor nanocompozite cu matrice de copolimer EVA/Np Ag

Nanocompozitele pe bază de EVA și nanoparticule de argint au fost obținute prin amestecarea mecanică (Fig. 1.6) la temperatura camerei a 3 gr. de pudră de EVA cu 3 ml de soluție de nanoparticule de argint obținute sintetizate radiochimic. După amestecare, probele au fost presate într-o presa de laborator, la 140 °C, timp de 10 minute, fiind obținute filme cu grosimea de 0,3 mm. Filmele obținute au fost caracterizate de un grad de neomogenitate ridicat, cauzat fie de procedura de amestecare mecanică, fie de concentrația mare de PVP folosită ca agent de acoperire a NpAg. În acest caz, este indicată folosirea amestecării în topitură în echipamente de tip extruder. Totuși, spectroscopia de UV-Vis a evidențiat introducerea de nanoparticule în structura filmului de EVA (Fig. 1.7)

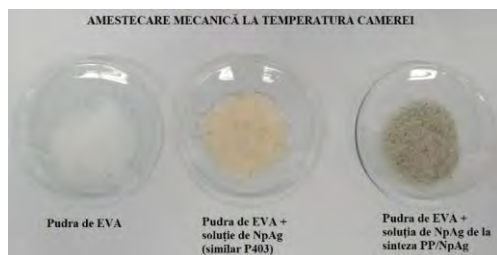


Fig. 1.6 – Sinteza de nanocompozit pe bază de EVA/NpAg

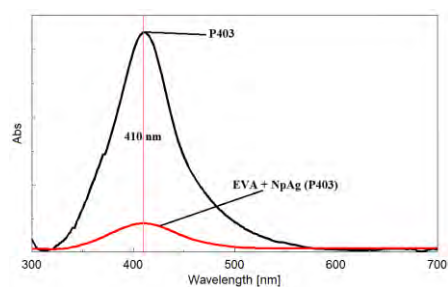


Fig. 1.7 – Spectre UV-Vis obținute pe nanocompozitele de EVA/soluție NpAg

În a doua etapă a OS1 s-au realizat experimente de obținere și optimizare a unor nanocompozite polimerice formate din diferite matrici polimerice (PVP, chitosan și HDPE) și nanoparticule de argint, prin procesare radiochimică. Materialele obținute au fost caracterizate din punct de vedere fizico-chimic prin diferite tehnici de analiză (UV-Vis, SEM) și din punct de vedere al eficienței antimicrobiene, studiindu-se și influența matricei polimerice și a concentrației de NpAg asupra proprietăților materialului rezultat: dispersie, procesabilitate, doza de iradiere și proprietățile antimicrobiene.

- **Nanocompozite de AgNp/chitosan, sintetizate radiochimic**

Aceste materiale au fost obținute prin iradierea unor soluții de chitosan (CTS) în prezența ionilor de Ag, fiind studiată influența parametrilor de sinteză (concentrația de CTS și Ag^+ , pH-ul soluției) asupra caracteristicilor optice (maxime de absorbție în UV-Vis cuprinse între 406-414 nm, în funcție de compoziție și pH, Fig. 1.8), morfologice (forme sferice (Fig. 1.9) cu dimensiuni între 3 și 9 la pH =6,8, respectiv 10-25 nm la pH=3.8), și biologice (activitate antibacteriană asupra *S. aureus* și *E. coli* (Fig. 1.10)) ale NpAg sintetizate.

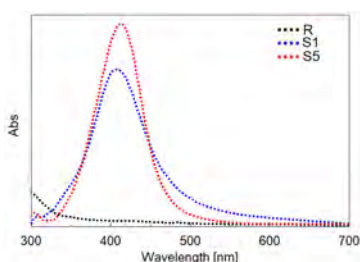


Fig. 1.8 - Spectre de absorbție în UV-Vis

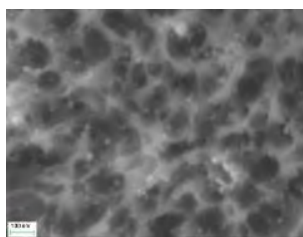


Fig. 1.9 - Micrografia SEM

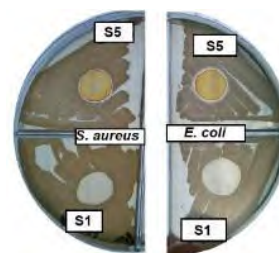


Fig. 1.10 - Activitate antibacteriană

Valoarea pH-ului soluției are o influență directă asupra dimensiunilor de NpAg sintetizate (mai mici la pH mare), deci implicit și asupra proprietăților antimicrobiene ale compozitelor obținute (cu cât dimensiunea Np este mai mică cu atât eficiența bactericidă este mai pronunțată).

- **Nanocompozite Ag/polimer cu structură de hidrogel, sintetizate radiochimic**

În etapa anterioară au fost realizate experimente preliminare de obținere a unor hidrogeluri pe bază de PVP și NpAg prin iradiere. A fost evidențiată formarea structurii 3D de hidrogel și formarea nanoparticulelor de argint, însă hidrogelurile formate prezentau proprietăți mecanice slabe. În aceasta etapă s-a realizat optimizarea acestor materiale prin utilizarea unor compuși (Chitosan, anhidridă maleică) alături de PVP care să conducă la obținerea de hidrogeluri cu capacitate mare de absorbție, cu proprietăți mecanice superioare.

Hidrogelurile au fost obținute prin sinteză radiochimică prin iradierea unei soluții de PVP în prezența unor diferiți agenți de compatibilizare (CTS, Anhidridă maleică), stabilizare (CTS, BHT) și captare radicali hidroxil (CTS, BHT). Toate materialele obținute (Fig. 1.11), au prezentat maxime de absorbție SPR cuprinse între 408-436 nm, specifice NpAg (Fig. 1.12), o capacitate ridicată de absorbție de până la 2000 % (Fig. 1.13) și activitate antimicrobiană asupra *S. aureus* și *E. coli*.

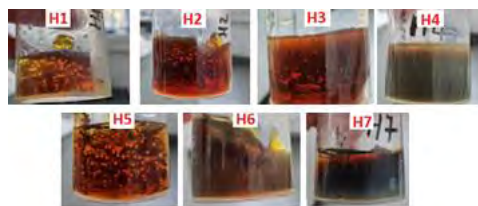


Fig. 1.11 - Hidrogeluri pe bază de PVP și NpAg sintetizate radiochimic

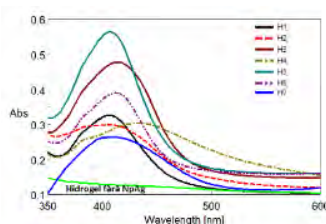


Fig. 1.12 - Spectre de absorbție în UV-Vis

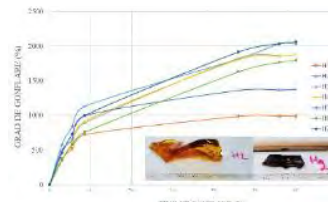


Fig. 1.13 - Gradul de gonflare maxim al hidrogelurilor radiosintetizate.

Având în vedere rezultatele obținute, aceste hidrogeluri cu nanoparticule de argint prezintă un potențial mare de utilizare în domeniul biomedical, în special ca pansamente antimicrobiene, deoarece pot furniza o capacitate ridicată de a menține un mediu umed propice procesului de vindecare, simultan cu absorbția excesului de exudat al răni; capacitate de a acționa ca o barieră pentru microorganisme furnizând un mediu antibacterian; este biocompatibil; preț scăzut de producție.

- **Nanocompozite AgNp/HDPE, sintetizate radiochimic**

Nanocompozitele pe bază de HDPE și AgNp au fost obținute prin intermediul radiațiilor ionizante folosind diferiți agenți de compatibilizare, stabilizare și captori de radicali liberi.

Modificarea de culoare (Fig. 1.14) și spectrele de absorbție cu maxime caracteristice Np Ag (Fig. 1.15) au evidențiat formarea NpAg în structura polimerului.



Fig. 1.14 - Exemplu tipic de nanocompozit HDPE/NpAg

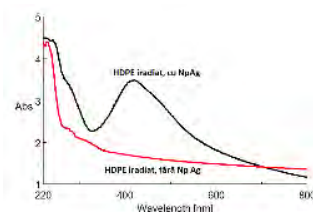


Fig. 1.15 Spectru de absorbție în UV-Vis tipic nanocompozitelor obținute

OS2 al proiectului nucleu 19310101 a avut ca obiectiv realizarea unei **Tehnologii de laborator pentru obținerea materialului compozit-rezistent cu autoreglare termică**, capabilă să asigure obținerea reproductibilă a unor materialele compozite-rezistență cu autoreglare termică. Totodată, sunt prezentate diferite posibilități alternative (variante) de realizare a unor anumite operații, precum și posibilitățile de utilizare a unor polimeri termoplastici diferiți, dovedind astfel versatilitatea tehnologiei.

Tehnologia realizată cuprinde următoarele etape și operațiuni majore:

a) **Dozarea materiilor prime și pre-amestecarea în stare uscată.** Dozarea materiilor prime se face în funcție de mărimea unei șarje (0,5-3 kg); dozarea materialului polimeric și a șarjei carbonice (în proporție de 5 - 15 %) se face pe o balanță de laborator cu un interval de precizie adecvat; dozarea antioxidanților se efectuează de obicei pe o balanță analitică, cantitățile necesare fiind mici. Pentru o omogenizare eficientă în extruder, pre-amestecarea componentelor este esențială și poate fi realizată în două moduri: manual sau într-o moară verticală (forfecare mecanică) urmată de sitare.

b) **Amestecarea la cald, în topitură,** este realizată pe un extruder de laborator cu 2 șnecuri în co-rotăție tip Brabender. Pentru obținerea unui grad ridicat de omogenitate sunt necesare 2-3 treceri succesive prin extruder a materialului compozit. Dacă materialul polimeric este sub formă de peleți, aceștia se amestecă cu o cantitate de ulei mineral (max. 10%) pentru a facilita depunerea uniformă a materialului carbonic pulverulent, urmată de procesul extrudare și peletizarea materialului compozit.

c) Formarea la cald a reperelor. Reprezintă operația prin care peleții de material compozit obținuți prin amestecare în topitură sunt transformați în diferite repere - filme, plăci, fire, cabluri etc. și poate fi realizată prin injecție, prin presare la cald sau prin extrudare.

d) Reticularea radioindusă. Iradierea are ca scop principal crearea unei rețele polimerice tridimensionale (reticulare), proces care stabilizează domeniile cristaline, asigură reproductibilitatea pe termen lung a efectului PTC prin stabilizarea traseelor conductoare și asigură stabilitatea termo-dimensională a reperului, prevenind curgerea sau deformarea la temperaturi ridicate, în apropierea temperaturii de topire a matricei polimerice. Doza de iradiere necesară pentru generarea unei rețele 3D este cuprinsă între 100-250 kGy. După încetarea iradierii, o parte a radicalilor liberi radio-induși pot rămâne trapați în matricea polimerică. Aceștia pot fi eliminați prin tratare termică la o temperatură apropiată de temperatura de topire a polimerului timp de cca. 1/2h.

Tehnologia descrisă mai sus a fost aplicată experimental pentru diferite tipuri de matrice polimerice și recepturi, atât în varianta amestecării la cald în topitură cât și a formării directe a reperelor după amestecarea în fază solidă.

OS3 al proiectului nucleu 19310101 a constatat în **obținerea de ME de material compozit cu matricea polimerică din LDPE utilizând ca umpluturi diferite tipuri de pulberi de $\text{Ni}_x\text{Ag}_{(1-x)}\text{Fe}_2\text{O}_4$ în concentrații de 5, 10 și 15%, în Caracterizarea din punct de vedere fizico-chimic (SEM, UVVIS, rezistență la acțiunea radiațiilor ionizante, XRD), a proprietăților mecanice, electrice și electromagnetice a ME de materiale compozite obținute și diseminare informații**

Într-un prim set de experimente au fost obținute modele experimentale de material compozit folosind ca materii prime: granule de LDPE și ferite sub formă de pulberi, iar al doilea set, modele experimentale folosind ca materii prime granule de LDPE+3%PANSA la care au fost adăugate pulberi de ferite. PANSA a fost adăugat în vederea creșterii conductivității electrice a compozitului. Pulberile de ferită în procent masic de 15% (wt. %) sunt utilizate ca umplutură funcțională cu rol primar de atenuare electromagnetică.

Eficiența atenuării electromagnetice prin cele 3 mecanisme specifice este strâns legată de mai mulți factori: 1) de cantitatea de umplutură utilizată; 2) mărimea particulelor utilizate; 3) proprietățile magnetice și electrice a umpluturii funcționale.

În urma re-studierii literaturii de specialitate în domeniul utilizării feritelor ca umplutură funcțională pentru aplicații de atenuare electromagnetică am ajuns la concluzia că la cantități masice mai mici de 15% efectele de atenuare sunt în general obținute în jurul valorii de 20 dB. Din aceste motive a fost reconsiderat planul inițial de sintetizare a trei compoziții, respectiv de 5, 10 și 15% și am sintetizat doar un compozit cu 15% umplutură. Un al motiv important a fost acela de a proteja aparatura de laborator deoarece pulberile feritice sunt foarte agresive pentru șnecurile echipamentelor de procesare a materialelor plastice și totodată dacă pentru o concentrație de 15% în pulberi feritice am obținut o eficiență a ecranării de max 30 dB, pentru concentrații mai mici în pulberi feritice, respectiv 5 și 10%, eficiența ecranării ar fi fost mai mică.

În cea de a doua etapă, în cadrul OS3 au fost **obținute 3 ME noi de materiale compozite** utilizând materii prime sub formă de pulbere pentru o mai bună omogenizare și **caracterizate din punct de vedere morfostructural (SEM și XRD)**, precum și din punct de vedere al comportării la radiații prin spectroscopie în UV-VIS, determinarea rezistenței la umiditate, a proprietăților mecanice, dielectrice și electromagnetice.

Caracterizarea morfostructurală (SEM- EDX, XRD) evidențiază o distribuție omogenă a particulelor în jurul valorii de 30-40 nm, precum și faptul că ferita de argint, cu formula nestoeochimetrică deficitara în Ag, este formată din oxizi de fier și argint

Caracterizarea rezistenței la radiații ionizante a fost studiată prin spectroscopie UV-Vis, spectrele obținute indică faptul că prin iradierea la 150 kGy a materialelor apare o degradare indusă radiochimic, care se traduce prin creșterea absorbției spectrelor. În concluzie, aditivul introdus are un efect pozitiv-diferența de absorbție fiind mai mică pentru probele iradiate, comparativ cu cele neiradiate.

Caracterizarea ME iradiate **la umiditate și proprietăți dielectrice** a constatat în expunerea modelelor experimentale M1-M4 la radiații gama, la doze de iradiere: 20, 40, 60, 80, 110 și 150 kGy. Din rezultatele experimentale am calculat conductivitatea electrică și am comparat rezultatele în funcție de aceasta. Astfel, s-a constatat că prin iradiere, chiar și la o doză mică de 20 kGy, conductivitatea electrică a materialelor compozite scade față de conductivitatea electrică a materialelor compozite neiradiate. Materialul compozit căruiua îi scade cel mai puțin conductivitatea electrică, comparativ cu celelalte materiale compozite studiate, indiferent de doză aplicată, este M3. Acest lucru ne indică faptul că **adăugarea de PANSA în compoziția polimerului, prin iradiere afectează în mod negativ conductivitatea electrică.**

În cazul materialelor P1, P2 și P3 se poate spune că adăugarea în matricea polimerică a unui procent de 50% pulbere de $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Ag}$ conductivitatea electrică crește cu 2 ordine de mărime. În cazul materialului P3 se constată o creștere a conductivității cu 8 ordine de mărime față de conductivitatea materialului natur P1.

În urma analizelor realizate pentru determinarea **gradului de gonflare în apă a materialelor compozite** obținute se poate spune ca materialele studiate sunt rezistente la acțiunea apei. Se poate face o clasificare din punct de vedere al gradului de gonflare al acestor materiale compozite astfel: $Q_{M4} > Q_{M3} > Q_{M2} > Q_{M1}$. Cel mai higroscopic material dintre cele analizate este M4 care conține un aditiv higroscopic - PANSA. În urma rezultatelor obținute în urma acestor teste s-au ales că varianta optimă – respectiv varianta care absoarbe cea mai mica cantitate de apă – este modelul experimental **LDPE + 15% $\text{NiFe}_2\text{O}_4/\text{Ag}$ (M3)**.

În urma testelor de determinare a **eficienței ecranării electromagnetice** realizate pe materialele P1, P2 și P3 se constată că pentru materialul P3 se obține o valoare foarte bună pentru eficiența ecranării, respectiv 80 dB, totuși materialul este friabil și va trebui să eliminăm acest dezavantaj, prin introducerea în compoziție a unui elastomer.

Rezultate obținute în cadrul proiectului PN19310101:

- 9 ME nanocompozite polimerice/Np Ag; 6 MF de Np Cu și pe bază de Cu;
- 1 Tehnologie de laborator pentru obținerea materialului compozit-rezistentă cu autoreglare termică
- 2 ME LDPE/ ferite de Ni și Ag pulberi NiFe_2O_4 ;
- 1 Raport de experimentare - Caracterizarea din punct de vedere fizico-chimic (SEM, UVVIS, rezistența la acțiunea radiațiilor ionizante, XRD), a proprietăților mecanice, electrice și electromagnetice a ME de materiale compozite obținute;
- 1 lucrare ISI
- 2 lucrări ISI în curs de publicare la Mat Plastice

PN 19310102 - Materiale metalice și compozite micro/nanostructurate avansate cu proprietăți performante pentru aplicații practice în domenii prioritare

În cadrul **Activității 1.1/Obiectivul Științific OS1** a fost demonstrată funcționalitatea a 3 ME de ținte de pulverizare pe bază de Ti, TiAl și TiAlSi, prezentate în tabelul de mai jos, care au fost selectate din punct de vedere al caracteristicilor tehnice performante și testate în condiții reale într-o instalație de pulverizare cu magnetron în vid.

Caracteristicile tehnice ale țintelor de pulverizare (TP) realizate prin procedeul de sinterizare în plasmă de scânteie (SPS) din pulbere de Ti și pulberi compozite pe bază de Ti-Al 75-25 % at. (84,18-15,82 % grav.) și Ti-Al-Si 75-25-5 % at. (80,44-16,19-3,37 % grav.)

Caracteristica tehnică	TP din Ti	TP din Ti-Al 75-25 % at. (ME1-TP)	TP din Ti-Al-Si 75-25-5 % at. (ME4-TP)
Densitate [g/cm^3]	$4,379 \pm 0,001$	$4,127 \pm 0,003$	$4,093 \pm 0,003$
Rezistivitate electrică [$\Omega \cdot \text{m}$]	$0,68 \times 10^{-6}$	$2,20 \times 10^{-6}$	$3,14 \times 10^{-6}$
Conductivitate electrică [MS/m]	1,47	0,45	0,32
Conductivitate termică la 25°C [$\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$]	$18,38 \pm 0,14$	$19,46 \pm 0,19$	$11,93 \pm 0,13$
Duritate indentată, H_{IT} [GPa]	$2,77 \pm 0,08$	$7,21 \pm 0,54$	$7,88 \pm 0,64$
Duritate Vickers HV0.02/10	256 ± 7	667 ± 50	730 ± 59
Duritate Martens, HM [GPa]	$2,19 \pm 0,05$	$4,85 \pm 0,33$	$5,37 \pm 0,35$
Modulul lui Young, E_{IT} [GPa]	117 ± 6	140 ± 11	163 ± 6

Țintele de pulverizare selectate au fost verificate din punct de vedere funcțional, prin depunerea de acoperiri dure antiuzură cu compoziție complexă ternară (TiAlN) și cuaternară (TiAlSiN) depuse sub formă de straturi subțiri pe substrat de oțel marca C120 sau pe straturi subțiri intermediare din TiN depuse pe substrat de oțel C120 printr-un proces de depunere fizică din stare de vapori prin pulverizare catodică reactivă în sistem magnetron. În acest scop, a fost utilizată o instalație de depunere straturi subțiri în vid (Bestec, Germania) configurată cu două sisteme magnetron și dotată cu un sistem de monitorizare rată de depunere și grosime strat depus.

În urma testelor s-a constatat că toate țintele de pulverizare au funcționat corespunzător. Țintele de pulverizare din Ti și TiAl nu au prezentat defecte (fisuri, crăpături), în timp ce ținta de pulverizare din TiAlSi a prezentat o fisură după utilizarea în instalația de depunere în vid. De asemenea, se remarcă faptul că smulgerea materialului de depunere din țintele de pulverizare a fost uniformă.



(a)

(b)

(c)

Aspectul țintelor de pulverizare pe bază de (a) Ti, (b) Ti-Al 75-25 % at. și (c) Ti-Al-Si 75-25-5 % at. testate funcțional într-o instalație de depunere straturi subțiri în vid pentru realizarea de acoperiri dure antiuzură.

În cadrul **Activității 1.2/ Obiectivul Stiintific OS1**, prin pulverizarea cu magnetron în DC a țintelor de pulverizare din Ti, Ti-Al 75-25 % at. (ME1-TP) și Ti-Al-Si 75-25-5 % at. (ME4-TP) au fost obținute **6 ME de acoperiri nanostructurate (AN)**, din care **3 ME de acoperiri ternare pe bază de TiAlN și TiAlN/TiN și 3 ME de acoperiri cuaternare pe bază de TiAlSiN și TiAlSiN/TiN depuse pe substrat de oțel C120**, demonstrându-se astfel funcționalitatea țintelor de pulverizare din Ti, TiAlN și TiAlSiN elaborate în cadrul proiectului.

Toate acoperirile realizate prin pulverizare cu magnetron în DC au fost uniforme, fără incluziuni străine și au avut aderență bună pe substrat, confirmându-se faptul că parametrii de depunere acoperiri de tip straturi subțiri cu grosime de 100...800 nm au fost selectați corespunzător.

ME de acoperiri nanostructurate ternare și cuaternare depuse pe substrat din oțel C120.

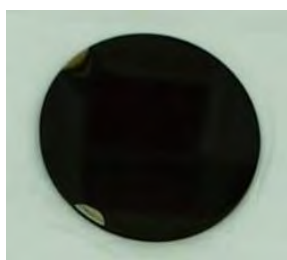
Cod ME	Material acoperire/oțel C120	Grosime acoperire [nm]
ME1-AN	TiAlN/oțel	800
ME2-AN	TiAlN/TiN/oțel	800 / 100
ME3-AN	TiAlN/TiN/oțel	800 / 200
ME4-AN	TiAlSiN/oțel	800
ME5-AN	TiAlSiN/TiN/oțel	800 / 100
ME6-AN	TiAlSiN/TiN/oțel	800 / 200



(a)

(b)

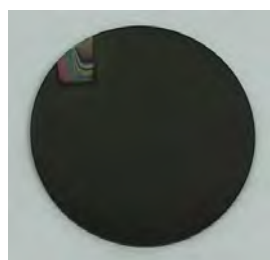
(c)



(d)



(e)

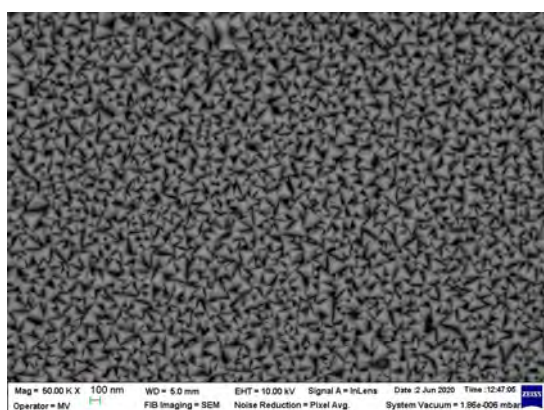


(f)

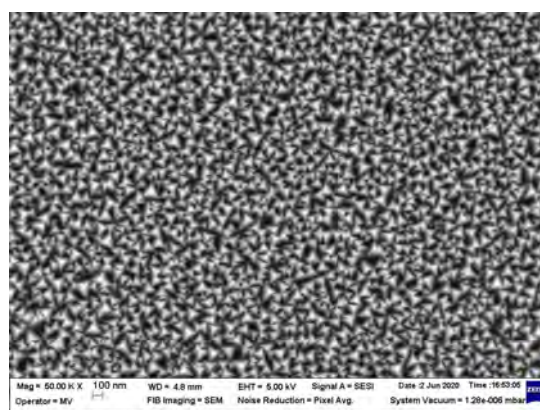
**Acoperiri nanostructurate ternare și cuaternare depuse pe oțel C120:
(a) ME1-AN, (b) ME2-AN, (c) ME3-AN, (d) ME4-AN, (e) ME5-AN, (f) ME6-AN.**

ME de acoperiri nanostructurate ternare și cuaternare depuse pe oțel C120 au fost caracterizate comparativ cu substratul din oțel C120 prin analize SEM, XRD, teste mecanice de nanoindentare (determinare duritate indentată (H_{IT}), duritate Vickers HV, modul de elasticitate (E_{IT}), rigiditate de contact elastic (S)), teste de microzgariere (determinare forțe critice (L_c)) și teste tribologice (determinare coeficientul de frecare la alunecare și viteza specifica de uzură).

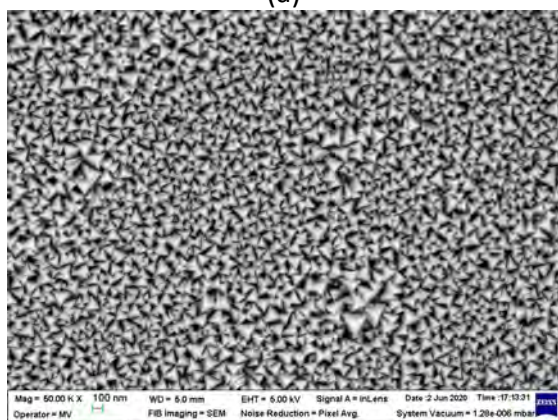
Investigațiile realizate prin microscopie electronică SEM și maparea chimică pe elemente au evidențiat prezența Ti, Al, N și O în acoperirile nanostructurate pe bază de TiAlN. În plus, în acoperirile nanostructurate pe bază de TiAlSiN a mai fost identificat Si. Analizele SEM confirmă uniformitatea și omogenitatea depunerilor realizate, cu granulație nanometrică a particulelor depuse sub formă piramidală. Straturile intermediare de TiN au contribuit la realizarea de straturi subțiri mai compacte, comparativ cu acoperirile depuse fără strat intermediar de TiN.



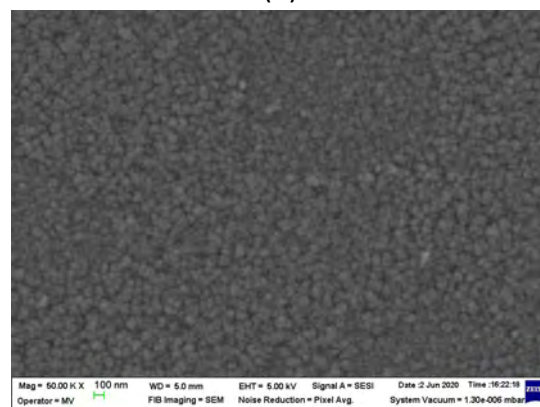
(a)



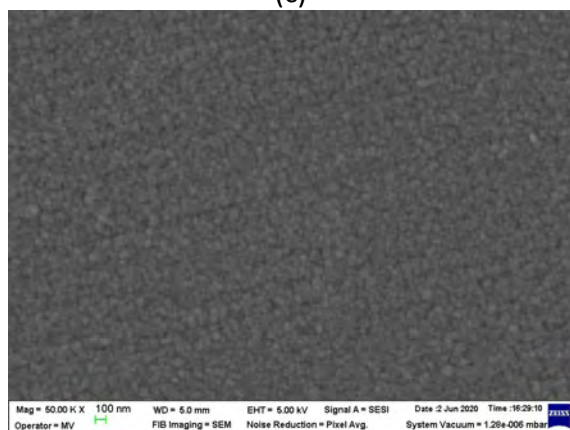
(b)



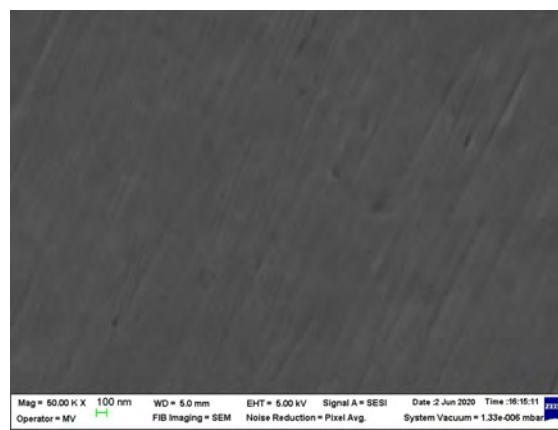
(c)



(d)



(e)



(f)

Imagini SEM pentru ME de acoperire de (a) TiAlN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel (cod ME2-AN), (b) TiAlN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel (cod ME3-AN), (c) TiAlSiN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel

(cod ME6-AN), (d) ME de acoperire de TiN (100 nm)/oțel, (e) ME de acoperire de TiN (200 nm)/oțel, (f) substrat din oțel C120 (magnificație de 50000 X).

Raportul H_{IT}/E_{IT} este un indicator al rezistenței la uzură a stratului subțire depus. Valori mai ridicate ale acestui raport, adică o combinație între duritatea mare și modulul de elasticitate scăzut indică rezistența sporită la rupere a stratului de acoperire. În plus, raportul H_{IT}^2/E_{IT}^2 oferă informații despre elasticitatea materialelor și anume capacitatea lor de a absorbi elastic energia fără a ceda. Mai mult decât atât, raportul H_{IT}^3/E_{IT}^2 este un indicator privind rezistența materialului la deformarea plastică. Valori scăzute ale acestui raport indică o rezistență slabă la deformarea plastică. Analizând rezultatele obținute în urma nanoindentării se constata faptul ca probele ME1-AN, ME4-AN, ME2-AN și ME5-AN au un comportament mecanic superior fata de probele ME3-AN și ME6-AN. Testele de indentare instrumentată ale acoperirilor pe bază de TiAlN și TiAlSiN realizate au relevat obținerea de straturi dure, cu valori ale durității indentate (H_{IT}) de $(5,04 \pm 0,14) \dots (8,33 \pm 0,70)$ GPa, durității Vickers de $(466 \pm 13) \dots (771 \pm 65)$ și modulului lui Young de $(109 \pm 2) \dots (184 \pm 1)$ GPa. Valorile durității acoperirilor sunt superioare valorilor durității substratului din oțel C120, care are duritatea indentată (H_{IT}) de 4.15 ± 0.09 GPa și duritatea Vickers de 384 ± 8 . În schimb, modulul lui Young al substratului din oțel C120 este de 196 ± 14 , fiind mai mare decât cel al acoperirilor realizate. Aceste rezultate dovedesc rolul benefic al acoperirilor în îmbunătățirea proprietăților mecanice ale substratului din oțel C120. Duritatea acoperirilor nanostructurate pe bază de TiAlN și TiAlSiN a crescut în seria: ME3-AN, ME6-AN, ME5-AN, ME2-AN, ME4-AN, ME1-AN.

Proprietățile mecanice ale ME de acoperiri nanostructurate/oțel și ale substratului din oțel C120 determinate prin teste de nanoindentare instrumentată și metoda Oliver & Pharr / Martens.

Proba de acoperire/oțel (cod probă)	H_{IT} (GPa)	HV	HM (GPa)	E_{IT} (GPa)	H_{IT}/E_{IT}	H_{IT}^2/E_{IT}^2	H_{IT}^3/E_{IT}^2
TiAlN (800 nm)/oțel (cod ME1-AN)	8.33 ± 0.70	771 ± 65	5.66 ± 0.34	184 ± 1	0.0453	0.0020	0.0171
TiAlN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel (cod ME2-AN)	7.02 ± 0.30	650 ± 27	4.78 ± 0.19	152 ± 7	0.0462	0.0021	0.0150
TiAlN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel (cod ME3-AN)	5.04 ± 0.14	466 ± 13	3.50 ± 0.08	114 ± 5	0.0442	0.0020	0.0099
TiAlSiN (800 nm)/oțel (cod ME4-AN)	8.04 ± 0.52	744 ± 48	5.45 ± 0.21	172 ± 8	0.0467	0.0022	0.0176
TiAlSiN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel (cod ME5-AN)	5.52 ± 0.09	512 ± 9	3.69 ± 0.07	109 ± 2	0.0506	0.0026	0.0142
TiAlSiN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel (cod ME6-AN)	5.44 ± 0.20	504 ± 19	3.81 ± 0.24	132 ± 11	0.0412	0.0017	0.0092
oțel C120	4.15 ± 0.09	384 ± 8	3.31 ± 0.07	196 ± 14	0.0212	0.0004	0.0019

Rezultatele testelor de microzgâriere ale ME de acoperiri nanostructurate/oțel C120.

Material acoperire/oțel	Cod probă	Forțe critice optice			Lățimea urmei de uzură la capătul distanței de zgâriere, Δy [μm]
		Lc1 [N]	Lc2 [N]	Lc3 [N]	
TiAlN (800 nm)/oțel	ME1-AN	4,71	13,20	18,06	111,29
TiAlN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel	ME2-AN	4,54	11,31	16,28	115,78
TiAlN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel	ME3-AN	2,71	5,58	9,84	203,83
TiAlSiN (800 nm)/oțel	ME4-AN	3,63	6,13	9,20	176,11
TiAlSiN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel	ME5-AN	4,21	12,28	17,35	107,62
TiAlSiN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel	ME6-AN	4,14	10,23	15,20	108,03
TiN (100 nm)/oțel	-	3,99	8,42	11,25	194,86
TiN (200 nm)/oțel	-	3,21	7,64	11,04	192,01

Testele de microzgâriere ale acoperirilor pe bază de TiAlN și TiAlSiN realizate au relevat o rezistență la zgâriere superioară în cazul ME de TiAlN (ME1-AN și ME2-AN) și TiAlSiN (ME5-AN și ME6-AN).

Coeficientul de frecare al acoperirilor pe bază de TiAlN a variat în intervalul 0,42...0,52, în timp ce coeficientul de frecare al acoperirilor pe bază de TiAlSiN a variat în intervalul 0,45...0,48. Desprinderea acoperirilor de pe substratul din oțel, funcție de distanța de alunecare și durata de testare a avut loc în ordinea următoare: ME3-AN, ME6-AN, ME4-AN, ME1-AN, ME2-AN și ME5-AN. Coeficientul de frecare maxim și cel mediu al probelor de acoperiri/oțel testate este specific substratului din oțel C120.

Îndepărtarea materialului de pe raza de alunecare (urma de uzură circulară) a probelor a fost cauzată de bila de oțel 100Cr6 cu duritate HV10 de 838 ± 21 care a fost presată și menținută în timpul testării tribologice în contact cu o sarcină normală constantă de 5 N în proba de oțel acoperită sau de substrat de oțel, cu duritate mai mică. Astfel bila de oțel a acționat ca un indentor Brinell, care a zgâriat și a deformat mecanic suprafața mai moale a probelor testate, în combinație cu mișcarea tangențială, iar uzura abrazivă a avut loc cu urme circulare vizibile. Probele de acoperiri/oțel mai dure au avut pierderi mai mici de material decât probele de acoperiri/oțel mai puțin dure.

Toate probele testate tribologic au prezentat o deformare plastică ireversibilă pe suprafața testată datorită uzurii cauzate de particulele de uzură și de asperitățile dure ale suprafeței partenerului static (bila de oțel 100Cr6).

Valorile coeficientului de frecare și a vitezei specifice de uzură pentru probele testate tribologic la temperatură ambiantă ($F_n = 5 \text{ N}$, $V_{\text{liniară}} = 3 \text{ cm/s}$, $R = 6 \text{ mm}$, $L = 50 \text{ m}$, partener static bilă din oțel 100Cr6 cu diametrul de 6 mm).

Proba testată tribologic (cod probă)	Coeficient de frecare (μ)			Aria urmei de uzură [μm^2]	Viteza specifică de uzură [$\text{mm}^3/(\text{Nm})$]
	μ_{minim}	μ_{maxim}	$\mu_{\text{mediu}} \pm \text{std. dev.}$		
TiAlN (800 nm)/oțel (cod ME1-AN)	0,422	1,173	$1,071 \pm 0,134$	702,81 - 993,67	$(1,06-1,50) \times 10^{-4}$
TiAlN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel (cod ME2-AN)	0,380	1,114	$0,950 \pm 0,112$	1884,63 - 2005,02	$(2,84-3,02) \times 10^{-4}$
TiAlN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel (cod ME3-AN)	0,161	0,878	$0,786 \pm 0,095$	2596,89 - 2972,26	$(3,91-4,48) \times 10^{-4}$
TiAlSiN (800 nm)/oțel (cod ME4-AN)	0,460	1,062	$0,947 \pm 0,130$	1081,13 - 1207,22	$(1,63-1,82) \times 10^{-4}$
TiAlSiN (800 nm)/TiN (100 nm)/oțel (cod ME5-AN)	0,012	0,846	$0,712 \pm 0,152$	2273,52 - 2369,00	$(3,43-3,57) \times 10^{-4}$
TiAlSiN (800 nm)/TiN (200 nm)/oțel (cod ME6-AN)	0,407	1,156	$1,077 \pm 0,134$	3814,43 - 4157,89	$(5,75-6,27) \times 10^{-4}$
TiN (100 nm)/oțel	0,209	0,871	$0,655 \pm 0,193$	553,39 - 841,05	$(0,83-1,27) \times 10^{-4}$
TiN (200 nm)/oțel	0,384	1,027	$0,799 \pm 0,156$	1225,27 - 1237,39	$(1,85-1,87) \times 10^{-4}$
oțel C120	0,400	0,984	$0,885 \pm 0,056$	1030,85 - 1043,93	$(1,55-1,57) \times 10^{-4}$

Testele tribologice realizate pe probe de ME de acoperiri/oțel și de substrat din oțel C120, cu diametrul de 28 mm și înălțime de 1 mm, la temperatura camerei, sarcina normală de 5 N exercitată constant asupra probei testate, partener static bilă din oțel 100Cr6 (duritate Vickers HV10 de 838 ± 21 și modulul lui Young de 210 GPa) cu diametrul de 6 mm, viteza liniară constantă de 3 cm/s, raza de alunecare de 6 mm și distanța de alunecare de 50 m, au relevat valori ale coeficientului de frecare al acoperirilor pe bază de TiAlN în intervalul 0,42...0,52, iar cel al acoperirilor pe bază de TiAlSiN în intervalul 0,45...0,48. Viteza specifică de uzură a celor 6 ME de acoperiri realizate a variat în intervalul $(1,06-6,27) \times 10^{-4} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$, uzura crescând în seria: ME1-AN, ME4-AN, ME2-AN, ME5-AN, ME3-AN, ME6-AN. Probele ME1-AN, ME2-AN, ME4-AN și ME5-AN prezintă cele mai bune caracteristici mecanice și tribologice, fapt ce le recomandă pentru continuarea cercetărilor în vederea obținerii de acoperiri dure antiuzura optimizate.

Diseminarea rezultatelor proiectului pe scara largă/Obiectivul Științific OS1 s-a realizat prin publicarea unui articol științific într-o revistă indexată BDI: M.V. Lungu, An Insight into TiN, TiAlN and AlTiN Hard Coatings for Cutting Tools, Material Science Research India, ISSN Print: 0973-3469, Online: 2394-0565, Vol. 17, No. 2, Article Published online: 07 May 2020, <http://dx.doi.org/10.13005/msri/170202>, Available from: <https://bit.ly/2xM1Z64>

În cadrul **Activității 1.3/Obiectivul Științific OS2** au fost realizate și caracterizate modele experimentale optimizate de aliaj AlCoCrFeNi_2 (OS2).

Au fost obținute 3 MEO obținute prin sinterizare și 3 MEO obținute prin procedee clasice de topire-turnare urmate de laminare la rece și tratament termic de detensionare/revenire. MEO selectate din aliaje de tip EHEA pot fi considerate modele funcționale (MF) și anume: 3 MF sinterizare EHEA 1 EHEA2 și EHEA 3 și 2 MF obținute prin procedee de topire și anume: EHEA 2 și EHEA 3.



a) MEO sinterizate



b) MEO obținute prin procedee de topire & laminare și TT

MEO obținute prin sinterizare (a) și prin procedee de topire & laminare și tratament termic (b)

Compoziția chimică semicantitativă determinată prin spectroscopie de raze X dispersive în energie a MEO este prezentată în tabelul de mai jos.

Compoziția chimică semicantitativă (% masice)

Tip aliaj	Metoda de obținere	Ni	Co	Fe	Cr	Al	O
MEO EHEA 1	sinterizat	38.30	16.90	16.50	19.90	7.30	1.10
EHEA 1 Ref.		38.89	18.59	17.61	16.40	8.51	
MEO EHEA 2	sinterizat	51.40	0.00	20.70	18.80	8.80	1.00
EHEA 2 Ref.		48.26	0.00	21.87	20.36	9.51	
MEO EHEA 3	sinterizat	42.90	0.00	24.90	31.40	0.00	0.80
EHEA 3 Ref.		49.94	0.00	21.60	28.46		
MEO EHEA 1 S1	Turnat – Laminat și TT	43.40	18.10	16.30	14.40	7.30	
MEO EHEA 1 S2	Turnat – Laminat și TT	42.45	18.80	16.80	14.90	7.40	
EHEA 1 Ref.		38.89	18.59	17.61	16.40	8.51	
MEO EHEA 2	Turnat – Laminat și TT	51.30	0.00	21.90	19.80	7.70	
EHEA 2 Ref.		48.26	0.00	21.87	20.36	9.51	
MEO EHEA 3	Turnat – Laminat și TT	52.95	0.00	20.60	18.80	7.70	
EHEA 3 Ref.		49.94	0.00	21.60	20.11	8.35	

Din punct de vedere al compoziției chimice, analiza semicantitativă EDX evidențiază pentru MEO sinterizate abateri de la compoziția chimică inițială de 1- 3 % și impurificarea cu oxigen care are loc în timpul alierii mecanice datorită agentului de control de proces utilizat (gaz de petrol) sau provenită de la corpurile de măcinare și la manipularea pulberilor aliate. În cazul MEO obținute din topitură se remarcă lipsa impurificării cu oxigen datorată utilizării unor materii prime de puritate înaltă și abateri de la compoziția chimică inițială în marja a 5 %. Din punct de vedere al fazelor formate, aliajele EHEA 1 - EHEA 3 obținute prin sinterizare se prezintă sub forma unui amestec de două faze, una majoritară cfc și una minoritară cvc. De asemenea se remarcă formarea oxidului de crom (Cr_2O_3) și prezența cromului în formă reziduală, nereactiv.

În cazul MEO obținute din topitură analiza calitativă de faze a fost determinată pe epruvete prelevate din MEO laminate cât și din MEO laminate și tratate termic astfel încât să se furnizeze informații privind constituția de faze atât pe direcție paralelă de laminare, cât și perpendiculară la direcția de laminare.

Imaginile de difracție prezintă anumite particularități în funcție de direcție de laminare induse de texturarea materialului ca funcție de distribuție a orientărilor cristaline în probă. Pe direcție paralelă cu direcția de laminare se remarcă doar existența fazei FCC fază care asigură numărul maxim de plane de alunecare pe

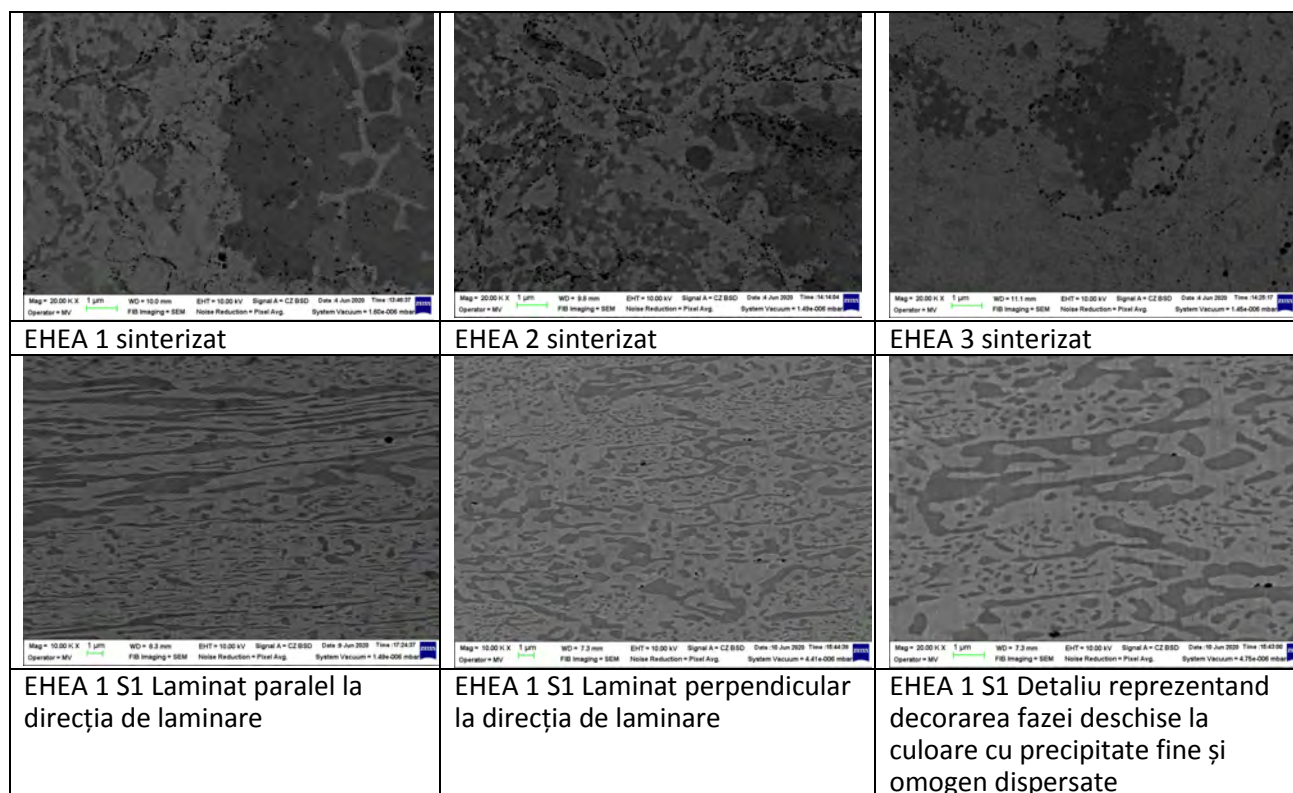
direcția 111, care permit curgerea materialului în timpul laminării. Pe direcție perpendiculară la direcția de laminare se evidențiază pe lângă faza majoritară FCC, existența fazei BCC dure și fragile, ca fază minoritară bogată în Fe și Cr. După tratamentul termic efectuat, se remarcă existența fazei FCC majoritare și a 2 faze BCC minoritare probabil o fază BCC de soluție solidă de Fe în Cr din care se separă o fază BCC ordonată de tip B2. Pentru toate tipurile de MEO sintetizate din topitură s-a remarcat existența texturării materialelor indusă de deformarea plastică severă a materialelor în timpul laminării la rece evidențiată de intensitatea mai mare a pickurilor de difracție în cazul probelor laminate față de cele tratate termic și de splitarea fazei minoritare CVC în două faze CVC, după efectuarea tratamentului termic.

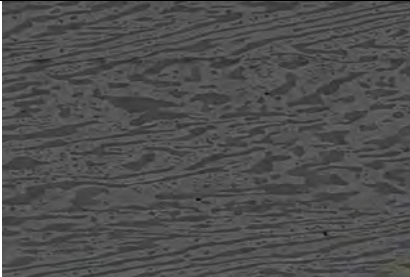
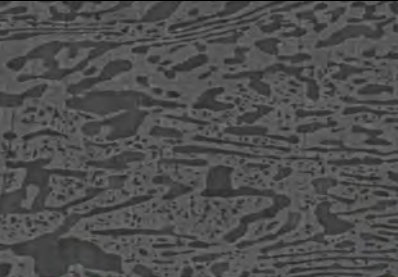
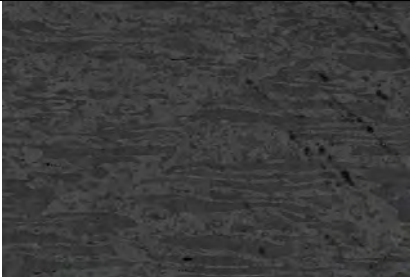
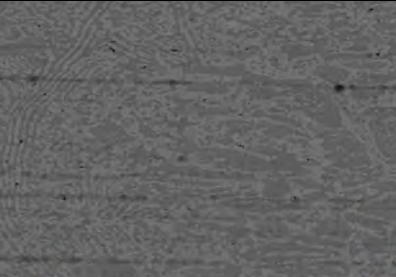
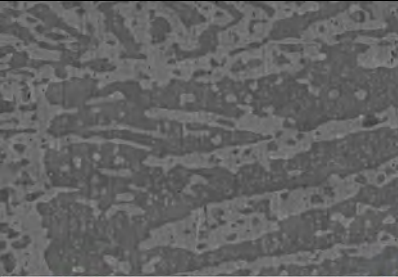
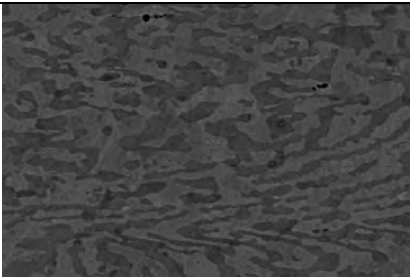
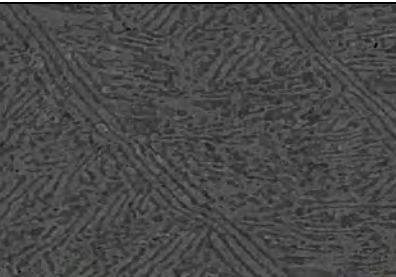
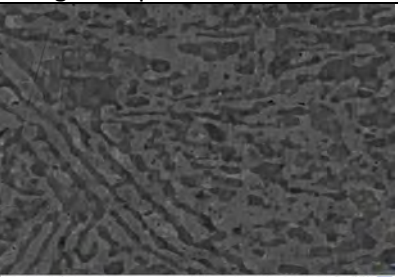
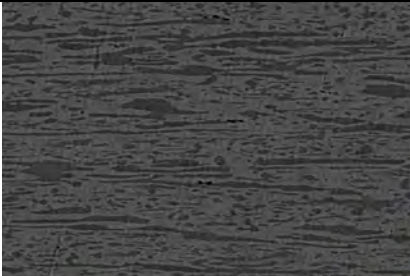
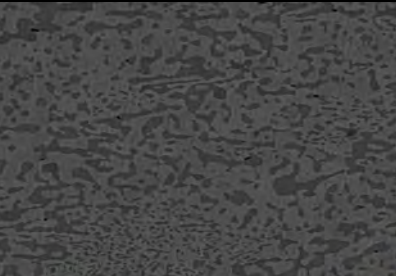
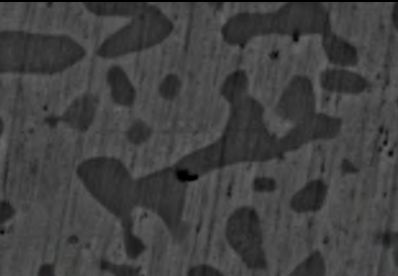
Analiza microstructurală efectuată pe MEO sinterizate a evidențiat pentru toate MEO realizate o structură formată din cel puțin două tipuri de grăunți evidențiați prin nuanțe de culoare diferite în care se află înglobate precipitate de culoare închisă de dimensiuni micronice și submicronice. Imaginile pun în evidență un număr relativ mic de pori, fapt ce justifică densificarea aproape completă a materialelor. Nu s-a evidențiat apariția fazei lichide, sugerând ca sinterizarea materialelor s-a realizat în absența fazei lichide, numai prin mecanisme de difuzie. Toate MEO de aliaje EHEA sinterizate prezintă o structură compozită formată din două tipuri de grăunți evidențiați prin nuanțe de culoare, decorați la limită de fază/grăunțe de precipitate de culoare mai închisă de dimensiuni nanometrice.

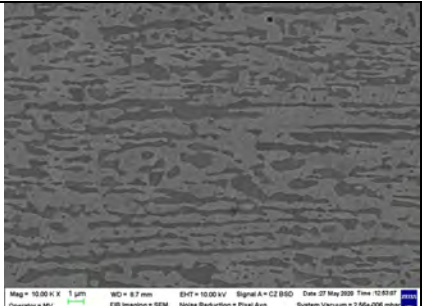
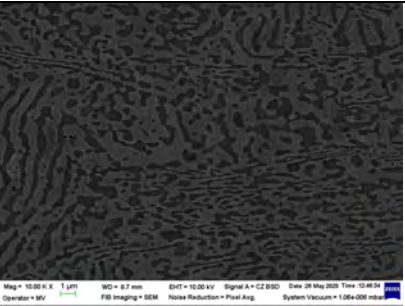
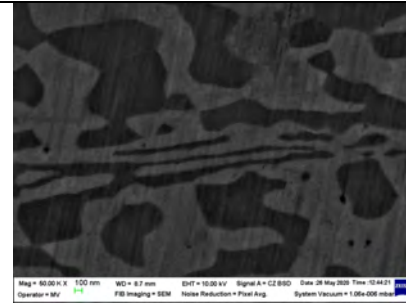
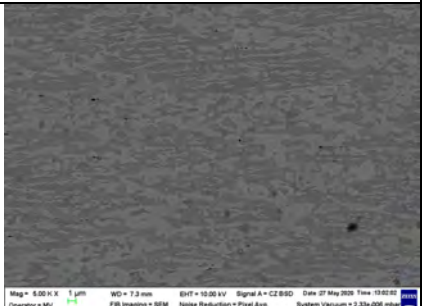
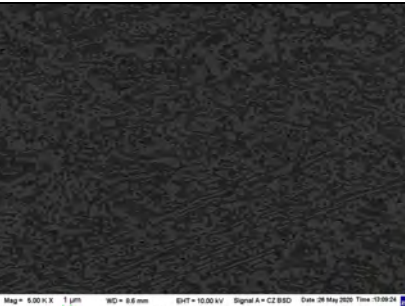
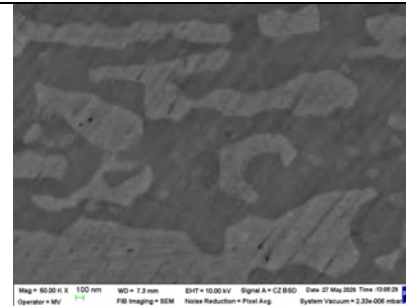
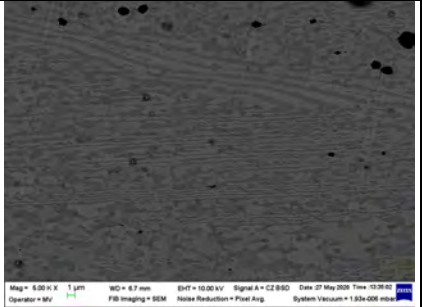
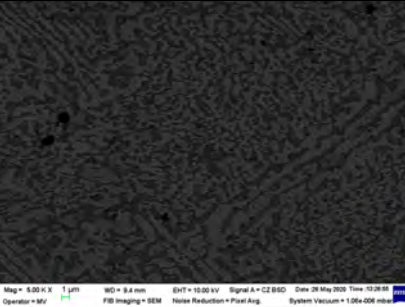
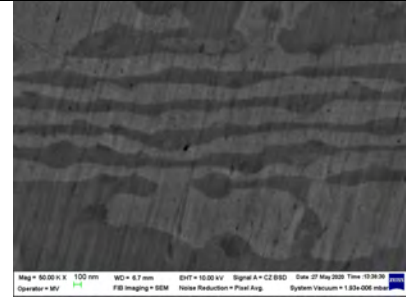
Caracterizarea microstructurală a MEO de aliaje EHEA elaborate prin topire și turnare în matriță de cupru laminate la rece și supuse operației de recoacere a fost realizată atât pe materialele laminate, cât și pe materialele laminate și recoapte. Imaginile de microstructurale au fost capturate atât după direcția paralelă la direcția de laminare, cât și după direcția perpendiculară la direcția de laminare. După laminare, materialele prezintă o structură lamelară fibroasă formată din lamele mai închise la culoare și o structură de tip labirint cu lamele fragmentate închise la culoare înglobate într-o matrice de culoare deschisă.

Microstructura aliajelor EHEA obținute din topitură evidențiază după efectuarea tratamentului termic o microstructură de tip eutectic sau apropiată de eutectic formată din colonii eutectice conținând lamele paralele și structuri neregulate de tip labirint. Structurile de tip labirint sunt formate din lamele neregulate, curbate și întrerupte, situate la periferia lamelor drepte și care leagă între ele coloniile eutectice. Frecvența mare a structurilor neregulate de tip labirint arată că aliajele sunt de tip aproape eutectic.

În figurile de mai jos se prezintă exemple tipice de microstructuri obținute în MEO de tip EHEA obținute atât prin sinterizare, cât și prin procedee de topire & laminare și TT



		
EHEA 1 S2 Laminat paralel la direcția de laminare	EHEA 1 S2 Laminat perpendicular la direcția de laminare	EHEA 1 S2 Detaliu reprezentand decorarea fazei deschise la culoare cu precipitate fine și omogen dispersate
		
EHEA 2 Laminat paralel la direcția de laminare	EHEA 2 Laminat perpendicular la direcția de laminare	EHEA 2 Detaliu reprezentand decorarea fazei deschise la culoare cu precipitate fine și omogen dispersate
		
EHEA 3 Laminat paralel la direcția de laminare – structură tipică de eutectic lamelar	EHEA 3 Laminat perpendicular la direcția de laminare - structură tipică de eutectic lamelar	EHEA 3 Detaliu reprezentand celula eutectică constând din 4-5 lamele lungi drepte și o structură tip labirint conținând lamele întrerupse și curbate
		
EHEA 1 S1 Laminat și TT paralel la direcția de laminare	EHEA 1 S1 Laminat și TT perpendicular la direcția de laminare	EHEA 1 S1 Detaliu reprezentand decorarea fazei deschise la culoare cu precipitate de diferite dimensiuni

		
EHEA 1 S2 Laminat și TT paralel la direcția de laminare	EHEA 1 S2 Laminat și TT perpendicular la direcția de laminare	EHEA 1 S2 Detaliu reprezentand decorarea fazei deschise la culoare cu precipitate poliedrice de diferite dimensiuni
		
EHEA 2 Laminat și TT paralel la direcția de laminare	EHEA 2 Laminat și TT perpendicular la direcția de laminare	EHEA 2 Detaliu reprezentand decorarea fazei închise la culoare cu precipitate poliedrice fine
		
EHEA 3 Laminat și TT paralel la direcția de laminare	EHEA 3 Laminat și TT perpendicular la direcția de laminare structură tipică de eutectic	EHEA 3 Detaliu reprezentand structura fibroasă formată din lamele lungi și drepte

Exemple tipice de microstructuri obținute în MEO de tip EHEA obținute, atât prin sinterizare, cât și prin procedee de topire & laminare și TT.

Microstructura aliajelor EHEA după efectuarea tratamentului termic evidențiază o microstructură de tip eutectic sau apropiată de eutectic formată din colonii eutectice conținând lamele paralele și structuri neregulate de tip labirint. Structurile de tip labirint sunt formate din lamele neregulate, curbate și întrerupte, situate la periferia lamelor drepte și care leagă între ele coloniile eutectice. Frecvența mare a structurilor neregulate de tip labirint arată că aliajele sunt de tip aproape eutectic.

Microanaliza chimică calitativă efectuată prin spectroscopie de raze X dispersive în lungime de undă evidențiază atât pentru MEO sinterizate, cât și pentru cele obținute din topitură tendința pronunțată de difuzie/aliere a aluminiului cu nichel, dispersia omogenă a Fe și Co în matrice, în timp ce cromul se regăsește preponderent doar în zonele bogate în cobalt și fier.

Proprietățile mecanice (duritatea indentată (H_{IT}), duritatea Vickers HV, modulul de elasticitate (E_{IT}), rigiditatea de contact elastic (S), lucrul mecanic de deformare elastică reversibilă ($W_{elastic}$), lucrul mecanic de deformare plastică a indentării ($W_{plastic}$), zona elastică (η_{IT}) și zona plastică ($100-\eta_{IT}$) a lucrului mecanic de indentare ale MEO de aliaje EHEA au fost determinate prin teste de nanoindentare instrumentată, cu metoda de calcul Oliver & Pharr, în conformitate cu standardul ISO 14577-4:2016.

Valorile medii ale durității indentate, durității Vickers și a modului de elasticitate pentru toate MEO de aliaje EHEA obținute prin sinterizare și din topitură.

Proba	H _{IT} (GPa)	HV	E _{IT} (GPa)	h _{max} (nm)	S (mN/nm)
aliaj EHEA1 - SPS d20 mm x h10 mm	38,011 ± 38,067	115,284 ± 6,010	153,351± 6,182	24,852 ± 1,055	75,148 ± 1,055
aliaj EHEA2 - SPS d20 mm x h10 mm	38,457 ± 0,848	129,732 ± 3,967	168,189± 4,631	22,870 ± 0,359	77,130 ± 0,359
aliaj EHEA3 - SPS d20 mm x h9 mm	46,246 ± 2,465	164,633 ± 7,491	210,879 ± 8,840	21,936 ± 0,930	78,064 ± 0,930
aliaj EHEA1-S1 laminat netratat	4,829 ± 0,326	447 ± 30	130 ± 7	1866 ± 52	1,163 ± 0,069
aliaj EHEA1-S1 laminat TT 800°C-2h-Ar	3,853 ± 0,392	357 ± 36	139 ± 6	2038 ± 92	1,385 ± 0,022
aliaj EHEA1-S2 laminat netratat	5,763 ± 0,432	534 ± 40	92 ± 4	1826 ± 54	0,778 ± 0,026
aliaj EHEA1-S2 laminat TT 800°C-2h-Ar	5,137 ± 0,324	476 ± 30	79 ± 4	1938 ± 53	0,712 ± 0,020
aliaj EHEA2 laminat	4,705 ± 0,229	436 ± 21	44 ± 2	2219 ± 48	0,427 ± 0,009
aliaj EHEA2 laminat TT 800°C-2h-Ar	3,913 ± 0,344	362 ± 32	60 ± 6	2225 ± 89	0,634 ± 0,051
aliaj EHEA3 laminat	4,716 ± 0,319	437 ± 30	96 ± 6	1949 ± 61	0,896 ± 0,026
aliaj EHEA3 laminat TT 800°C-2h-Ar	4,621 ± 0,133	428 ± 12	87 ± 8	1982 ± 27	0,825 ± 0,075

Valorile de duritate și cele ale Modulului lui Young, scad cu creșterea conținutului de Ni, în direcția EHEA1-EHEA2-EHEA3, indicând creșterea cantității de fază γ moale și ductilă.

Pentru toate materialele elaborate din topitura se remarcă reducerea valorilor de duritate pentru ambele tipuri de durități după efectuarea tratamentului termic final. Atât în stare laminată, cât și în stare recoaptă duritatea materialelor scade în strânsă relație cu conținutul de Ni din aliajele elaborate astfel:

$$HV_{EHEA\ 1} > HV_{EHEA\ 2} > HV_{EHEA\ 3}$$

Aceeași observație este semnalată și în cazul valorilor obținute pentru modulul de elasticitate. Cu alte cuvinte, aliajul EHEA 1 prezintă caracteristici de deformare mai slabe decât aliajele EHEA 2 și EHEA 3 fapt demonstrat și de comportarea la laminare la rece.

Testele de compresiune pe MEO sinterizate s-au efectuat pe seturi de câte 3 epruvete cilindrice cu dimensiunile $h = 2 \Phi$, pentru un diametru de 5 mm.

Valorile de rezistență mecanică în compresiune obținute sunt în concordanță cu valorile de duritate și modul Young rezultate prin microindentare. MEO EHEA 1 prezintă cele mai mari valori de rezistență urmate de cele obținute pentru EHEA 2 și respectiv, EHEA 3. Se observă de asemenea valorile mari ale limitei de curgere (Rp0.2) pentru aliajele EHEA 1 și EHEA 2. Considerând raportul de rezistență Rp0.2/Rm se remarcă faptul că acesta scade pe măsură ce materialul este mai ductil. Dacă în cazul materialelor EHEA 1 și EHEA 2 care prezintă rapoarte de rezistență Rp0.2/Rm mari (0.9 și respectiv, 0.85) materialele pot suporta deformări mici de 8.75 % în cazul EHEA 1 și 10.7 % în cazul EHEA 2, materialul EHEA 3 pentru care raportul Rp0.2/Rm este de 0.75 poate suporta deformații mai mari de 35 % indicând natura ductilă a acestuia. Valorile de rezistență sunt comparabile cu cele prezentate în literatura de specialitate.

Limita de curgere (Rp_{0.2}), Rezistența mecanică în compresiune (Rm) și deformația suportată de materialele EHEA obținute prin sinterizare

Tip material	Nr. probă	Rp _{0.2} , MPa	Rm, MPa	Deformație, %
MEO EHEA 1S	1	777	845	8
	2	1466	1669	9
	3	1647	1773	8.50
Val. Medie		1557	1721	8.75

Dev. Standard		128	74	0.35
MEO EHEA 2S	1	1406	1636	10.50
	2	79807	1357	9.50
	3	1530	1795	10.90
Val. Medie		1468	1716	10.70
Dev. Standard		88	112	0.28
MEO EHEA 3S	1	825	1225	38
	2	949	1135	38
	3	850	1122	38
Val. Medie		875	1160	38
Dev. Standard		66	56	0

Proprietățile mecanice ale MEO de aliaje EHEA obținute din topitură

Tip și stare material	H (mm)	Gâtuirea (%)	Alungire a A5 (%)	Rm (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Modul Young (GPa)
EHEA 1 S1 Laminat	4.15	15.97	25.8	1477	1033	151
EHEA 1 S2 Laminat	4.06	11.4	17.53	2005	1320	105
EHEA 1 S2 Laminat + TT	4.03	17.21	28.87	1489	1095	176
EHEA 2 Laminat	4.02	19	24.13	1769	1657	223
EHEA 2 Laminat + TT	4.02	12.87	22.6	1603	1078	186
EHEA 3 Laminat	3.99	5.94	25.8	1638	1147	223
EHEA 3 Laminat + TT	4.02	16.2	32	1412	1080	44

S-a remarcat scăderea proprietăților mecanice și creșterea ductilității după tratamentul termic efectuat. Valorile rezistenței mecanice sunt cuprinse în intervalul 1400 - 2000 MPa. Ca și în cazul materialelor sinterizate, există o interdependență între compoziția chimică a aliajelor elaborate, conținutul de Ni din aliaj, tipul de microstructură dezvoltat în material, temperatura și durata tratamentelor termice aplicate și proprietățile mecanice obținute.

În cadrul **Activității 1.3/Obiectivul Științific OS3** au fost realizate și caracterizate modele experimentale optimizate de aliaj de Mg. În acest scop s-a realizat continuarea cercetărilor din faza anterioară, de realizare și caracterizare a ME din pulberi compozite, de Mg-Zn și Mg-Zn-Mn, prin extinderea duratei de măcinare mecanică de la 5 h, la 7 h și respectiv, la 10 h, în vederea **optimizării** pulberii compozite și implicit, a aliajelor de Mg rezultate, precum și de realizare și caracterizare a **ME/ME optimizate (MEO)/funcționale (MF)**, din aliaje pe bază de Mg, realizate din aceste pulberi compozite, prin procedeul SPS (**min. 2** ME/ME optimizate; **min. 2** modele funcționale (MF), precum și întocmirea **raportului de fază**.

Modelele experimentale optimizate selectate, din aliaje de Mg, pot fi considerate și modele funcționale, din punct de vedere al caracteristicilor fizico-chimice, structurale și mecanice, urmând ca în etapa următoare, să se valideze funcționalitatea aliajelor de Mg și din punct de vedere electrochimic.

În vederea realizării de *modele experimentale optimizate*, în această etapă a proiectului, s-au continuat cercetările, din faza anterioară, în care s-au obținut rezultate semnificative, pentru aceste tipuri de aliaje biodegradabile. Prin urmare, s-au considerat aceleași sisteme de lucru (Mg-Zn și Mg-Zn-Mn) și s-au menținut aceleași compoziții chimice, prezentate în tabelul de mai jos, însă, *s-a extins durata de măcinare a amestecurilor de pulberi compozite, de la 5h la 7h și respectiv, la 10h*, în scopul creșterii omogenității structurale, a gradului de finisare a amestecurilor de pulberi compozite și a implicit, a aliajelor de Mg sinterizate, în vederea îmbunătățirii caracteristicilor fizico-chimice și mecanice, a acestora.

În această etapă, au fost elaborate două tipuri de aliaje pe bază de Mg, realizându-se **4 ME de pulberi compozite din Mg-Zn și respectiv, din Mg-Zn-Mn**, codificate cu AM1-7h, AM1-10h și respectiv, AM2-7h și AM2-10h și având compozițiile chimice prezentate în următorul tabel.

Având în vedere gradul mare de reactivitate, în atmosferă, a pulberilor selectate pentru experimentări, s-a avut în vedere ca manipularea acestora, să se facă într-un Glove box, în atmosferă controlată. Astfel, dozarea pulberilor la compozițiile dorite, s-a realizat la o balanță analitică Ohaus, în glovebox, în atmosferă de Ar.

Compoziția chimică a ME de amestecuri de pulberi experimentale.

Proba	Cod proba	Compoziția chimică (% at.)		
		Mg	Zn	Mn
Mg-Zn	AM1-7h; AM1-10h	95	5	-
Mg-Zn-Mn	AM2-7h; AM2-10h	94,7	5	0,3

Materiile prime (pulberi de Mg, Zn și Mn) folosite în cadrul experimentarilor din această etapă, au fost aceleași pulberi furnizate de Alfa Aesar (Thermo Fisher Scientific, Germania), care s-au utilizat și în etapa anterioară. Amestecurile de pulberi compozite AM1-7h, AM1-10h, AM2-7h și AM2-10h, s-au realizat în șarje de câte 50 g, prin omogenizarea mecanică a pulberilor inițiale, dozate conform rețetelor stabilite, într-o moară planetară cu bile de tip Retsch PM 400, cu două porturi. Încărcarea amestecurilor de pulberi dozate în vederea MM și a mediilor de măcinare în bolurile de măcinare, precum și adaosul de eter de petrol, s-a efectuat în glovebox, în atmosferă de Ar.

S-a urmărit *optimizarea pulberii compozite* prin alegerea variației unui parametru de procesare, anume *timpul de măcinare mecanică a pulberilor*, acest parametru având o influență importantă asupra caracteristicilor finale ale aliajelor de Mg. Astfel, timpul efectiv de măcinare a fost extins de la 5 h, la 7 h și respectiv, 10 h pentru amestecurile de pulberi AM1 și respectiv, AM2.

În tabelul de mai jos sunt prezentate tipurile de amestecuri de pulberi compozite realizate prin MM, cu variația timpului de măcinare, în vederea optimizării amestecurilor de pulberi compozite, prin stabilirea timpului optim de MM. Ceilalți parametri de procesare prin MM (raport bile/pulbere, viteză de rotație, tip de bol, mediu de măcinare, agent de măcinare, atmosferă de măcinare) din tabel, au fost identici cu cei stabiliți în etapa anterioară.

Tipuri de amestecuri de pulberi compozite realizate prin MM
Optimizare pulberi compozite prin stabilirea timpului optim de MM

Tip amestec de pulbere compozită/sistem	Cantitate amestec pulberi	Condiții de MM
ME1-AM1-7h; ME2-AM1-10h/ Mg-Zn (47,5-2,5 g)	50 g	- B/P: 10:1 V_{rot}: 300 rpm - boluri de inox: capacitate 500 ml - mediu de măcinare: bile din oțel inox de diferite diametre - agent de măcinare: eter de petrol durata efectivă de măcinare: 7 h, 10 h. - atmosferă de măcinare: Ar.
ME3-AM2-7h; ME4-AM2-10h/ Mg-Zn-Mn (47,35-2,5-0,15 g)		

Caracterizarea pulberilor inițiale elementale și a ME de pulberi compozite, s-a efectuat conform standardelor în vigoare, din punct de vedere fizic, structural, și chimic, în faza anterioară.

Analiza XRD a relevat natura cristalină a pulberilor compozite pe bază de Mg, Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn (ME1-AM1-7h, ME2-AM1-10h, ME3-AM2-7h și ME4-AM2-10h).

Din analiza difractogramelor pentru pulberile compozite analizate în această etapă, Mg-5%Zn-7h (% at.) (AM1), Mg-5%Zn-10h (% at.) (AM1), Mg-5%Zn-0,3%Mn-7h (% at.) (AM2) și Mg-5%Zn-0,3%Mn-10h (% at.) (AM2), s-au evidențiat liniile de difracție corespunzătoare fazelor cristaline de Mg și Zn. Zincul fiind în proporție mică (numai 5%at.), cel mai pronunțat pic pentru acest element s-a obținut la $2\theta = 43^\circ$, pentru toate pulberile compozite analizate. Faza cristalină de Mn, nu s-a putut detecta prin analiza de raze X, acest element fiind în proporție foarte mică (0,3%at.).

De remarcat este faptul că, după MM, nu s-a detectat prezența oxizilor sau a fierului, ceea ce înseamnă că, atât manipularea pulberilor elementale, cât și procesarea acestora prin MM, s-a efectuat în mod adecvat, în atmosferă de Ar și cu mediu de eter de petrol. În acest fel, pulberile elementale și-au păstrat puritatea, nefiind contaminate cu oxigenul din atmosferă sau impurificate cu fier, care ar fi putut fi preluat din mediile de măcinare (bol și bile din oțel inoxidabil).

Rezultatele analizei cantitative Rietveld a pulberilor compozite pe bază de Mg (Mg-Zn și Mg-Zn-Mn) realizate în această fază, sunt prezentate în tabelul următor. Pentru comparație, sunt prezentate și rezultatele obținute în faza anterioară, pentru pulberile inițiale de Mg, Zn și Mn, precum și pentru pulberile compozite obținute după MM efectivă de 5 h.

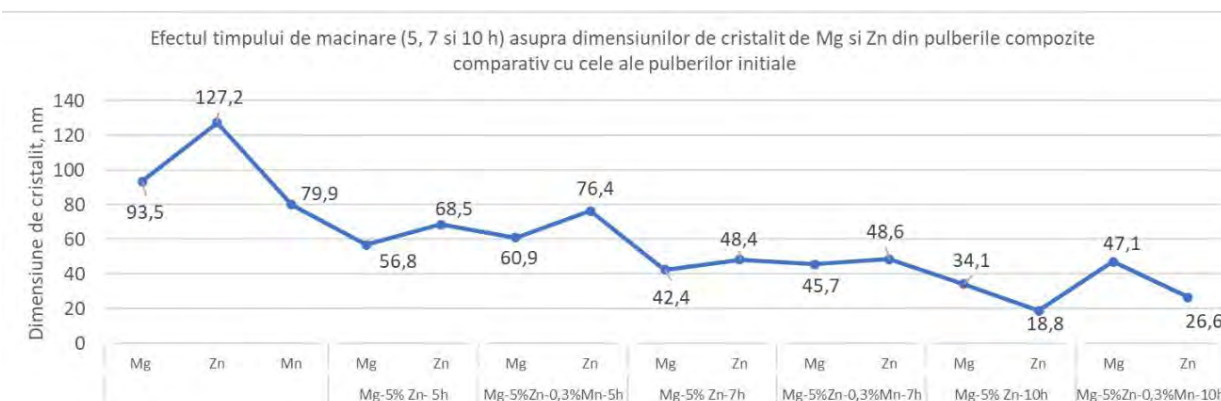
Rezultatele analizei cantitative Rietveld a pulberilor inițiale de Mg, Zn și Mn, precum și a pulberilor compozite pe bază de Mg (Mg-Zn și Mg-Zn-Mn), obținute prin măcinare mecanică timp de 5, 7 și 10 ore, în atmosferă de Ar

Denumire proba pulbere	Faza cristalografică	Concentrația (% masice)	Dimensiune de cristalit (nm)	Parametrii celulei	
				<i>a</i> (Å)	<i>c</i> (Å)
Mg (Alfa Aesar)	Mg	100,00	93,5	3,206	5,206
Zn (Alfa Aesar)	Zn	100,00	127,2	2,661	4,945
Mn (Alfa Aesar)	Mn	100,00	79,9	$a = b = c = 8,900$	
Mg-5% Zn- 5h (ME-AM1-5h)	Mg	95,32	56,8	3,205	5,205
	Zn	4,68	68,5	2,663	4,929
Mg-5%Zn-0,3%Mn-5h (ME-AM2-5h)	Mg	95,17	60,9	3,206	5,205
	Zn	4,83	76,4	2,663	4,933
Mg-5% Zn-7h (ME1-AM1-7h)	Mg	97,307	42,4	3,204	5,203
	Zn	2,693	48,4	2,663	4,923
Mg-5%Zn-0,3%Mn-7h (ME3-AM2-7h)	Mg	97,028	45,7	3,204	5,203
	Zn	2,972	48,6	2,664	4,925
Mg-5% Zn-10h (ME2-AM1-10h)	Mg	98,235	34,1	3,205	5,203
	Zn	1,765	18,8	2,667	4,935
Mg-5%Zn-0,3%Mn-10h (ME4-AM2-10 h)	Mg	97,648	47,1	3,203	5,200
	Zn	2,352	26,6	2,665	4,918

În figura de mai jos este prezentat, sub formă grafică, efectul de finisare asupra dimensiunii de cristalit de Mg și Zn, determinat de durata de măcinare (5, 7 și 10 ore) a amestecurilor de pulberi Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn, în comparație cu dimensiunile de cristalit ale pulberilor inițiale.

Pentru sistemele de aliaje pe bază de Mg studiate, se constată următoarele:

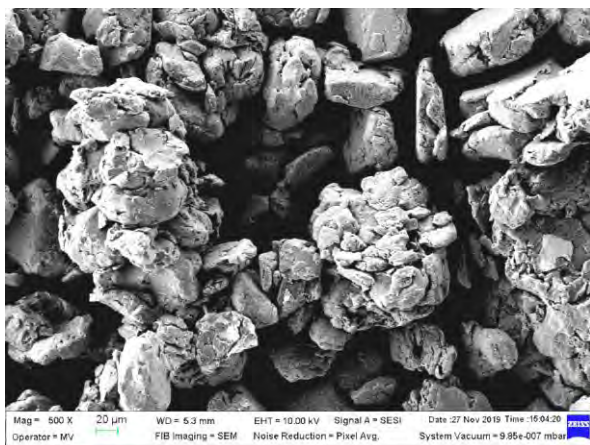
- după 5 ore de măcinare mecanică, dimensiunea de cristalit a fazelor componente din pulberile compozite, a scăzut pentru Mg de circa 1,5-1,6 ori iar pentru Zn, a scăzut de circa 1,6...1,8 ori;
- după 7 ore de măcinare mecanică, dimensiunea de cristalit a fazelor componente din pulberile compozite, a scăzut pentru Mg de circa 2,0...2,2 ori iar pentru Zn, a scăzut de circa 2,6 ori;
- după 10 ore de măcinare mecanică, dimensiunea de cristalit a fazelor componente din pulberile compozite, a scăzut pentru Mg de circa 2,0...2,7 ori iar pentru Zn, a scăzut de circa 4,8...6,8 ori.



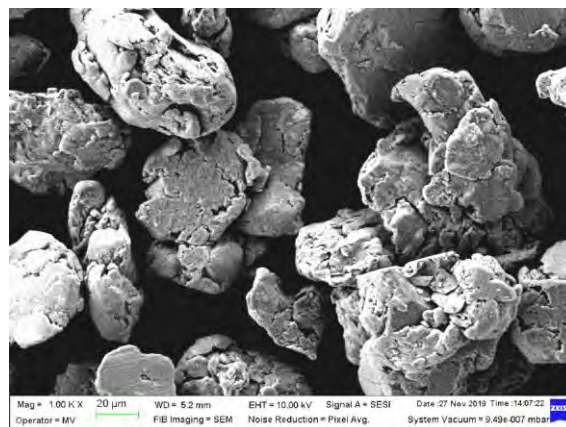
Efectul de finisare asupra dimensiunii de cristalit de Mg și Zn, determinat de durata măcinării amestecurilor de pulberi Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn, în comparație cu dimensiunile de cristalit ale pulberilor inițiale.

Cel mai mare grad de finisare s-a înregistrat pentru pulberea compozită Mg-5%Zn, după 10 ore de măcinare mecanică, când dimensiunea de cristalit a fazei de Mg s-a redus cu 63% iar dimensiunea de cristalit a fazei de Zn, s-a redus cu 85%. Concentrația prea mică (0,3% at.) a Mn în pulberile compozite ME-AM2, nu s-a putut evalua prin analiza de raze X, acest element fiind sub limita de detecție a aparatului (< 5%).

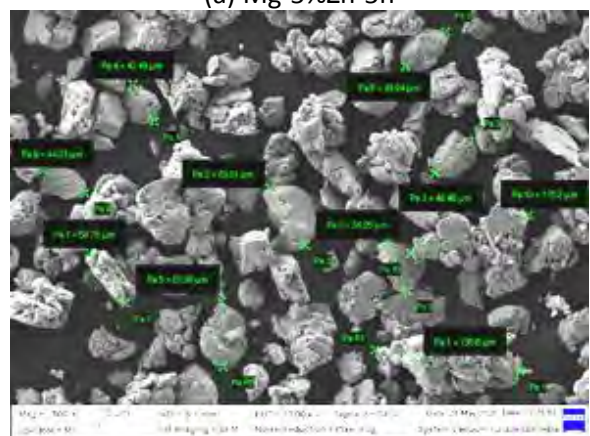
În figurile următoare (a-f), sunt prezentate rezultatele analizei SEM și EDX pentru pulberile compozite pe bază de Mg, obținute la durate de măcinare diferite de timp 5, 7 și 10 ore, la mărimi de x 500 și x 1000, precum și analizele chimice EDX, pe arii selectate din aceste pulberi compozite și spectrele corespunzătoare acestor arii.



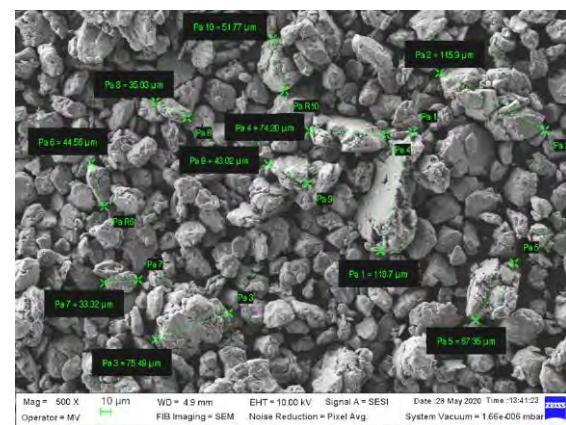
(a) Mg-5%Zn-5h



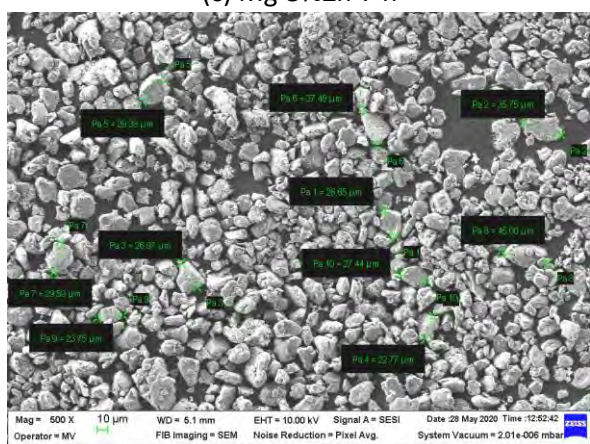
(b) Mg-5%Zn-0,3%Mn-5h



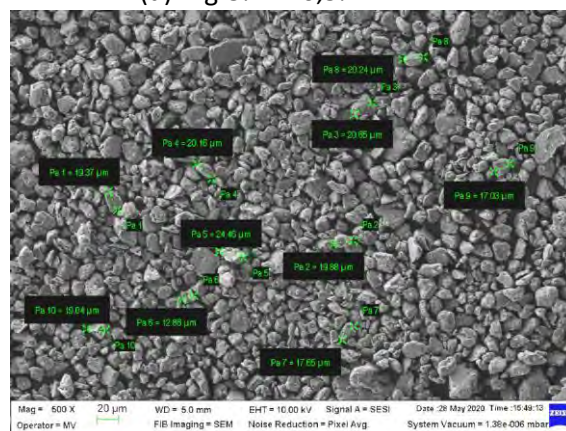
(c) Mg-5%Zn-7 h



(d) Mg-5%Zn-0,3%Mn-7 h



(e) Mg-5%Zn-10 h



(f) Mg-5%Zn-0,3%Mn-10 h

Imagini de microscopie electronică SEM ale pulberilor compozite:

- (a) Mg-5%Zn-5h, x500; (b) Mg-5%Zn-0,3%Mn-5h, x1000; (c) Mg-5%Zn-7h, x500;
(d) Mg-5%Zn-0,3% Mn-7h, x500; (e) Mg-5%Zn-10h, x500; (f) Mg-5%Zn-0,3% Mn-7h, x500.

Din **analiza SEM** a pulberilor compozite, din punct de vedere al caracteristicilor morfologice, se constată că, particulele de pulberi au, în general, forme neregulate și dimensiuni micronice variate, astfel:

- pulberile compozite de Mg-5%Zn (a) și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn (b), obținute după 5 h de MM, prezintă particule cu formă neregulată, precum și aglomerări mari de particule, având o dimensiune medie de particulă de 84,5 µm și respectiv, de 69,87 µm;
- pulberile compozite de Mg-5%Zn (c) și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn (d), obținute după 7 h de MM, prezintă particule cu formă neregulată, câteva aglomerări de particule și au o dimensiune medie de particulă de 66,87 µm și respectiv, de 65,93 µm;
- pulberile compozite de Mg-5%Zn (e) și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn (f), obținute după 10 h de MM, prezintă cele mai mici particule, cu o dimensiune medie de particulă de 30,48 µm și respectiv, de 19,13 µm, cu formă apropiată de cea regulată și nu prezintă aglomerări de particule. Din **analizele chimice EDX** pe ariile selectate din particulele compozite (a) Mg-5%Zn-7h, (b) Mg-5%Zn-10h (c) Mg-5%Zn-0,3%Mn-7h și (d) Mg-5%Zn-

0,3%Mn-10h, se constată din existența liniilor spectrale corespunzătoare, prezența fazelor constitutive ale pulberilor compozite: Mg (90-92%gr.), Zn (3,4-4,2% gr.) și Mn (0,2% gr.). De asemenea, se remarcă prezența oxigenului (3,7-6 % gr.), care poate proveni din sistemul de analiză, având în vedere că, la analiza de difracție de raze X nu s-a înregistrat prezența oxizilor în probele analizate.

Selectare modele experimentale optimizate din pulberi compozite:

✚ din datele prezentate privind *analiza cantitativă Rietveld a pulberilor inițiale* de Mg, Zn și Mn, precum și a *pulberilor compozite* pe bază de Mg (Mg-Zn și Mg-Zn-Mn), obținute prin măcinare mecanică la diferite durate de MM (5, 7 și 10 h), în atmosferă de Ar, se constată că, după 10h de MM, dimensiunea de cristalit a fazelor componente din pulberile compozite, a scăzut pentru Mg de circa 2,0...2,7 ori iar pentru Zn, a scăzut de circa 4,8...6,8 ori; prin urmare, cel mai mare grad de finisare, s-a înregistrat pentru *pulberea compozită Mg-5%Zn, după 10 ore de MM*, când dimensiunea de cristalit a fazei de Mg s-a redus cu 63% iar dimensiunea de cristalit a fazei de Zn s-a redus cu 85%.

✚ din *analiza SEM* a pulberilor compozite, din punct de vedere al caracteristicilor morfologice, se constată că, pulberile compozite de Mg-5%Zn (e) și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn (f), obținute după 10 h de MM, prezintă cele mai mici particule, având o dimensiune medie de particulă de 30,48 μm și respectiv, de 19,13 μm , formă apropiată de cea regulată și nu prezintă aglomerări de particule.

În concluzie, **pulberile compozite optimizate** sunt pulberile compozite de Mg-5%Zn și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn, obținute după 10 h de MM.

ME sinterizate de aliaje de Mg (ME1-S...ME4-S), au fost realizate sub formă de probe cilindrice de $\varnothing \times h$ de 20,3-20,4 mm x 4,7-5,0 mm, utilizând amestecurile de pulberi compozite de Mg-Zn (ME1-AM1-7h; ME2-AM1-10h) și Mg-Zn-Mn (ME3-AM2-7h; ME4-AM2-10h), elaborate în cadrul proiectului.

Procesarea pulberilor compozite ME1-AM1-7h, ME2-AM1-10h, ME3-AM2-7h și ME4-AM2-10h, s-a realizat în vid, la o **instalație de sinterizare în plasmă de scânteie (SPS)**, de tip HP D25 (FCT Systeme GmbH, Germania), utilizând matrițe de grafit de înaltă densitate, oala matriței de grafit cu diametru interior de 20 mm și poansoane cilindrice din grafit, cu baza cerc de diametru 20 mm. Temperatura de sinterizare a pulberilor compozite a fost de 450°C, având în vedere faptul că, din experimentările anterioare, la această temperatură de sinterizare, s-au obținut cele mai semnificative rezultate. Timpul de mentinere pe palierul de sinterizare a fost de 5 minute și presiunea de presare a variat între 2,5 - 40 MPa.

În imaginea de mai jos, este prezentat aspectul macrografic al ME-S de aliaje de Mg, după îndepărtarea foliei de grafit și șlefuire metalografică, cu dimensiuni de $d \times h$ de 20,3-20,4 mm x 4,7-5,0 mm, realizate prin procedeul SPS, din pulberile compozite realizate prin MM: ME1-AM1-7h, ME2-AM1-10h, ME3-AM2-7h și ME4-AM2-10h.



Aspectul macrografic al ME-S din aliaje de Mg, realizate prin procedeul SPS la 450°C/5 min.

Probele de ME de aliaje de Mg (ME-S) au fost investigate prin analiza XRD, analiza de microscopie optică (MO)microscopie electronică de baleiaj (SEM) și EDX, teste de determinare a densitatii hidrostatice si teste mecanice de nanoindentare.

Din analiza XRD pentru ME1-S...ME4-S, rezultă existența unei structuri bifazice de cristale de soluție solidă, de Mg și Zn. Rezultatele analizei cantitative Rietveld a probelor de ME1-S...ME4-S sinterizate prin SPS din amestecurile de pulberi compozite (ME1-AM1-7h, ME2-AM1-10h, ME3-AM2-7h și ME4-AM2-10h), rezultate din sistemele Mg-Zn 95-5 (% at.) și Mg-Zn-Mn 94,7-5-0,3 (% at.), sunt prezentate în tabelul următor.

Rezultatele analizei cantitative Rietveld a probelor de ME-S, obținute prin SPS, din pulberi compozite pe bază de Mg (ME1-AM1-7h, ME2-AM1-10h, ME3-AM2-7h și ME4-AM2-10h).

Denumire proba sinterizată ME-S/sistem de aliaj/pulbere	Faza cristalogra-	Concentrația	Dimensiune de	Parametrii celulei	
				a (Å)	c (Å)

utilizată la sinterizarea prin SPS și timp de MM	fică	(% masice)	cristalit (nm)		
M1-S/Mg-5%Zn/AM1-7h	Mg	97,086	109,2	3,197	5,191
	Zn	2,914	2,5	2,961	3,879
M3-S/Mg-5%Zn-0,3%Mn/AM2-7h	Mg	95,776	100	3,198	5,192
	Zn	4,224	2,5	2,973	3,815
M2-S/Mg-5%Zn/AM1-10h	Mg	94,659	100,7	3,197	5,191
	Zn	5,341	2,4	2,971	3,870
M4-S/Mg-5%Zn-0,3%Mn/AM2-10h	Mg	96,003	83	3,198	5,192
	Zn	3,997	2,6	2,978	3,811

Din analiza rezultatelor prezentate în tabel, se constată existența fazelor cristaline de Mg și Zn, ambele cu rețea hexagonală, în structura cristalină a aliajelor de Mg elaborate. Pentru aliajele de Mg cu 0,3%Mn, faza cristalină a Mn nu a fost posibil să fie determinată, aceasta fiind sub limita de detecție a aparatului. Se remarcă o reducere a dimensiunii de cristalit a Mg, de 7,8%, pentru M2-S, după extinderea timpului de măcinare, cu încă 3 ore (de la 7 la 10h), în timp ce pentru M4-S, în aceleași condiții de creștere a duratei de măcinare cu 3 ore, dimensiunea de cristalit a înregistrat o reducere de 17%. Acest lucru înseamnă că, pe lângă efectul de finisare a dimensiunii de cristalit obținut în urma procesării prin MM, pentru ME4-S, elementul Mn din compoziția acestui aliaj, a contribuit de asemenea, la reducerea dimensiunii de cristalit a Mg.

De remarcat este prezența fazei cristaline de Zn, având o dimensiune de cristalit aproape constantă, de aprox. 2,5 nm, pentru toate aliajele de Mg experimentate în această etapă a proiectului, indiferent de timpul de măcinare, de 7 sau 10 ore. Prin urmare, o eventuală extindere a duratei de măcinare ar avea efect nesemnificativ asupra dimensiunii de cristalit a Zn. Dacă ne raportăm la parametrul de rețea $a(\text{\AA})$, al celulei elementare a Mg, se constată că, acesta a crescut în dimensiune cu 0,33% pentru MS2-S, când durata măcinării s-a mărit de la 7 la 10 ore, în timp ce pentru M4-S, parametrul $a(\text{\AA})$, a crescut în dimensiune cu numai 0,17%. În schimb, parametrul de rețea $c(\text{\AA})$, al celulei elementare a Zn, s-a redus cu 0,23% pentru MS2-S și cu 0,11% pentru M4-S, în aceleași condiții. Prin urmare, creșterea în dimensiune a parametrului de rețea $a(\text{\AA})$, al celulei elementare a Mg a fost frânată de prezența Mn din compoziția aliajului.

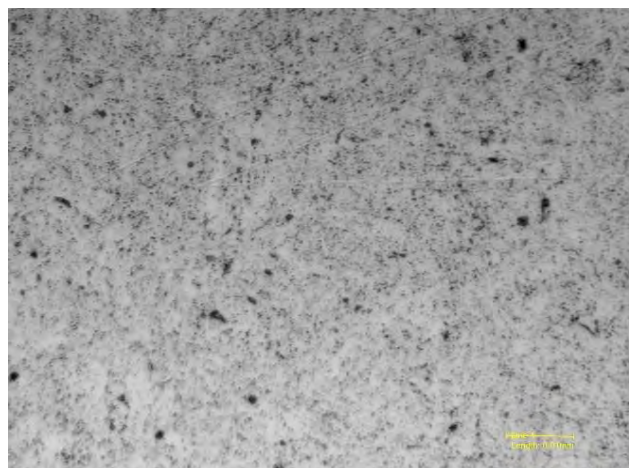
În tabelul de mai jos, sunt prezentate valorile densităților probelor sinterizate prin SPS din pulberi compozite pe bază de Mg, rezultate din sinterizarea la 450°C , timp de 5 minute, a pulberilor compozite ME1-AM1-7h, ME2-AM1-10h, ME3-AM2-7h și ME4-AM2-10h.

Densitatea probelor sinterizate prin SPS din pulberi compozite pe bază de Mg

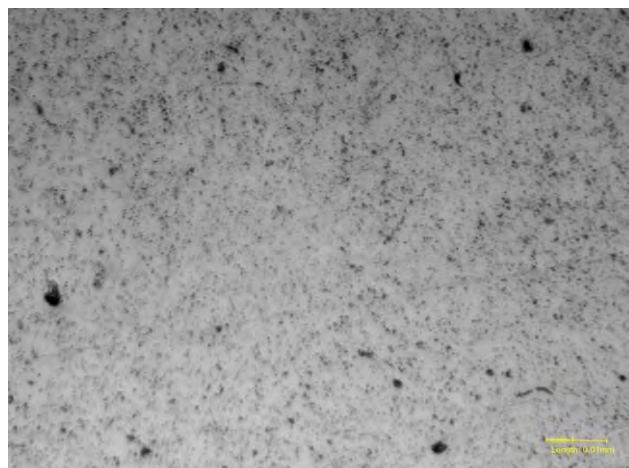
Denumire model experimental	Material/amestec de pulbere compozită și timp de măcinare	Densitate volumetrică, g/cm^3	Densitate teoretică (ρ_{th}), g/cm^3	Porozitate (P_t), %	Grad de compactitate (ρ_{rel}), %
ME1-S	Mg-5%Zn/AM1-7h	1,6785	1,8063	7,08	92,92
ME2-S	Mg-5%Zn/AM1-10h	1,6905	1,8063	6,41	93,59
ME3-S	Mg-5%Zn-0,3%Mn/AM2-7h	1,6738	1,8106	7,56	92,44
ME4-S	Mg-5%Zn-0,3%Mn/AM2-10h	1,7174	1,8106	5,15	94,85

Din analiza valorilor densităților probelor sinterizate prin SPS din pulberi compozite pe bază de Mg, se constată că cel mai mare grad de compactitate (aprox. 95%) și implicit cea mai scăzută porozitate (5%), s-a obținut pentru proba ME4-S, obținută din sinterizarea, la temperatura de 450°C , timp de 5 min., a amestecului de pulberi compozite Mg-5%Zn-0,3%Mn, rezultat prin MM timp de 10 ore. De asemenea, pentru aliajul fără conținut de Mn, rezultat prin MM timp de 10 ore, s-a obținut, de asemenea un grad mai ridicat de compactitate (aprox. 94 %).

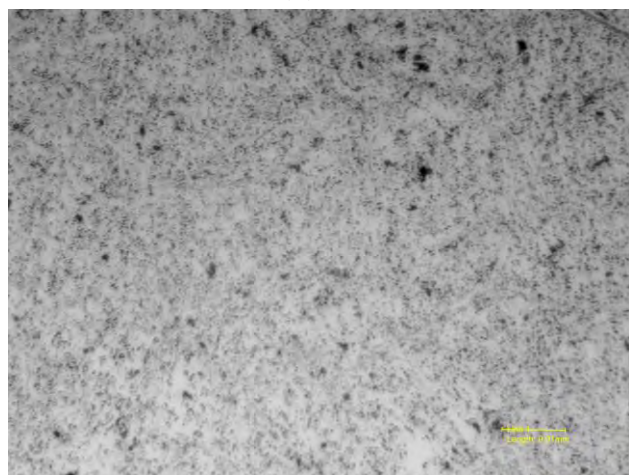
Analiza MO a probelor sinterizate s-a realizat la un microscop metalografic inversat Kern OLM 171, la o. Sunt prezentate, în continuare, imaginile de microscopie optică (MO) ale ME de aliaje pe bază de Mg elaborate prin SPS, la temperatura de sinterizare de 450°C in vid, la un timp de menținere pe palier de 5 min și la o presiunea maximă de 40 MPa.



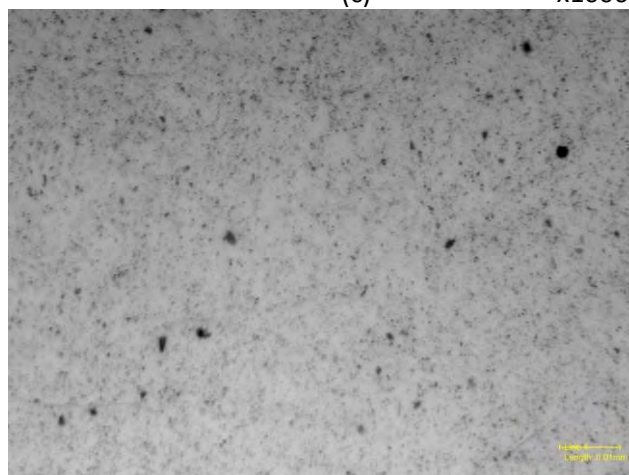
(a) x1000



(c) x1000



(b) x1000



(d) x1000

Imagini de microscopie optică ale ME din aliaje de Mg (mărire de 1000 X):

**(a) ME1-S: Mg-Zn 95-5 % at. (AM1-7h); (b) ME3-S: Mg-Zn-Mn 94,7-5-0,3 % at. (AM2-7h).
(c) ME2-S: Mg-Zn 95-5 % at. (AM1-10h); (d) ME4-S: Mg-Zn-Mn 94,7-5-0,3 % at. (AM2-10h).**

Din analiza imaginilor de MO ale ME de aliaje pe bază de Mg (ME1-S...ME4-S), obținute prin sinterizare, se constată obținerea unor microstructuri omogene, cu o porozitate foarte fină, uniform distribuită dar și existența unor pori mai mari, în număr mic, pentru toate aliajele de Mg analizate. Prezența fazelor structurale (Mg, Zn, Mn), sau a altor eventuale faze suplimentare, va fi pusă în evidență prin analiza SEM/EDX. Analiza EDX pentru aliajele de Mg studiate (Mg-Zn și respectiv, Mg-Zn-Mn) evidențiază microstructuri omogene, cu prezența fazelor de Mg și Zn pentru aliajul Mg-5%Zn și respectiv, prezența fazelor Mg, Zn și Mn în cazul aliajelor Mg-5%Zn-0,3%Mn, uniform dispersate în matricea de bază. De remarcat este faptul că, în cazul Zn, există și câteva zone de Zn, care se regăsesc în toate probele examinate, de dimensiuni foarte mici, în jur de 100...200 nm, deși acest element este, în general, foarte fin distribuit în matricea de Mg. Acest lucru se evidențiază și din imaginile SEM, pentru proba ME4-S, dar și din maparea elementelor chimice și din linile spectrale rezultate din analiza EDX punctiformă.

Proprietățile mecanice ale ME de aliaje de Mg elaborate au fost determinate prin teste de nanoindentare instrumentată, cu metoda de calcul Oliver & Pharr. Sunt prezentate graficele de variație a forței normale de indentare (F_n) în funcție de adâncimea de penetrare a indentorului, pentru probele de aliaje pe bază de Mg studiate.

În tabelele următoare, sunt prezentate valorile durității (H_{IT} , HV), modulului lui Young (E_{IT}), adâncimii maxime de penetrare a indentorului (h_{max}) și rigidității de contact elastic (S), precum și valorile lucrului mecanic de deformare elastică ($W_{elastic}$), a lucrului mecanic de deformare plastică ($W_{plastic}$), a indicelui de elasticitate (η_{IT}) și a indicelui de plasticitate ($100 - \eta_{IT}$), pentru probele de aliaje de Mg studiate în aceasta etapă (ME1-S...ME4-S), fiind prezentate, pentru comparație, și rezultatele pentru aliajele de Mg: ME-S (AM1-5h) și ME-S (AM2-5h), realizate în etapa precedentă.

Valorile durității (H_{IT} , HV), modulului lui Young (E_{IT}), adâncimii maxime de penetrare a indentorului (h_{max}) și rigidității de contact elastic (S).

Proba/cod ME	H _{IT} (GPa)	HV	E _{IT} (GPa)	h _{max} (nm)	S (mN/nm)
Aliaj Mg-5% Zn (AM1-5h), SPS 18, 450°C, 5 min/ ME-S	1,03 ± 0,068	95 ± 6	36 ± 2	3915 ± 120	0,767 ± 0,025
Aliaj Mg-5%Zn-0,3%Mn (AM2-5h), SPS 12, 450°C, 5 min/ ME-S	1,22 ± 0,117	112 ± 11	46 ± 2	3604 ± 158	0,877 ± 0,012
Aliaj Mg-5%Zn(AM1-7h), SPS 5, 450°C, 5 min/ ME1-S	1,21 ± 0,11	112 ± 10	44 ± 4	3614 ± 159	0,843 ± 0,036
Aliaj Mg-5%Zn(AM1-10h), SPS 11, 450°C, 5 min/ ME2-S	1,39 ± 0,14	129 ± 13	45 ± 3	3407 ± 163	0,804 ± 0,015
Aliaj Mg-5%Zn-0,3%Mn(AM2-7h), SPS 6, 450°C, 5 min/ ME3-S	1,26 ± 0,10	117 ± 9	41 ± 2	3569 ± 129	0,777 ± 0,016
Aliaj Mg-5%Zn-0,3%Mn (AM2-10h), SPS 12, 450°C, 5 min/ ME4-S	1,44 ± 0,06	133 ± 5	46 ± 2	3352 ± 63	0,811 ± 0,021

Valorile lucrului mecanic de deformare elastică ($W_{elastic}$), lucrului mecanic de deformare plastică ($W_{plastic}$), a indicelui de elasticitate (η_{IT}) și a indicelui de plasticitate ($100 - \eta_{IT}$)

Proba	W _{elast} (nJ)	W _{plast} (nJ)	W _{total} (nJ)	η_{IT} (%)	100 - η_{IT} (%)
Aliaj Mg-5% Zn (AM1-5h), SPS 18, 450°C, 5 min/ ME-S	61,364 ± 2,973	370,46 ± 18,887	431,824 ± 17,956	14,237 ± 1,002	85,763 ± 1,002
Aliaj Mg-5%Zn-0,3%Mn (AM2-5h), SPS 12, 450°C, 5 min/ ME-S	53,607 ± 1,161	328,28 ± 12,93	381,887 ± 13,371	14,048 ± 0,452	85,952 ± 0,452
Aliaj Mg-5%Zn(AM1-7h), SPS 5, 450°C, 5 min/ ME1-S	54,258 ± 0,567	328,299 ± 17,307	382,557 ± 17,821	14,200 ± 0,545	85,800 ± 0,545
Aliaj Mg-5%Zn(AM1-10h), SPS 11, 450°C, 5 min/ ME2-S	55,368 ± 0,958	311,426 ± 17,783	366,794 ± 18,487	15,116 ± 0,574	84,884 ± 0,574
Aliaj Mg-5%Zn-0,3%Mn(AM2-7h), SPS 6, 450°C, 5 min/ ME3-S	57,347 ± 0,736	325,607 ± 18,422	382,954 ± 18,886	14,998 ± 0,632	85,002 ± 0,632
Aliaj Mg-5%Zn-0,3%Mn (AM2-10h), SPS 12, 450°C, 5 min/ ME4-S	55,887 ± 1,109	296,211 ± 11,679	352,098 ± 11,529	15,887 ± 0,623	84,113 ± 0,623

Aliajele de Mg prezintă variații ale proprietăților mecanice, funcție de compoziția chimică și de timpul de măcinare mecanică (5, 7 și 10h) a amestecurilor de pulberi compozite ME-AM1-5h, ME-AM2-5h, ME1-AM1-7h, ME2-AM2-7h, ME3-AM1-10h și ME4-AM2-10h, (AM1- amestecul de pulbere compozită din Mg-5%Zn (% at.) iar AM2- amestecul de pulbere compozită din Mg-5%Zn-0,3%Mn (% at.), sinterizate la 450°C/5min., în vid, la presiunea de 40 MPa.

Pentru aliajele de Mg în stare sinterizată (ME-S, ME1-S...ME4-S), realizate prin sinterizarea la 450°C/5 min., în vid, prin metoda SPS, a amestecurilor de pulberi compozite Mg-5% Zn-5h (ME-AM1-5h), Mg-5%Zn-0,3%Mn-5h (ME-AM2-5h), **Mg-5% Zn-7h** (ME1-AM1-7h), **Mg-5%Zn-0,3%Mn-7h** (ME3-AM2-7h), **Mg-5% Zn-10h** (ME2-AM1-10h) și **Mg-5%Zn-0,3%Mn-10h** (ME4-AM2-10 h), se constată următoarele:

- cea mai mare valoare a microdurității Vickers (133HV), s-a obținut pentru aliajul de Mg (ME4-S), elaborat din pulbere compozită de Mg-5%Zn-0,3%Mn (% at.) rezultată din MM a amestecului (AM2) la durată cea mai mare de timp-10h; având în vedere că are cea mai mică abatere standard (± 5) de la această valoare a microdurității, se poate considera că acest aliaj are cea mai omogenă microstructura dintre toate aliajele.
- în ceea ce privește influența timpului de măcinare asupra microdurității aliajelor de Mg experimentate, se constată că, raportat la aliajul de Mg cu aceeași compoziție chimică (Mg-5%Zn), creșterea duratei de MM de la 5h la 10h, determină o creștere a microdurității Vickers de 35,79%, în timp ce pentru aliajul de Mg-5%Zn-0,3%Mn, determină o creștere a valorii microdurității Vickers de 18,75%; prin urmare, durată de măcinare are o influență semnificativă asupra finisării granulației aliajelor de Mg și implicit, asupra creșterii valorilor microdurității Vickers;
- în ceea ce privește influența compoziției chimice asupra microdurității aliajelor de Mg experimentate, comparativ cu aliajele de Mg fără conținut de Mn (Mg-5%Zn), pentru aliajele Mg-5%zn-0,3%Mn se constată o creștere a valorilor microdurității cu 17,89% la 5 h MM; 4,46% la 7h MM și 3,1% la 10 h MM; prin urmare, Mn are

un rol suplimentar de durificare a matricei de Mg prin efectul de finisare a granulației indus prin reducerea dimensiunii de cristalit.

În concluzie, prin creșterea timpului de măcinare și adaosul de Mn în compoziția aliajului de Mg, se obține cel mai mare efect de durificare a matricei de Mg, prin finisarea granulației, ponderea cea mai mare pentru producerea acestui efect avându-l timpul de măcinare.

Din analiza valorilor modulului de elasticitate E , (GPa), pentru aliajele de Mg în stare sinterizată (ME-S, ME1-S...ME4-S), realizate prin sinterizarea la 450°C/5 min., în vid, prin metoda SPS, a amestecurilor de pulberi compozite Mg-5% Zn-5h (ME-AM1-5h), Mg-5%Zn-0,3%Mn-5h (ME-AM2-5h), **Mg-5% Zn-7h** (ME1-AM1-7h), **Mg-5%Zn-0,3%Mn-7h** (ME3-AM2-7h), **Mg-5% Zn-10h** (ME2-AM1-10h) și **Mg-5%Zn-0,3%Mn-10h** (ME4-AM2-10 h), se constată următoarele:

- cea mai mare valoare a modulului de elasticitate 46 ± 2 (GPa), s-a obținut pentru aliajul de Mg (ME4-S), elaborat din pulbere compozită de Mg-5%Zn-0,3%Mn (%at.) rezultată din MM a amestecului (AM2) la durata cea mai mare de timp-10h, cât și pentru aliajul Mg-5%Zn-0,3%Mn (%at.) obținut după MM de 5 h, ambele aliaje având cea mai mică abatere standard (± 2) de la valoarea rezultată pentru modulul de elasticitate. Dacă ne raportăm la valorile microdureității Vickers (112HV) și respectiv, la abaterea standard (± 11) rezultată din testarea prin nanoidentare a aliajului Mg-5%Zn-0,3%Mn (%at.) obținut după MM de 5 h, se poate considera că, acest aliaj nu prezintă o omogenitate și o durificare microstructurală (± 133 HV) la fel de bună cu a aceluiaș aliaj, rezultat după 10h de MM;
- pentru aliajele Mg-5%Zn-10 h (ME2-S) și respectiv, pentru aliajul Mg-5%Zn-0,3%Mn-7h (ME3-S) se remarcă, obținerea de valori ale modulului de elasticitate de 45 ± 3 (GPa) și respectiv, de 41 ± 2 (GPa), apropiate de a aliajului de Mg biodegradabil (41-45 GPa), precum și valori mari ale microdureității Vickers: 129 HV și respectiv, 117HV.

Analizând datele referitoare la deformabilitatea elastică și plastică ale aliajelor de Mg experimentate, se poate spune că toate aliajele de Mg au prezentat atât o deformare plastică, cât și o deformare elastică la aplicarea forței de indentare pe parcursul ciclului de încărcare/descărcare.

Din analiza curbelor de încărcare-descărcare, rezultă că toate aliajele de Mg studiate, suportă o deformare plastică importantă, dată de aria delimitată de curba de încărcare și curba de descărcare. Acest lucru este confirmat și de valorile obținute pentru indicele de plasticitate ($100 - \eta_{IT}$).

Selectare modele experimentale optimizate din aliaje de Mg: din punct de vedere al proprietăților fizico-chimice, microstructurale, proprietăților fizico-mecanice, se remarcă aliajele de **Mg ME2-S** și respectiv, **ME4-S**, din aliaje de Mg-5%Zn (%at.) și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn (%at.), obținute prin MM a amestecurilor de pulberi compozite la durata cea mai mare – 10h și sinterizare la 450°C cu palier de 5 min., în vid, la o presiune de 40MPa, pentru care s-au obținut:

- omogenizare și finisare microstructurală, dispersie uniformă a fazelor de Zn (pentru aliajul Mg-5%Zn) și a ambelor faze, Zn și Mn (pentru aliajul Mg-5%Zn-0,3%Mn), în matricea de bază, *densitate* **1,7...1,72 g/cm³**;
- cele mai mari valori ale *microdureității Vickers* **129 $\pm$ 13HV** și respectiv, **133 $\pm$ 5 HV**;
- cele mai mari valori ale indicelui de elasticitate **15,116 $\pm$ 0,574 (%)** și respectiv, **15,887 $\pm$ 0,623 (%)**;
- cele mai mari valori pentru *modulul de elasticitate* **45 $\pm$ 3 (GPa)** și respectiv, **46 $\pm$ 2 (GPa)**, ceea ce le recomandă aplicației vizate: **implanturi biodegradabile**.

În concluzie, din punct de vedere al proprietăților fizico-chimice, structurale și mecanice, **modelele experimentale optimizate** din aliaje pe bază de Mg sunt **ME2-S(AM1-10h și ME4-S(AM2-10h)**, obținute din **pulberile compozite optimizate de Mg-5%Zn și respectiv, Mg-5%Zn-0,3%Mn, rezultate la un timp optim de măcinare mecanică, de 10 ore**.

Testele de coroziune pentru aliajele de Mg experimentate, care vor fi prezentate în etapa următoare, vor aduce noi elemente care vor contribui la caracterizarea acestor aliaje și la o definitivare a parametrilor tehnologici de elaborare, putând fi validată funcționalitatea acestor aliaje biodegradabile de Mg și din punct de vedere electrochimic.

În cadrul **Activității 2.1/Obiectivul Științific OS2** au fost obținute următoarele rezultate:

Au fost testate la coroziune în medii de soluții saline 1M NaCl un număr de 11 probe, dintre care 8 eșantioane din material EHEA laminate și laminate și tratate termic și 3 eșantioane de aliaje EHEA sinterizate;

Au fost supuse la radiații ionizante cu radionuclizi Co-60 la o doză totală de 100 kGy un număr de 11 probe, dintre care 8 eșantioane din material EHEA laminate și laminate și tratate termic și 3 eșantioane de aliaje EHEA sinterizate;

Caracterizarea materialelor din punct de vedere al comportării la radiații ionizante:

Determinarea proprietăților electrice.

Comportarea la radiații ionizante a aliajelor EHEA

Atât probele neiradiate, cât și cele supuse iradierii au fost analizate din punct de vedere al caracteristicilor electrice prin determinarea rezistenței electrice - R (Ω), a rezistivității electrice - ρ (Ωm) și a conductivității electrice - σ (S/m). În tabelul de mai jos se prezintă valorile proprietăților electrice măsurate și calculate pe probe neiradiate. Probele au fost prelevate prin tăiere cu fir de Mo la dimensiunile cca 70 mm x 10 mm x 0,5 mm.

Proprietățile electrice măsurate la temperatura camerei ale materialelor EHEA neiradiate obținute prin procedee de topire

Denumire probă	L distanța dintre clești, m x 10 ⁻²	h1 – lățimea probei, m x 10 ⁻²	h2- grosimea probei, m x 10 ⁻⁴	Rezistența electrică măsurată, Ω x 10 ⁻²	Rezistivitatea electrică, ρ , Ωm x 10 ⁻⁶	Conductivitatea electrică, σ , S/m x 10 ⁵
EHEA1 S1L	5.32	1.00	5.00	1.77	1.67	6.00
EHEA1-S2-L	5.38	1.00	5.00	1.95	1.81	5.51
EHEA2-L	5.21	1.05	5.00	2.41	2.43	4.11
EHEA3 L	5.15	1.00	5.00	4.49	4.36	2.29
EHEA1 S1 L+TT	5.52	0.93	5.00	1.76	1.48	6.76
EHEA1 S2 L+TT	5.16	1.00	5.00	2.25	2.18	4.59
EHEA2 L+TT	5.33	1.00	5.00	1.95	1.83	5.47
EHEATA3 L+TT	5.27	0.96	5.00	3.67	3.34	3.00

Se remarcă faptul că atât compoziția chimică, numărul de topiri efectuate, cât și starea materialului, laminat sau tratat, influențează proprietățile electrice ale acestuia. Gradul de omogenitate al materialului exemplificat prin EHEA 1 topit o dată sau de 2 ori, presupune o scădere a dezordinii de împrăștiere a atomilor în nodurile rețelei cristaline. Același efect îl are și tratamentul termic aplicat materialelor. În ceea ce privește compoziția chimică se remarcă faptul că îndepărtarea cobaltului și creșterea concentrației de aluminiu conduce la creșterea proprietăților rezistive ale materialelor EHEA 2 și 3.

În tabelul de mai jos se prezintă valorile proprietăților electrice măsurate pe probe iradiate. Probele au fost prelevate prin tăiere cu fir de Mo la dimensiunile cca 20 mm x 10 mm x 0,5 mm.

Proprietățile electrice măsurate la temperatura camerei ale materialelor EHEA iradiate obținute prin procedee de topire

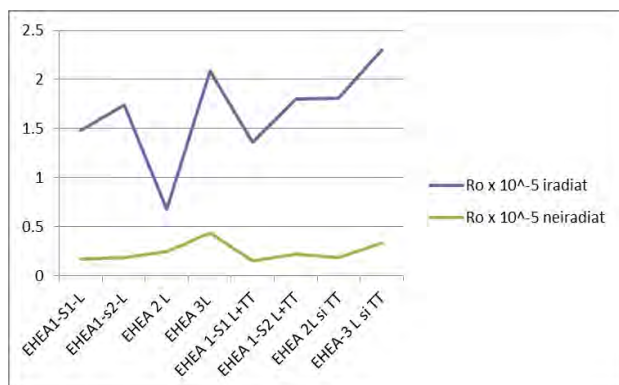
Denumire probă	Lungime, m x 10 ⁻²	Lățime, m x 10 ⁻²	Grosime, m x 10 ⁻⁴	Rezistența electrică măsurată, Ω x 10 ⁻²	Rezistivitatea electrică, ρ , Ωm x 10 ⁻⁵	Conductivitatea electrică, σ , S/m x 10 ⁴
EHEA1-S1-L	1.83	0.95	5.00	5.05	1.31	7.63
EHEA1-s2-L	1.69	0.93	5.00	5.67	1.56	6.41
EHEA 2 L	1.74	1.02	5.00	1.47	0.431	23.2
EHEA 3L	1.93	1.01	5.00	6.30	1.65	6.07
EHEA 1-S1 L+TT	2.10	1.00	5.00	5.10	1.21	8.24
EHEA 1-S2 L+TT	1.85	1.01	5.00	5.80	1.58	6.32
EHEA 2 l si TT	1.96	1.00	5.00	6.40	1.63	6.13
EHEAT-3 L si TT	2.04	0.98	5.00	8.20	1.97	5.08

Conform valorilor prezentate se observă că procesul de iradiere influențează proprietățile electrice ale materialelor sintetizate, așa cum era de așteptat. Compoziția chimică, omogenitatea și starea materialului contribuie semnificativ la modificările privind conducția electrică în astfel de materiale.

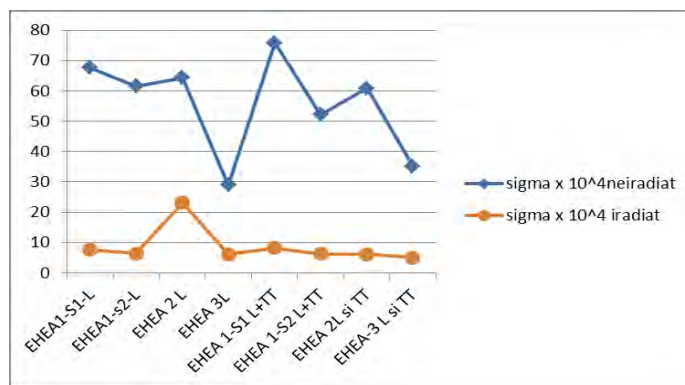
În figurile următoare se prezintă comparativ valorile de rezistivitate și conductivitate electrică pentru materialele EHEA sintetizate, înainte și după iradiere.

Se observă că iradierea timp de 143 ore cu radionuclizi de Co -60 la o doză totală de 100 kGy produce o dezordine chimică importantă, care este demonstrată de valorile crescute ale rezistivității electrice și valori scăzute ale conductivității electrice. Tratamentul termic aplicat evidențiază o tendință de uniformizare a

conductivității electrice pentru toate materialele sintetizate și testate. O ușoară scădere a conductivității electrice se remarcă pentru materialele sintetizate fără conținut de cobalt (EHEA 2 și EHEA 3).



Valorile comparative de rezistivitate electrică pe probe de aliaje realizate prin topire înainte și după iradiere



Valorile comparative de conductivitate electrică pe probe de aliaje realizate prin topire înainte și după iradiere

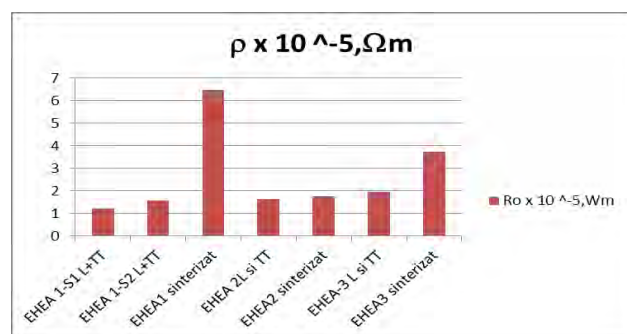
Materialele realizate prin sinterizare au fost măsurate din punct de vedere al proprietăților electrice, numai după efectuarea operației de iradiere.

Deși valorile proprietăților electrice măsurate sau calculate se încadrează ca ordin de mărime cu cele ale materialelor obținute prin procedeul de topire, totuși ele au fost cel mai mult influențate de procesul de iradiere datorită structurii lor mai poroase care contribuie la creșterea rezistivității electrice în dauna conductivității.

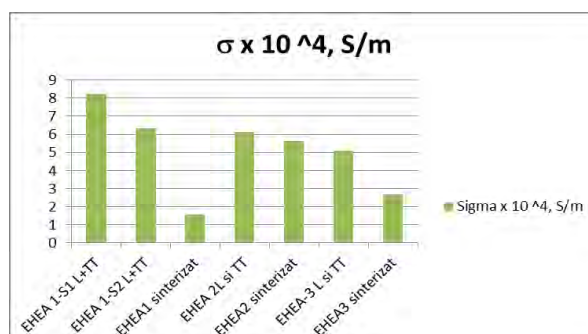
Proprietățile electrice, măsurate la temperatura camerei, ale materialelor EHEA obținute prin sinterizare după iradiere

Denumire proba	Lungime, m x 10 ⁻³	Lățime, m x 10 ⁻³	Grosime, m x 10 ⁻³	Rezistența electrică măsurată, Ω x 10 ⁻²	Rezistivitatea electrică, ρ, Ωm x 10 ⁻⁵	Conductivitatea electrică, σ, S/m x 10 ⁴
EHEA1 sinterizat	9.80	9.75	1.00	6.50	6.47	1.55
EHEA2 sinterizat	9.50	8.00	0.50	4.20	1.77	5.65
EHEA3 sinterizat	8.00	5.00	1.00	6.00	3.75	2.67

Comparând valorile obținute se observă că materialele sinterizate prezintă cele mai mari valori ale rezistivității electrice și cele mai mici valori ale conductivității electrice.



Rezistivitatea electrică comparativă în funcție de metoda de procesare utilizată



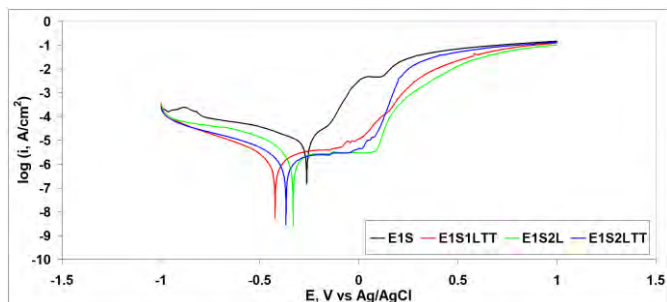
Conductivitatea electrică comparativă în funcție de metoda de procesare utilizată

Concluzionând, materialele sinterizate prezintă o rezistență la iradiere mai mică decât materialele obținute prin topire și supuse tratamentelor termo-mecanice si termice.

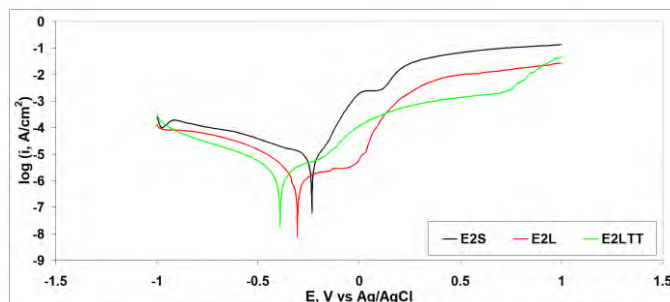
Caracterizarea materialelor după efectuarea testelor de coroziune/iradiere a constatat în:

Caracterizarea materialelor din punct de vedere al comportarii la coroziune:

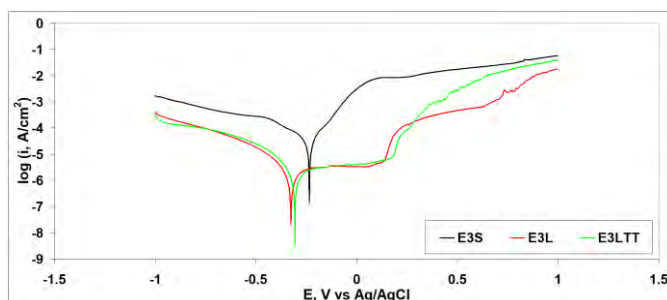
Din curbele de polarizare potențiodinamică au fost extrași parametrii cinetici ai procesului de coroziune.



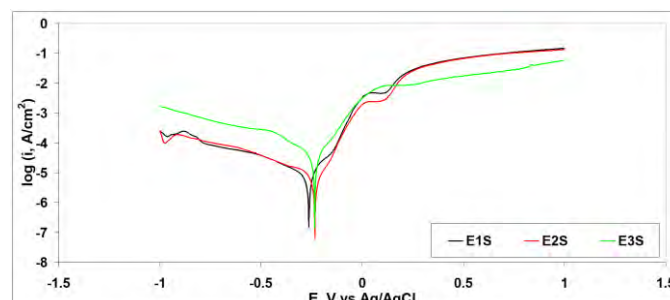
Curbe de polarizare potențiodinamică pentru grupul EHEA 1



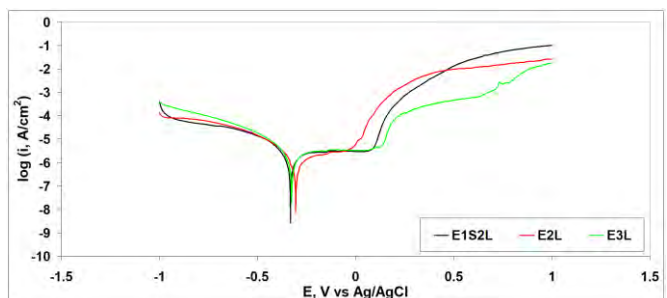
Curbe de polarizare potențiodinamică pentru grupul EHEA 2



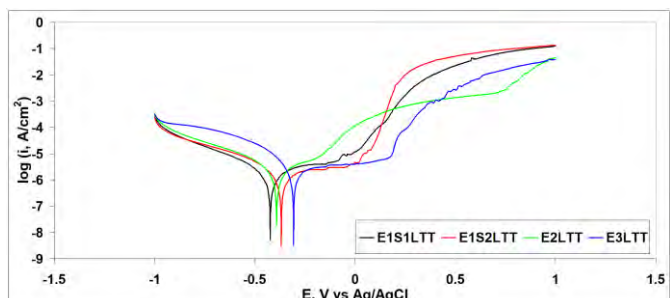
Curbe de polarizare potențiodinamică pentru grupul EHEA 3



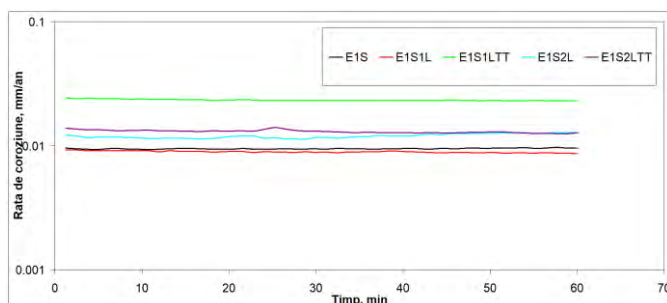
Curbe de polarizare potențiodinamică pentru grupul EHEA sinterizate.



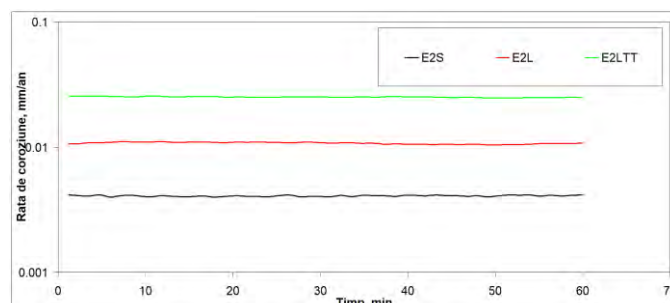
Curbe de polarizare potențiodinamică pentru grupul EHEA laminate



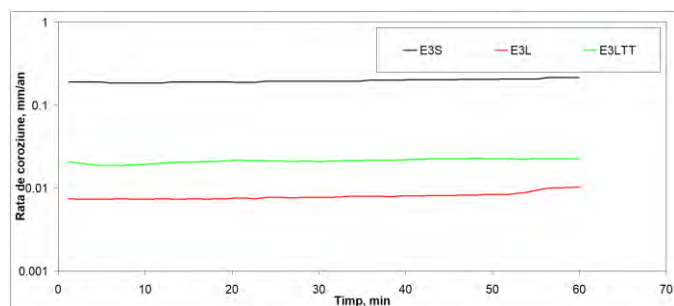
Curbe de polarizare potențiodinamică pentru grupul EHEA TT



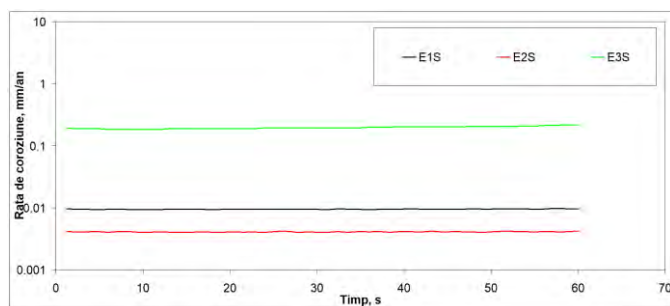
Variația ratei de coroziune în timp pentru grupul EHEA 1



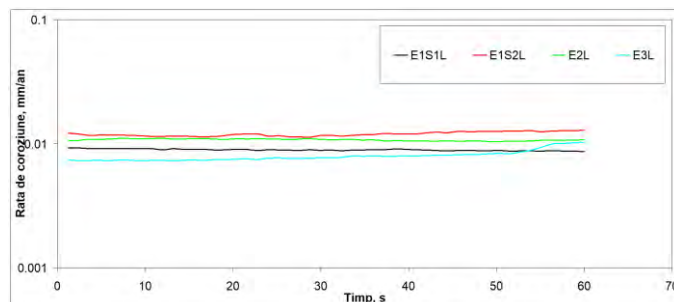
Variația ratei de coroziune în timp pentru grupul EHEA 2



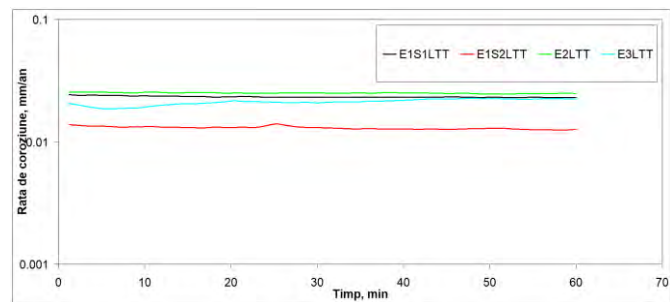
**Variația ratei de coroziune în timp
pentru grupul EHEA 3**



**Variația ratei de coroziune în timp
pentru grupul EHEA sinterizate**



**Variația ratei de coroziune în timp
pentru grupul EHEA laminate**



**Variația ratei de coroziune în timp
pentru grupul EHEA TT**

La conținuturi ridicate de Al ($x \geq 0,5$), filmul pasiv devine instabil și poate forma cu ușurință complexe ionice metastabile, care în cele din urmă se dizolvă. Prin urmare, structurile FCC cu raporturi scăzute de Al ($x \leq 0,25$) au o performanță de pasivare și o rezistență la coroziune mai bună în acest sistem de aliaje HEA - AlxCoCrFeNi.

Potențialul de coroziune, E_{corr} , reprezintă reactivitatea aliajului, a cărei valoare mai mare indică un material mai stabil. E_{pit} reprezintă rezistența materialului la corodarea prin pitting. i_{corr} este relevantă pentru viteza de coroziune.

Proprietățile îmbunătățite la coroziune ale aliajului CoCrFeNi (HEA 3 sinterizat) sunt atribuite microstructurii sale de soluție solidă FCC, favorabilă formării unei pelicule pasive stabile. Astfel, se consideră că anumite compoziții, cu o metodă de procesare adecvată ar trebui să facă din aliajele HEA, buni candidați pentru un aliaj rezistent la coroziune.

Parametrii cinetici de coroziune

Proba	Electrolit	Ecor, mV	icor, μA/cm²	Rp, kΩ·cm²	ba, mV/dec	bc, mV/dec	Rata de coroziune mm/an
E3S	NaCl 1M	-235,8	9,79	1,53	51,1	-44,7	11,45x10 ⁻²
E3L-TT	NaCl 1M	-306,7	1,38	17,98	296,5	-114,4	1,612x10 ⁻²
E3L	NaCl 1M	-322,9	0.24	16,14	42,8	-31,2	2,82x10 ⁻³
E2S	NaCl 1M	-231,1	4,48	3,77	101,0	-129,2	5,249x10 ⁻²
E1S2L-TT	NaCl 1M	-368,5	0,29	34,74	69,6	-57,7	3,39x10 ⁻³
E1S2L	NaCl 1M	-332,6	1,20	23,06	264,6	-120,9	1,411x10 ⁻²
E1S1L-TT	NaCl 1M	-423,3	0,38	32,06	86,4	-72,7	4,47x10 ⁻³
E2L-TT	NaCl 1M	-390,3	0,37	8,52	70,7	-50,8	4,33x10 ⁻³
E2L	NaCl 1M	-305,4	0,83	30,41	260,2	-116,5	9,76x10 ⁻³
E1S	NaCl 1M	-263,6	6,05	3,14	98,5	-214,6	7,082x10 ⁻²
E1S1L	NaCl 1M	necalculabil					
Parametrii cinetici de coroziune din literatura de specialitate pentru principalele aliaje rezistente la coroziune și aliaje cu entropie ridicată centralizați testați în soluție salina 3,5 % masă							
	stare	mV _{SHE}					
CoCrFeNi	turnat	-0.01	0.03				3.3× 10 ⁻⁴

Al0.5CoCrFeNi	turnat	-0.32	0.17				1.3×10^{-3}
Al0.5CoCrFeNi	350 °C/24h	-0.31	6.40				5.1×10^{-2}
Al0.5CoCrFeNi	500 °C/24h	-0.05	1.58				1.3×10^{-2}
Al0.5CoCrFeNi	650 °C/24h	0.29	0.53				4.2×10^{-3}
Al0.5CoCrFeNi	800 °C/24h	-0.39	0.30				2.4×10^{-3}
Al0.5CoCrFeNi	950 °C/24h	-0.29	2.22				1.8×10^{-2}
Oțel inox	-	0.02	0.06				5.3×10^{-4} - 3.4×10^{-3}
Oțel slab aliat	-						6.9×10^{-2} - 1.5×10^{-1}
Oțel cu carbon mic	-						9.7×10^{-2} - 8.1×10^{-1}
Aliaje de Ni	-						3.1×10^{-5} - 1.4×10^{-4}
Aliaje de Al	-						8.9×10^{-4} - 2.9×10^{-3}
Aliaje de Ti	-						8.0×10^{-6} - 2.5×10^{-4}
Sticle metalice	-						1.0×10^{-3} - 2.9×10^{-1}

Alierea cu Al afectează proprietățile filmului de pasivare format la suprafața aliajelor HEA. În aliajele HEA care conțin Al, o creștere a concentrației de Al conduce la formarea de filme pasive poroase și o rezistență slabă la coroziune. Mai mult, creșterea conținutului de Al încurajează creșterea fazei BCC în sistemul AlxCoCrFeNi în care filmele pasive tind să fie mai puțin stabile și mai susceptibile la coroziune, în comparație cu cele formate pe suprafețele unui aliaj HEA structurat FCC cu raporturi scăzute de Al (de exemplu, $x \leq 0,3$).

Aliajele HEA cu o microstructură monofazică, în special o structură FCC, tind să aibă o rezistență mai bună la coroziune decât aliajele HEA multifazice.

Cele mai bune rezultate au fost obținute pentru aliajele **EHEA3 L**, **EHEA 1 S2 L-TT**, **EHEA 1 S1 L-TT**, **EHEA 2 L-TT** și **EHEA 2 L** sugerând că **tratamentul termic efectuat asupra materialului EHEA 3 conduce la modificarea raportului fazic FCC/BCC din material în detrimentul fazei FCC.**

Determinarea caracteristicilor electrochimice de coroziune

Parametrii electrochimici EIS

Proba	Electrolit	EECH, mV	Rs, $\Omega \cdot \text{cm}^2$	Rp, $\text{k}\Omega \cdot \text{cm}^2$	Cdl, $\mu\text{F}/\text{cm}^2$
E3S	NaCl 1M	-159	12,88	1,067	372,6
			1145	0,5	158900
E3L-TT	NaCl 1M	50	3,14	0,591	0,215
			541,2	122,7	32,41
E3L	NaCl 1M	67	2,59	0,79	0,127
			1026	128,9	61,72
E2S	NaCl 1M	-129	171,1	146,5	43,43
E1S2L-TT	NaCl 1M	-124	4,91	0,525	1,912
			367,9	126,7	158,1
E1S2L	NaCl 1M	-125	6,30	0,754	8,442
			532,1	366,2	173,8
E1S1L-TT	NaCl 1M	-152	1,65	0,383	0,83
			339,3	32,05	248,2
E2L-TT	NaCl 1M	-166	4,12	0,336	0,094
			295,6	62,06	162,0
E2L	NaCl 1M	-7	6,49	3,343	0,952
			3598	29,93	132,8
E1S	NaCl 1M	-131	15,8	36,67	68,57
E1S1L	NaCl 1M	-33	6,55	1,985	5,067
			1458	73,89	68,05

Analiza soluțiilor de electrolit

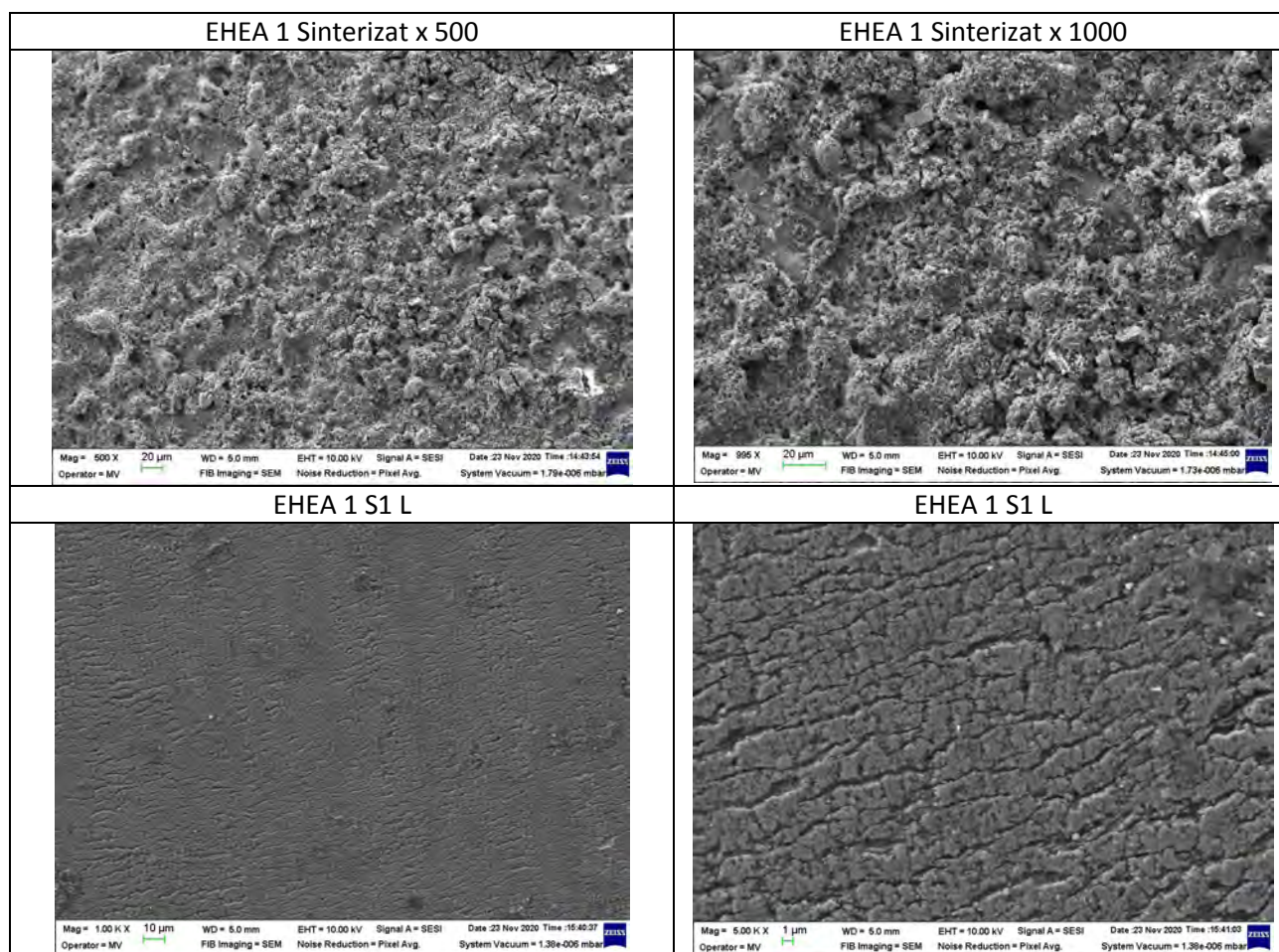
Parametrii fizico-chimici ai electrolitului (înainte și după măsurătorile electrochimice)

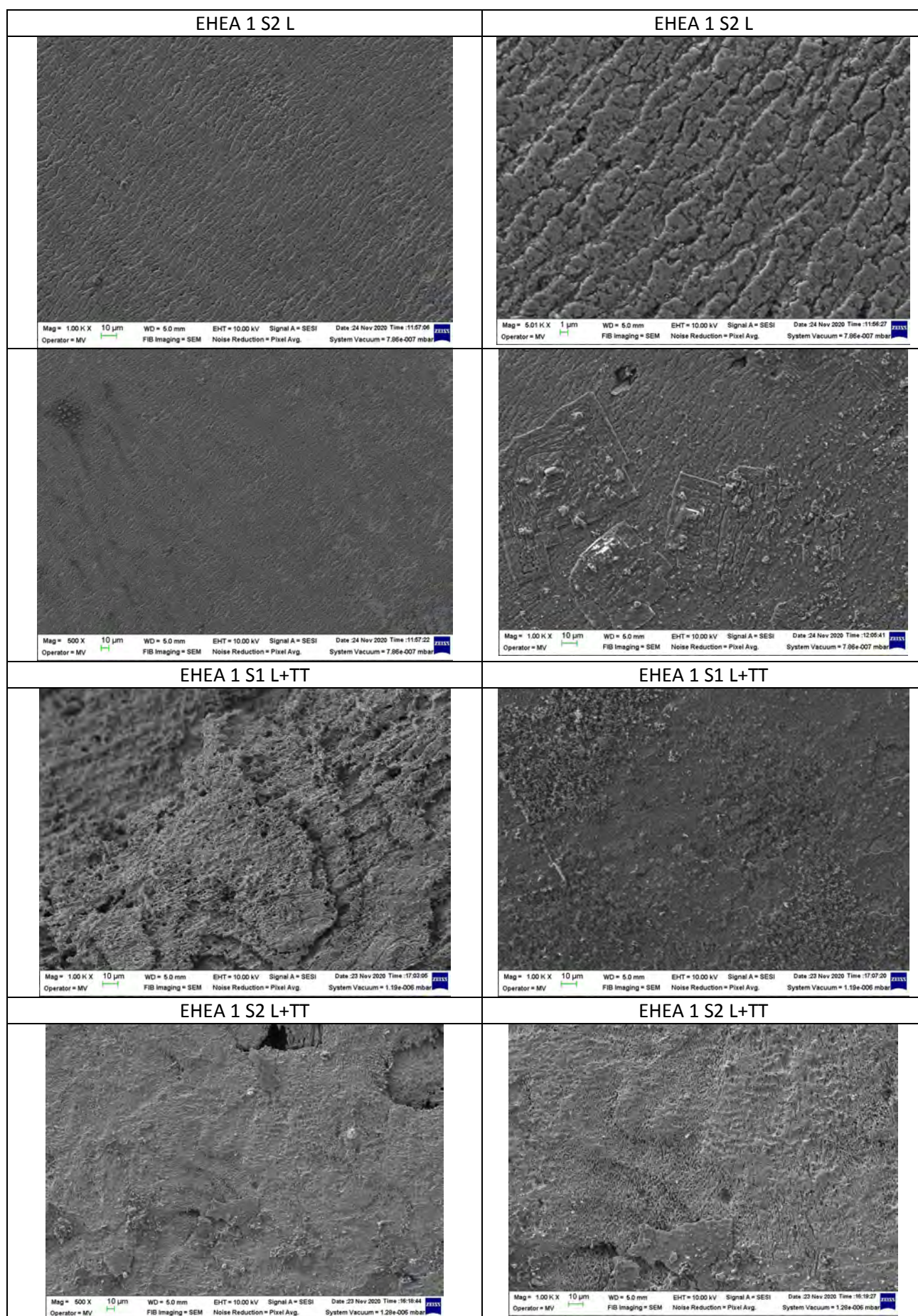
Proba	pH	Conductivitate (mS/cm)	Oxigen dizolvat (ppm)	Temperatura (°C)
Soluție NaCl 1M inițială	8.01	51,9	10,6	23.8
Sol. finală EHEA 3 LAM	7.4	36.1	7.6	24.3
Sol. finală EHEA 1 SINT LTT	7.17	36.8	6.37	25.4
Sol. finală EHEA 1 SINT	7.44	48.1	6.2	22.4
Sol. finală EHEA 3 SINT	7.8	39	7.48	23
Sol. finală EHEA 2 SINT	7.35	36.9	6.7	24
Sol. finală EHEA 1 SI	7	46	6.3	24
Sol. finală EHEA 1 S2 LTT	7.25	36.6	5.89	24
Sol. finală EHEA 1 S2	7.06	37.2	7.23	23.4
Sol. finală EHEA 2 LTT	7.25	36.4	8.15	23
Sol. finală EHEA 3 LTT	7.09	36.2	7.5	22.5
Sol. finală EHEA 2 LAM	6.86	37	8.11	22

Se remarcă scăderea valorilor pH-ului de la caracterul bazic spre unul neutru, scăderea conductivității electrice a electrolitului, precum și a cantității de oxigen dizolvat, după efectuarea măsurătorilor electrochimice. Reducerea conținutului de oxigen din electrolit este pus pe seama reacției de oxidare a suprafeței materialului cu formarea peliculei de pasivare.

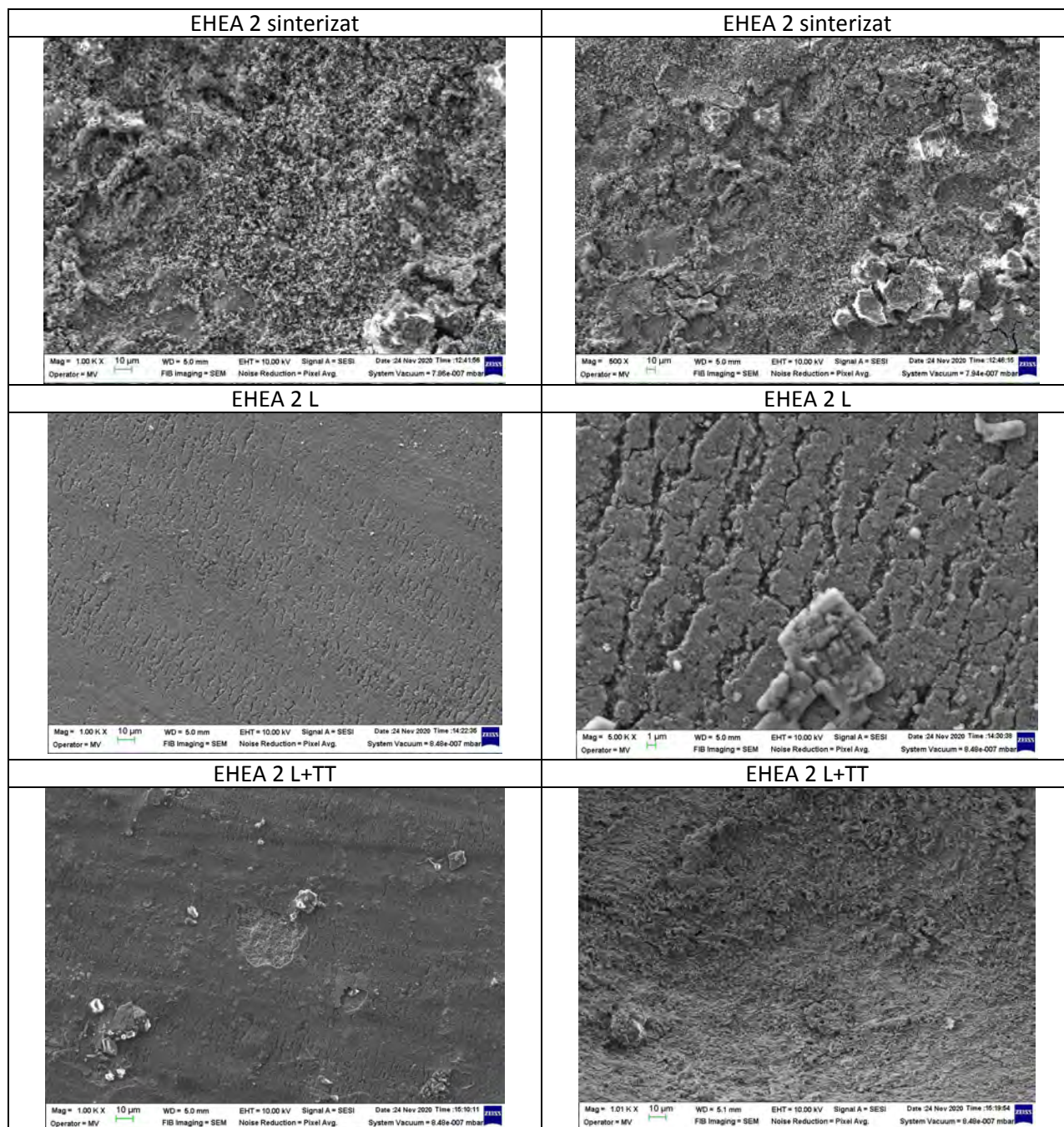
Evidențierea microstructurală a tipului de coroziune la care a fost supus materialul și caracterizarea filmului pasiv format pe suprafața materialelor

În figurile următoare se prezintă imaginile de microscopie electronică ale suprafeței supuse coroziunii pentru materialele analizate.

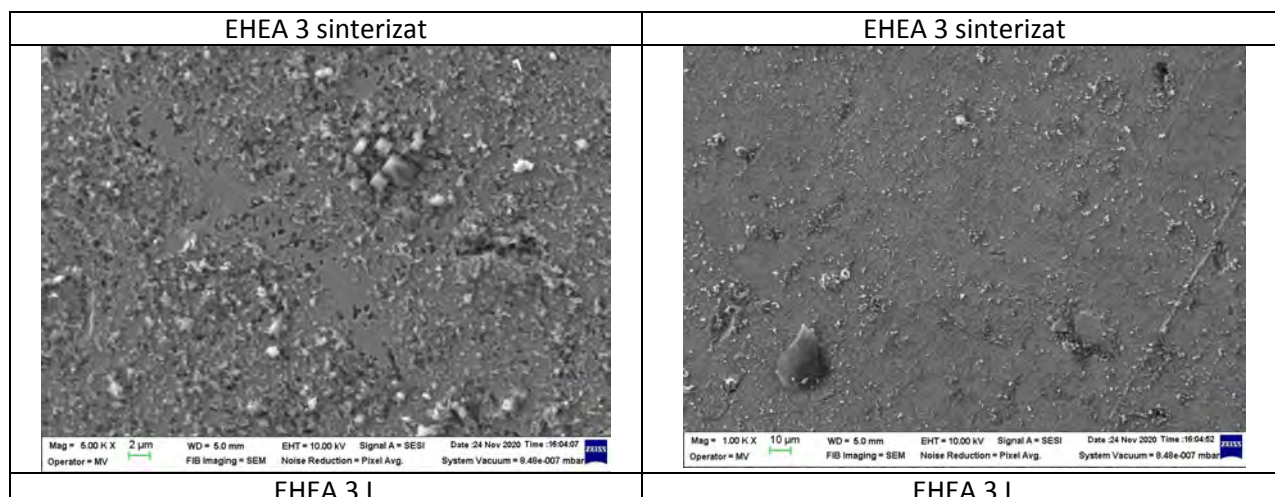


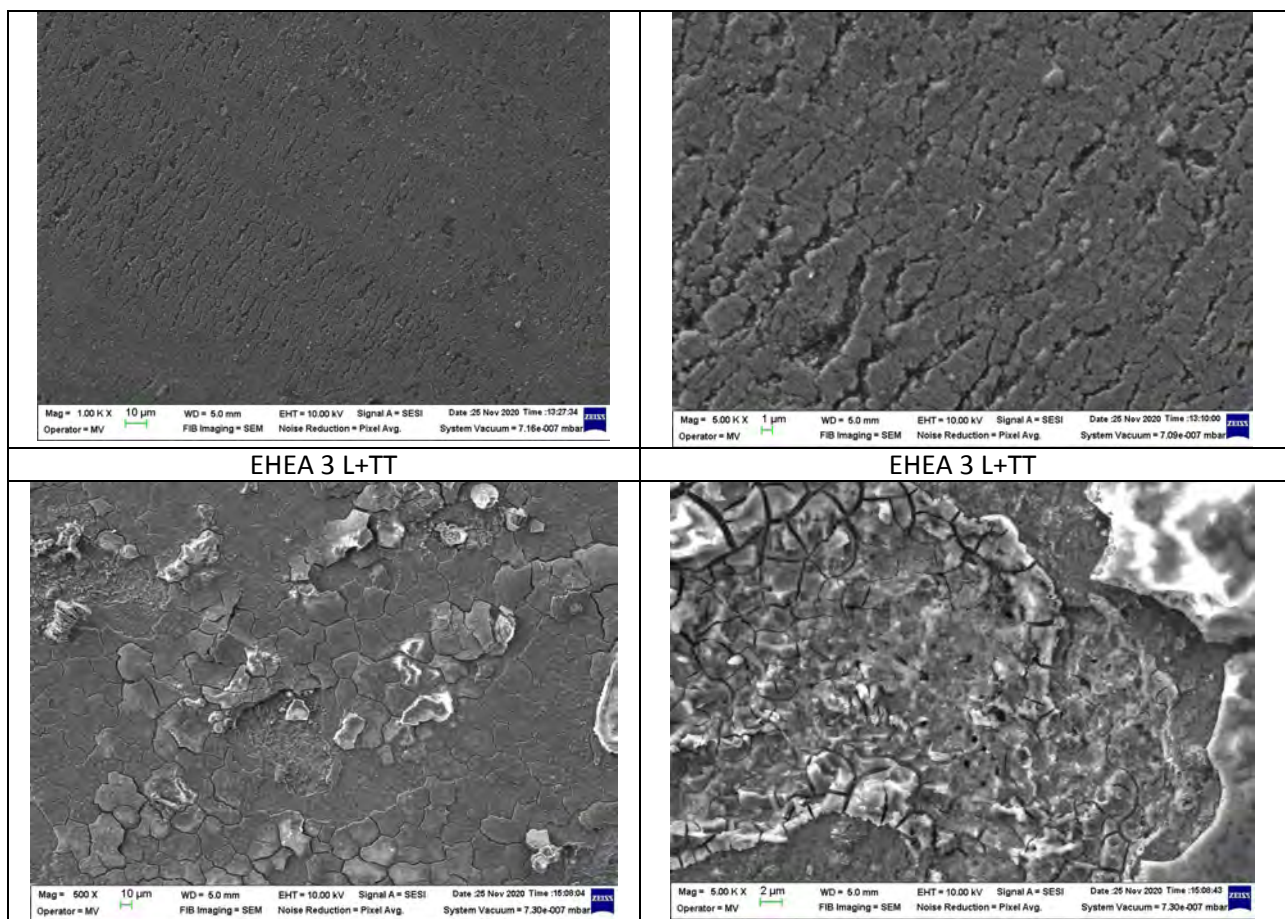


***Analiza microstructurală a suprafeței corodate pentru sistemul de aliaje EHEA 1
în diferite stări de procesare***



***Analiza microstructurală a suprafeței corodate pentru sistemul de aliaje EHEA 2
în diferite stări de procesare***





Analiza microstructurală a suprafeței corodate pentru sistemul de aliaje EHEA 3 în diferite stări de procesare

Se remarcă pentru toate materialele testate în mediu apos salin 1M NaCl formarea unei pelicule pasivante la suprafața probelor a cărei calitate este mai bună sau mai puțin bună în funcție de gradul de omogenitate din material, de tipurile și proporția fazică existentă în material și de starea materialului - sinterizat, laminat sau tratat termic. Din imaginile SEM se remarcă formarea unor filme pasive poroase și slab aderente la suprafața materialului, ceea ce arată tendința spre corodare a acestor materiale. Totuși, viteza de coroziune obținută din înregistrările electrochimice arată că materialele prezintă o viteză de coroziune similară cu cea a materialelor rezistente la coroziune clasice.

Analiza chimică semicantitativă realizată prin EDS, % masa

	Ni	Cr	Co	Fe	Al	O	Cl	Ca	Na	
EHEA 1 cf reteta	57.19	11.49	13.02	12.34	5.96					
EHEA 1 S1 L	7.5	22.9	7.0	28.2	7.9	24.7	0.8	0.2	0.5	K-0.1 Si-0.3
EHEA 1 S2 L	10.2	20.0	7.9	30.4	8.8	22.0	0.2	0.2		K-0.1 Si-0.2
EHEA 1 S1 L+TT	29.8	23.8	21.6	20.5	2.1	2.0	0.2			
EHEA 1 S2 L+TT	31.3	20.9	22.6	21.3	2.0	1.5	0.2			Si-0.1
EHEA 1 Sinterizat	20.5	4.9	9.6	5.2	2.5	16.6	21.2		2.2	K-13.4 Cu-3.8 Si-0.2
EHEA 2 cf reteta	48.26	20.36	-	21.87	9.51					
EHEA 2 L	5.4	20.0	-	41.4	4.1	26.9	0.7	0.3		K-0.8 Si-0.4
EHEA 2 L+TT	8.6	24.0	-	30.5	7.9	26.9	0.4	0.2		K-0.8

										Si-0.7
EHEA 2 Sinterizat	31.4	5.5		12.8	4.2	21.7	9.9		2.8	Cu-8.7 Si-0.2
EHEA 3 cf reteta	49.94	20.11	-	21.60	8.35					
EHEA 3 L	5.1	18.4		42.9	5.2	27.7	0.1	0.1		K-0.1 Si-0.4
EHEA 3 L+TT	23.5	15.7		25.6	4.1	26.0	4.4	0.2		K-0.2 Si-0.3
EHEA 3 Sinterizat	47.0	7.3		27.5		8.5	4.1	0.1	5.5	Cu-0.1

Analiza chimică semicantitativă prezentată în tabelul de mai sus evidențiază pentru toate materialele și condițiile de procesare luate în studiu, compoziția chimică a filmului pasiv format pe suprafața aliajului.

În urma investigațiilor realizate, au fost desprinse următoarele **concluzii**:

(1) Iradierea timp de 143 ore cu radionuclizi de Co-60 la o doză totală de 100 kGy produce o dezordine chimică importantă care este demonstrată de valorile crescute ale rezistivității electrice și valori scăzute ale conductivității electrice.

(2) Tratamentul termic aplicat evidențiază o tendință de uniformizare a conductivității electrice pentru toate materialele sintetizate și testate.

(3) O ușoară scădere a conductivității electrice se remarcă pentru materialele sintetizate fără conținut de cobalt (EHEA 2 și EHEA 3).

(4) Materialele EHEA sinterizate prezintă cele mai mari valori ale rezistivității electrice indicând cea mai mare dezordine chimică în structura materialului.

(5) Alierea cu Al afectează proprietățile filmului de pasivare format la suprafața aliajelor HEA. În aliajele HEA care conțin Al, o creștere a concentrației de Al conduce în general la formarea de filme pasive poroase și o rezistență slabă la coroziune. Aceasta se datorează faptului că în sisteme bifazice de material, creșterea conținutului de Al încurajează creșterea fazei BCC, în care filmele pasive tind să fie mai puțin stabile și mai susceptibile la coroziune, în comparație cu cele formate pe suprafețele unui aliaj HEA structurat FCC cu raporturi scăzute de Al (de exemplu, $x \leq 0,3$).

(6) Aliajele HEA cu o microstructură monofazică, în special o structură FCC, tind să aibă o rezistență mai bună la coroziune decât aliajele HEA multifazice. Unele aliaje HEA cu structură FCC, cum ar fi CoCrFeNi, sunt comparabile și chiar mai rezistente la coroziune decât aliajele convenționale.

(7) Cele mai bune rezultate au fost obținute pentru aliajele **EHEA3 L, EHEA 1 S2 L-TT, EHEA 1 S1 L-TT, EHEA 2 L-TT și EHEA 2 L** sugerând că **tratamentul termic efectuat asupra materialului EHEA 3 conduce la modificarea raportului fazic FCC/BCC din material în detrimentul fazei FCC.**

(8) Proprietățile îmbunătățite la coroziune ale aliajului CoCrFeNi (HEA 3 sinterizat) sunt atribuite microstructurii sale de soluție solidă FCC, favorabilă formării unei pelicule pasive stabile.

Aliajele EHEA cu compozitii și tratamente termice adecvate pot fi dezvoltate ca materiale structurale rezistente la coroziune în medii apoase de NaCl și rezistente la radiații ionizante

Diseminarea rezultatelor proiectului/OS2 s-a realizat printr-un articolul ISI:

A. Iorga, M. Lucaci, M. Lungu, E. Vasile, M. Straticiu, I. Burducea, V. Marinescu, D. Talpeanu, G. Sbarcea, N. Stancu, E. Manta, M. Marin, D. Cirstea, I. Ion, Advanced high strength steel (AHSS) alloys processed by powder metallurgy techniques, acceptat in Sept. 2020 spre publicare in Romanian Journal of Physics, ISSN 1221-146X (print), ISI IF = 1.197, AIS = 0,17.

În concluzie, ca urmare a îndeplinirii obiectivelor OS2 și activităților prevazute în Faza 4a/10.12.2020 a proiectului CDI NUCLEU PN 19310102/2019 se consideră oportună continuarea lucrărilor de cercetare industrială, în etapa următoare, cu completarea activităților de testare electrochimică în alte medii corozive și completarea caracterizării materialelor supuse la iradiere cu determinarea proprietăților termice si /sau derularea de experimente de iradiere cu radiații ionizante cu ioni grei dacă va fi posibil.

În cadrul **Activității 2.1/Obiectivul Stiintific OS3** au fost efectuate **activități de cercetare industrială**, care au implicat: **(i)** studiu documentar cu referire la metodele de testare electrochimică *in vitro* a aliajelor biodegradabile de Mg, mecanismul coroziunii la aliajele de Mg, aspectele de care trebuie să se țină seama pentru îmbunătățirea rezistenței la coroziune la aliajele de Mg pentru aplicații biomedicale, **(ii)** testarea electrochimică a modelelor experimentale de aliaje de Mg, prin două metode de lucru (metoda de polarizare potențiodinamică (PDP) și spectroscopia de impedanță electrochimică (EIS)), **(iii)** selectarea modelelor funcționale pentru aplicațiile

ortopedice, **(iv)** identificarea soluției originale și elaborarea unei cereri de brevet, **(v)** elaborarea unui articol de tip Review și trimiterea spre publicare la o revista de impact internațional.

Comportamentul la coroziune al aliajelor Mg este influențat de mulți factori, cum ar fi compoziția, mărimea granulelor, cantitatea și distribuția celorlalte faze. Îmbunătățirea rezistenței la coroziune a aliajelor de magneziu pentru aplicații biomedicale trebuie să aibă în vedere mai multe aspecte:

- ✓ reducerea efectelor nocive ale impurităților prin selectarea materiilor prime de înaltă puritate sau chiar ultra-pure, selectarea anumitor elemente de aliere și îmbunătățirea procesului de topire a aliajelor de Mg;
- ✓ cercetarea sistematică a categoriei și cantității de elemente de aliere, astfel încât să prezinte o bună compatibilitate și să poată îmbunătăți atât proprietățile mecanice dar și comportamentul la coroziune;
- ✓ mai multe procese eficiente care să poată fi utilizate pentru a modifica comportamentul de coroziune în timpul pregătirii aliajelor Mg, cum ar fi solidificarea rapidă, deformarea plastică severă și tratamentul termic adecvat.

În ceea ce privește proprietățile mecanice, pentru implanturile ortopedice, este necesar să fie aproape de valorile osoase și anume: **os natural**: densitate: 1,8-2,1 g/cm³; Modul de elasticitate: 3-20 GPa; rezistența la compresiune: 110 MPa, **aliaj de Mg biodegradabil**: densitate: 1,74-2.0 g/cm³; Modul de elasticitate: 41-45 GPa, rezistența la compresiune: 200 MPa. Aplicațiile ortopedice ar trebui să ofere integritate mecanică care protejează osul până la 12-18 săptămâni înainte ca țesutul osos să se vindece iar viteza de coroziune ar trebui să fie mai mică de **0,5 mm/an**, în fluidul corporal simulat de 37 ° C (SBF).

➤ **Din testarea electrochimică a aliajelor de Mg, au rezultat următoarele:**

Au fost **testate electrochimic 6 modele experimentale (ME-S)**, din amestecuri de pulberi compozite AM1 (Mg-5%Zn) și AM2 (Mg-5%Zn-0,3%Mn), realizate în vid, prin SPS la 450°C/ 5 min., la o presiune de max. 40 MPa:

- ✚ **ME1-S (cod 1)** – modele experimentale sinterizate din amestecuri de pulberi compozite AM1 din sistemul Mg-5%Zn (% gr.), obținute prin AM, timp de 5 ore;
- ✚ **ME2-S(cod 14)** – modele experimentale sinterizate din amestecuri de pulberi compozite AM2 din sistemul Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.), obținute prin AM, timp de 5 ore;
- ✚ **ME3-S (cod P1)** – modele experimentale sinterizate din amestecuri de pulberi compozite AM1 din sistemul Mg-5%Zn (% gr.), obținute prin AM, timp de 7 ore;
- ✚ **ME4-S(cod P2)** – modele experimentale sinterizate din amestecuri de pulberi compozite AM2 din sistemul Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.), obținute prin AM, timp de 7 ore;
- ✚ **ME5-S(cod P9)** – modele experimentale sinterizate din amestecuri de pulberi compozite AM1 din sistemul Mg-5%Zn (% gr.), obținute prin AM, timp de 10 ore;
- ✚ **ME6-S(cod P10)** – modele experimentale sinterizate din amestecuri de pulberi compozite AM2 din sistemul Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.), obținute prin AM, timp de 10 ore.

Condiții de măsurare. Măsurătorile electrochimice au fost realizate cu ajutorul unui potențiostat/galvanostat VoltaLab 40, folosind o celulă electrochimică standard, cu 3 electrozi (electrod de referință: Ag/AgCl; contraelectrod: platină) și camasă de termostatare. Probele au fost debitate în formă de discuri cu diametrul de 15mm și grosimea de 5mm și au fost fixate în celula electrochimică cu ajutorul unui dispozitiv disc-rotitor. Toate măsurătorile au fost efectuate la temperatura camerei și presiune atmosferică.

Măsurătorile de potențial în circuit deschis (OCP) au fost efectuate timp de 10 minute la începutul testării și la final, pentru a observa tendința filmului pasivant aparut *in-situ* la interfața metal-electrolit.

Testele de variație a rezistenței la polarizare și a ratei de coroziune în timp au fost determinate prin metoda repetitivă a baleierii potențialului pe un interval de ± 70 mV în jurul potențialului de echilibru, trasarea curbelor de polarizare și calcularea prin metoda Stern a rezistenței la polarizare și a ratei de coroziune pentru fiecare interval de timp. Curbele de polarizare au fost trasate în regim potențiodinamic pe un domeniu de ± 500 mV față de potențialul staționar al fiecărei probe, la o viteză de baleiere a potențialului de 0,5mV/s. Reprezentate în coordonate Tafel ($\log i - E$) permit calculul unor parametri electrochimici ai procesului: potențialul de coroziune E_{cor} , curent de coroziune i_{cor} , pante Tafel anodică b_a și catodică b_c , rezistența la polarizare R_p , rata de coroziune v_{cor} .

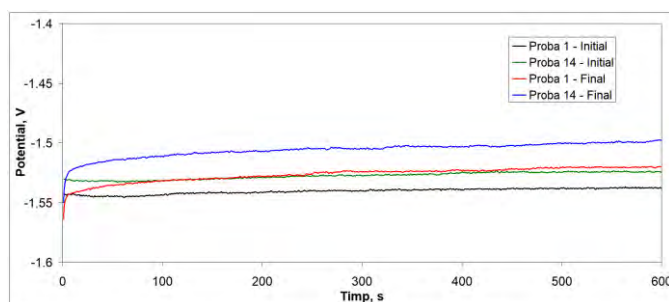
Testele de spectroscopie de impedanță electrochimică au fost efectuate pe un domeniu de frecvență cuprins între 100 kHz și 2 mHz, cu o amplitudine a semnalului de 10 mV față de potențialul de echilibru. Numărul de puncte de preluare a semnalului de răspuns, per decadă, a fost 10.

În tabelul de mai jos, sunt date codificările de material compozit în stare sinterizată, compozițiile chimice și timpul de procesare a materialelor compozite studiate. Reprezentările grafice sunt date, comparativ, pentru materialele compozite realizate după 5 h de aliere mecanică (AM), codificate cu 1 și respectiv 14, precum și pentru materialele compozite realizate după 7 h și respectiv, 10 h de AM, codificate cu P1, P2 și respectiv P9 și P10.

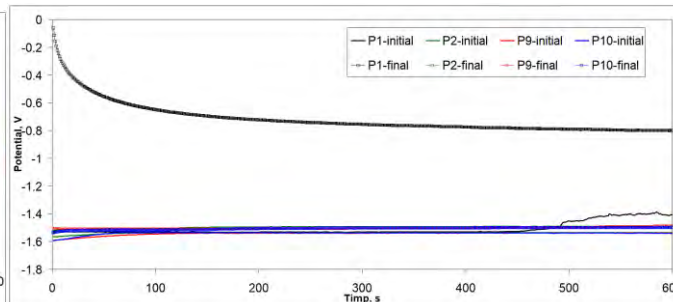
Materiale compozite biodegradabile pe bază de magneziu, testate electrochimic.

Nr. crt.	Cod material compozit sinterizat în plasmă	Compoziție chimică (% gr.)/număr ore de aliere mecanică (AM)
1	1	Mg-5%Zn/ 5h AM
2	14	Mg-5%Zn-0,3%Mn/ 5h AM
3	P1	Mg-5%Zn/ 7h AM
4	P2	Mg-5%Zn-0,3%Mn/ 7h AM
5	P9	Mg-5%Zn/ 10h AM
6	P10	Mg-5%Zn-0,3%Mn/ 10 h AM

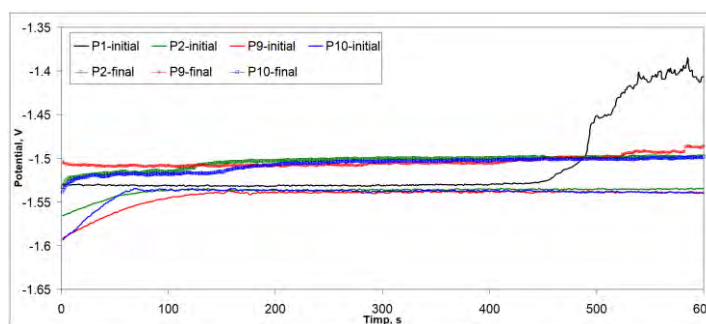
Sunt prezentate curbele de variație în timp a potențialului în circuit deschis, la începutul testării electrochimice și la final, după testele de coroziune, pentru probele 1 și respectiv, 14, din materiale obținute din pulberi compozite AM timp de 5 h (a), precum și pentru probele P1 și respectiv, P2, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 7 h, precum și pentru probele P9 și respectiv, P10, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 10 h (b și c). Se observă că, în cazul ambelor probe (1 și 14), potențialul tinde către valori mai electropozitive, atât inițial, cât și după testele de coroziune. Se observă, de asemenea, în cazul ambelor probe, că valorile potențialului staționar cresc cu aproximativ 50 mV după testele de coroziune, ceea ce indică o tendință de înnobilare a filmelor pasivante formate, *in situ*, la interfața metal-electrolit.



a)



b)



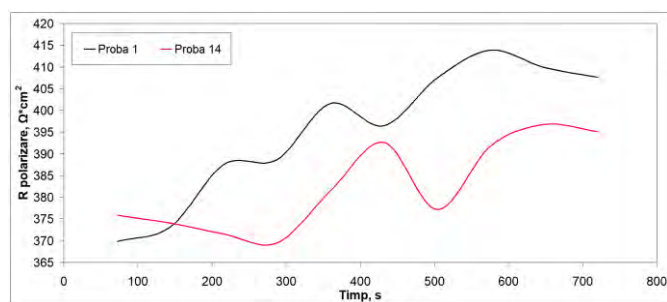
c)

Variația potențialului în circuit deschis în timp (înainte și după coroziune), pentru probele 1 și 14 (a), precum și pentru probele P1, P2, P9 și P10 (b, c)

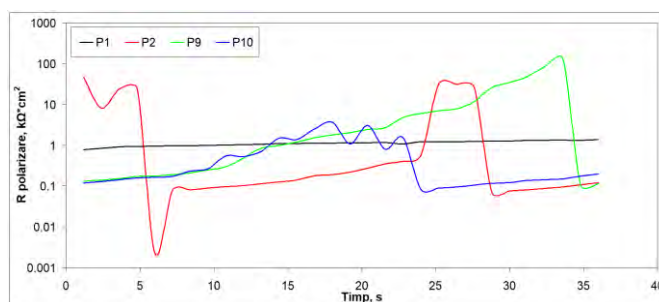
Se observă că, în cazul tuturor probelor (P1, P2, P9 și P10), potențialul tinde către valori mai electropozitive, atât inițial cât și după testele de coroziune. Proba P1 prezintă o tendință foarte accentuată de innobilare după atacul electrochimic, ceea ce conduce la ipoteza că filmul pasiv, format *in situ* la interfață, este unul extrem de stabil chimic și electrochimic. Valoarea medie a potențialului staționar (mai electropozitiv cu aproximativ 1000 mV) precum și variația foarte scăzută în timp, întăresc această ipoteză. Se observă, de asemenea, în cazul celorlalte probe, că valorile potențialului staționar cresc cu aproximativ 50-100 mV după testele de coroziune, ceea ce indică apariția unor interfețe stabile din punct de vedere chimic și electrochimic.

Sunt prezentate curbele de variație a rezistenței la polarizare în timp, pentru probele 1 și respectiv, 14, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 5 h. Se observă, în cazul ambelor probe (1 și 14),

că rezistența la polarizare crește în timp, în concordanță cu evoluția nobilă a filmelor pasvante, evoluție pusă în evidență și de măsurătorile de variație a potențialului staționar în timp (a).



a)

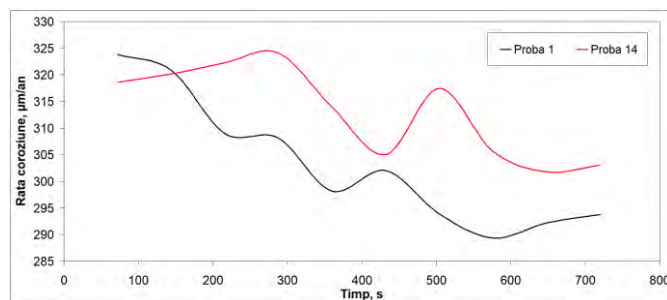


b)

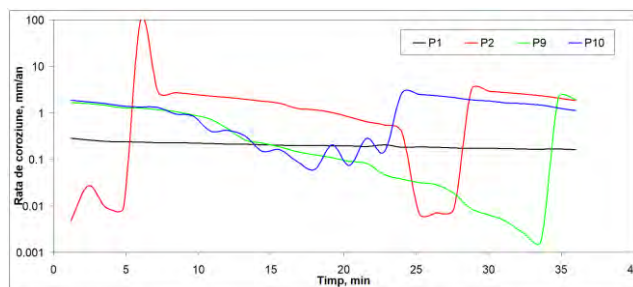
Variația rezistenței la polarizare în timp, pentru probele 1 și 14 (a) și pentru probele P1, P2, P9 și P10

Din curbele de variație a rezistenței la polarizare în timp, pentru probele P1 și respectiv, P2, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 7 h, precum și pentru probele P9 și respectiv, P10, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 10 h (b), se constata ca, cu excepția probei P1, în cazul tuturor probelor, că rezistența la polarizare are o variație haotică în timp, ceea ce indică transformări dinamice ale filmelor de la interfață, acest fapt fiind atribuit instabilității chimice ale compușilor constituenți. În cazul probei P1, se observă o evoluție constantă în timp a rezistenței la polarizare, ceea ce indică formarea *in situ* la interfața metal-electrolit, a unor filme pasivante alcătuite din compuși chimici stabili. Formarea acestor filme este de natură chimică, întrucât acest lucru a fost observat și în cazul măsurătorilor de potențial în circuit deschis vs timp, unde nu există atac electrochimic. Mai mult decât atât, stabilitatea acestor filme este una foarte bună chiar și în cazul unui atac electrochimic slab (70 mV în jurul potențialului staționar).

Sunt prezentate și evoluțiile ratei de coroziune în timp, pentru probele 1 și respectiv, 14, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 5 h (a) observandu-se o scădere a ratelor de coroziune la ambele probe, în concordanță cu evoluția rezistenței la polarizare pentru aceste probe.



a)

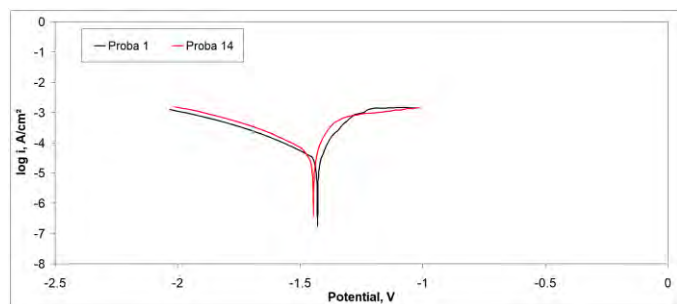


b)

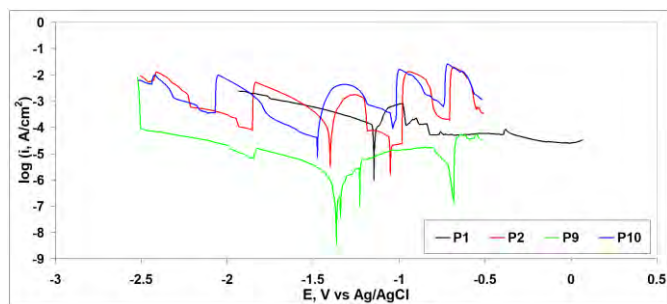
Variația ratei de coroziune în timp, pentru probele 1 și 14 (a) și probele P1, P2, P9 și P10 (b)

Din evoluția ratei de coroziune în timp, pentru probele P1 și respectiv, P2, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 7 h, precum și pentru probele P9 și respectiv, P10, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 10 h (b), se observă o ușoară tendință de scădere a ratelor de coroziune la toate probele, cu excepția probei P1, în concordanță cu evoluția rezistenței la polarizare, pentru aceste probe.

Sunt prezentate curbele de polarizare potențiodinamică, pentru probele 1 și respectiv, 14, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 5 h (a). Se observă că, atât potențialele de echilibru cât și cele de coroziune sunt deplasate puternic spre valori negative, în zona catodică, ceea ce indică faptul că probele sunt foarte susceptibile la coroziune. Valorile mari ale ratei de coroziune (0,313 pentru proba 1 și respectiv, 0,340 mm/an pentru proba 14) indică o apartenență a materialelor din care sunt realizate probele la grupa de coroziune "instabil".



a)

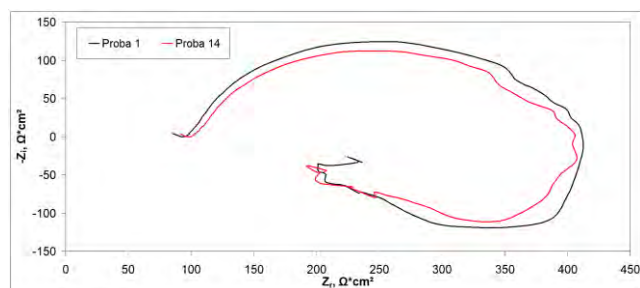


b)

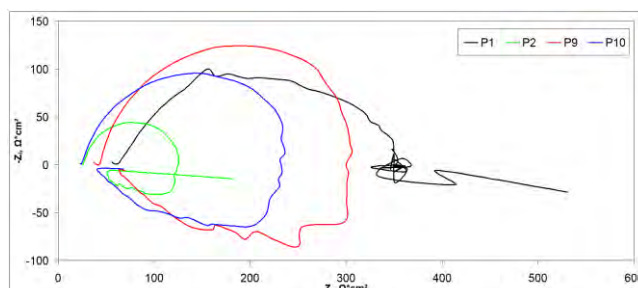
Curbe de polarizare potențiodinamică, pentru probele 1 și 14 (a) și probele P1, P2, P9 și P10 (b)

Din curbele de polarizare potențiodinamică, pentru probele P1 și respectiv, P2, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 7 h, precum și pentru probele P9 și respectiv, P10, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 10 h (b), se observă că, atât potențialele de echilibru cât și cele de coroziune sunt deplasate puternic spre valori negative, în zona catodică, ceea ce indică faptul că probele sunt, de asemenea, foarte susceptibile la coroziune. Valorile mari ale ratei de coroziune (1360 și respectiv, 1107 $\mu\text{m}/\text{an}$) indică o apartenență a materialelor din care sunt realizate probele P1 și P2, la grupa de coroziune „foarte instabil”. În cazul probei P10, curba de polarizare nu a prezentat un minim semnificativ al densității de curent (nu are un punct de inflexiune a densității de curent), ceea ce poate însemna că, potențialul de coroziune nu se află în intervalul studiat (± 1000 mV față de potențialul staționar) sau, gradul de distrugere asociat unei rate de coroziune foarte mari a făcut imposibilă determinarea aceluia punct de inflexiune. Proba P9, prezintă o rată de coroziune extrem de mică (0,532 $\mu\text{m}/\text{an}$, ceea ce o încadrează în clasa de coroziune „foarte stabil”), fapt care indică apariția la interfață, în timpul testului potențiodinamic, a unui film extrem de stabil. Acest lucru face din proba P9 un material nepotrivit pentru aplicația de față.

În continuare, sunt date reprezentările sub formă de diagrame Nyquist și respectiv, Bode a măsurătorilor de spectroscopie de impedanță electrochimică.

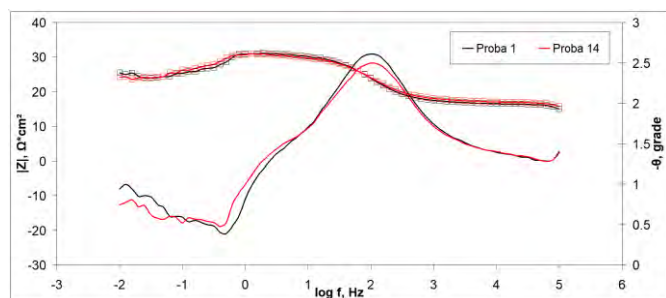


a)

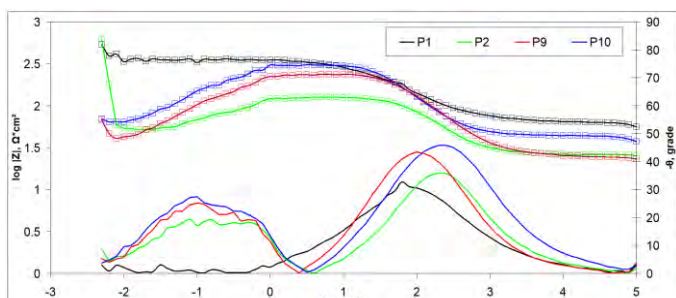


b)

Diagrame Nyquist, pentru probele 1 și 14 (a) și P1, P2, P9 și P10 (b).



a)



b)

Diagrame Bode, pentru probele 1 și 14(a) și P1, P2, P9 și P10 (b).

În cazul probelor 1 și respectiv, 14, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 5 h., în planul complex se conturează foarte clar un semicerc Debye (a), echivalent unei constante de timp în diagramele Bode (la o valoare a unghiului de fază de aproximativ 30 de grade), urmat de o ramură inductivă. Atât valorile mici ale rezistenței la polarizare, cât și valorile mici ale unghiului de fază, indică o puternică componentă inductivă la interfață care, se pare, favorizează puternic fenomenul de transfer de sarcină, și implicit, procesul de coroziune. În cazul probelor P1, P2 din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 7 h., precum și în cazul probelor P9 și P10, din materiale sinterizate obținute din pulberi compozite AM timp de 10 h., se observă că, pentru toate probele (b), cu excepția probei P1, în planul complex se conturează foarte clar un duplex, echivalent a două constante de timp în diagramele Bode (la o valoare a unghiului de fază de aproximativ 45 de grade la frecvențe medii și 30 de grade la frecvențe mici), urmat de o ramură inductivă. Acest duplex se corelează cu apariția a două interfețe asociate cu două filme distincte, primul fiind guvernat de procese difuzive, iar al doilea este caracterizat, de asemenea, de procese difuzive cu puternice influențe inductive. Atât valorile mici ale rezistenței la polarizare, cât și valorile mici ale unghiului de fază, indică o puternică componentă inductivă la interfață care, favorizează puternic fenomenul de transfer de sarcină, și implicit, procesul de coroziune. În cazul probei P1, pe diagrama Nyquist se observă un singur semicerc Debye, ceea ce indică prezența unui singur film stabil la interfața metal-electrolit, fapt confirmat și de diagrama Bode în care apare o singură constantă de timp la frecvențe medii.

În tabelele de mai jos sunt prezentați parametrii cinetici de coroziune și parametrii cinetici EIS (Spectroscopie de impedanță electrochimică).

Parametrii cinetici de coroziune

Proba	Electrolit	E_{cor} , V	i_{cor} , $\mu A/cm^2$	R_p , ohm.cm ²	b_a , mV/dec	b_c , mV/dec	Rata de coroziune, mm/an
1	Ringer 1	-1,429	27,34	513,01	74,2	-238,7	0,3137
14		-1,445	29,11	450,30	55,4	-140,3	0,3405
P1		-1,14	116,27	127,57	125,8	-357,1	0,1360
P2		-1,40	94,67	167,93	53,9	-154,7	0,1107
P9		-1,36	0,045	131410	38,9	-20,9	$0,532 \cdot 10^{-3}$
P10		necalculabil					

Parametrii electrochimici EIS

Proba	Electrolit	E_{ECH} , V	R_s , ohm.cm ²	R_p , ohm.cm ²	C_{dl} , $\mu F/cm^2$
1	Ringer 1	-1,538	98,94	309,6	10,27
14		-1,524	103,1	294,7	10,79
P1		-1,404	63,0	280,9	7,137
P2		-1,534	26,26	102,2	19,61
P9		-1,539	43,05	295,4	17,02
P10		-1,539	24,35	243,4	13,07

Selectare modele funcționale din aliaje de Mg. Pentru selectarea modelelor funcționale, pentru aplicații ortopedice, se are în vedere o corelare a tuturor caracteristicilor fizico-chimice, structurale și mecanice, precum și a parametrilor de coroziune, care să asigure cea mai apropiată comportare de a țesutului osos.

Din analiza rezultatelor prezentate în fazele anterioare, precum și în prezentul studiu, s-au remarcat următoarele:

- realizarea aliajelor biodegradabile pe bază de Mg prin utilizarea de pulberi inițiale elementale și biocompatibile, cu un grad ridicat de puritate și foarte fine: Mg (purtate min. 99,8 %, cu 1,6% dimensiuni de particule > 45μm și 98,4 % particule < 45 μm; Zn (purtate min. 99,9 %, dimensiuni de particule cuprinse în intervalul 44-105 μm și Mn (purtate min. 99,95 %, dimensiuni de particule < 44 μm);

- obținerea a două modele experimentale ME-S (1 și 14) din aliaje pe bază de Mg, din sistemele Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.), pe flux tehnologic AM-SPS, din pulberi compozite AM 5 h, cu următoarele caracteristici:

- omogenitate structurală;
- structuri monofazice de cristale de soluție solidă Mg, de dimensiuni: 82...86 nm;
- densitate: 1,77...1,78 g/cm³ (max. 2% porozitate);

- duritate Vickers: 95...112 HV;
 - modul de elasticitate: 36...46 GPa;
 - viteza de coroziune: 0,3 mm/an.
- ✚ adăugarea a 0,3%Mn în aliajul Mg-5%Zn, în procente masice, conduce la o finisare a granulației și implicit, la durificarea matricei de magneziu (112 HV) și la o creștere nesemnificativă a vitezei de coroziune în soluție Ringer, aceasta fiind de ordinul a 0,3 mm/an.
- ✚ prin creșterea timpului de măcinare, de la 5 la 10 h, dar și prin adaosul de Mn (0,3%gr.) în compoziția aliajelor de Mg (Mg-5%Zn), se obține cel mai mare efect de durificare a matricei de Mg, prin finisarea granulației, ponderea cea mai mare pentru producerea acestui efect avându-l timpul de măcinare.
- ✚ analiza EDX pentru aliajele de Mg (Mg-Zn și respectiv, Mg-Zn-Mn) realizate prin AM la durate de 7 și de 10 h, a evidențiat microstructuri omogene, cu prezența fazelor cristaline de Mg (cu dimensiune de cristalit 83...109 nm) și Zn (cu dimensiune de cristalit 2,4-2,6 nm), precum și existența unei faze cristaline foarte fină de Mn, în aliajele Mg-5%Zn-0,3%Mn, cu o distribuție uniformă în matricea de bază.
- ✚ de remarcat este faptul că, în microstructura aliajelor de Mg, nu s-a detectat prezența de faze secundare (de exp. $MgZn_2$, Mg_2Zn_{11} [24-26]), care ar fi avut un impact negativ asupra comportării la coroziune prin inducerea unei coroziuni galvanice [27], dar s-au pus în evidență câteva zone de Zn, de dimensiuni foarte mici, în jur de 100...200 nm, deși acest element este, în general, foarte fin distribuit în matricea de Mg
- ✚ obținerea a două modele experimentale ME-S (P1 și P2) din aliaje pe bază de Mg, din sistemele Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.), pe flux tehnologic AM-SPS, din pulberi compozite AM 7 h, cu următoarele caracteristici:
- omogenitate structurală;
 - densitate: 1,67...1,68 g/cm³ (max. 7-7,5 % porozitate);
 - duritate Vickers: 112...117 HV;
 - modul de elasticitate: 41...44 GPa;
 - viteza de coroziune: 1,1-1,4 mm/an.
- ✚ obținerea a două modele experimentale ME-S (P9 și P10) din aliaje pe bază de Mg, din sistemele Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.), pe flux tehnologic AM-SPS, din pulberi compozite AM 10 h, cu următoarele caracteristici:
- omogenitate structurală;
 - densitate: 1,69...1,71 g/cm³ (max. 5-6 % porozitate);
 - duritate Vickers: 129...133 HV;
 - modul de elasticitate: 45...46 GPa;
 - viteza de coroziune: 0,5·10⁻³ mm/an (P9).

Din analiza comportării la coroziune, se desprind următoarele concluzii:

- ✓ pentru **ME1-S (cod 1)** și **ME2-S (cod 14)**, valorile comparativ mai mari ale rezistențelor la polarizare (450,3...513,01 $\Omega \cdot \text{cm}^2$) obținute prin extrapolarea pantelor Tafel din măsurătorile de polarizare potențiodinamică (Tabel 3), față de valorile rezistențelor la polarizare (294,7...309,6 $\Omega \cdot \text{cm}^2$) obținute prin regresie circulară din diagramele Nyquist (Tabel 4), indică faptul că, după corodarea electrochimică a probelor, acestea dezvoltă filme pasive formate din produși de coroziune, care frânează procesul și prezintă o stabilitate accentuată, tendință dovedită și de măsurătorile de variație a rezistenței la polarizare și a ratei de coroziune în timp.
- ✓ la un conținut de Zn de 5% gr. se îmbunătățește semnificativ rezistența la coroziune a Mg, la aliajul **ME1-S (cod 1)**, prin faptul că, se obține o creștere importantă a rezistenței la polarizare (513,01 $\Omega \cdot \text{cm}^2$) și în același timp, o scădere a curentului (27,34 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$) și respectiv, a vitezei de coroziune (0,314 mm/an), comparativ cu valorile rezultate pentru aliajul Mg-5%Zn-0,3%Mn (**ME2-S (cod 14)**): 29,11 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ și respectiv, 0,341 mm/an.
- ✓ Adăugarea a 0,3%Mn în aliajul Mg-5%Zn, în procente masice, conduce la o finisare a granulației și implicit, la durificarea matricei de magneziu (112 HV) și la o creștere nesemnificativă a vitezei de coroziune în soluție Ringer, aceasta fiind de ordinul a 0,3 mm/an.
- ✓ **ME1-S (cod 1)** și **ME2-S (cod 14)**, prezintă cele mai mici valori ale intensității curentului de coroziune (I_{corr}), (27 - 29 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$), ceea ce înseamnă că, dintre toate materialele studiate, acestea au cea mai mare rezistență la coroziune și deci, cea mai mică viteză de coroziune. *Viteza (rata) de coroziune* rezultată pentru aceste două probe este de aprox. 0,3 mm/an, ceea ce le recomandă pentru implanturi ortopedice.
- ✓ pentru **ME3-S (cod P1)** și **ME4-S (cod P2)**, valorile comparativ mai mici ale rezistențelor la polarizare, obținute prin extrapolarea pantelor Tafel din măsurătorile de polarizare potențiodinamică (Tabel 3), față de

valorile rezistențelor la polarizare obținute prin regresie circulară din diagramele Nyquist (Tabel 2), indică faptul că, după un atac puternic electrochimic, acestea dezvoltă noi filme pasive formate din produși de coroziune și resturi ale filmelor formate în timpul atacurilor electrochimice slabe și moderate, care sunt mai slab protective decât cele inițiale. Aceste materiale prezintă o rezistență la coroziune mai mică decât **ME1-S (cod 1)** și **ME2-S (cod 14)**, deoarece au prezentat valori mai mari ale intensității curentului de coroziune (I_{corr}), ($95 - 116 \mu A/cm^2$) și implicit, valori mai mari ale vitezei de coroziune ($1,1-1,4 \text{ mm/an}$).

- ✓ pentru **ME5-S (cod P9)**, s-a constatat apariția unui nou film, cu o valoare a rezistenței la polarizare mai mare cu 3 ordine de mărime, care frânează procesul de coroziune și prezintă o *stabilitate chimică și electrochimică accentuată* (viteza de coroziune extrem de redusă: $0,532 \cdot 10^{-3} \text{ mm/an}$), motiv pentru care nu este recomandată aplicațiilor ortopedice vizate în acest studiu.
- ✓ **ME6-S (cod P10)** prezintă, în condiții de atac electrochimic minim, o valoare a rezistenței la polarizare comparabilă cu a valorilor corespunzătoare ME3-S (cod P1) și ME5-S (cod P9), dar în cazul unui atac electrochimic extrem, procesele de la interfață împiedică apariția filmelor protectoare și astfel, materialul prezintă o *instabilitate electrochimică avansată*.
- ✓ Având în vedere caracteristicile fizice și mecanice ale țesutului osos, caracteristicile mecanice și de coroziune recomandate pentru aliajele biodegradabile pe bază de Mg, dintre materialele studiate, s-au selectat **două modele funcționale (MF: Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn (% gr.))**, procesate pe flux tehnologic AM-SPS, din pulberi compozite AM 5h, care au corespuns cel mai bine aplicației vizate (implanturi ortopedice) și prezintă următoarele caracteristici:
 - omogenitate structurală;
 - structuri monofazice de cristale de soluție solidă Mg, de dimensiuni: 82...86 nm;
 - densitate: 1,77...1,78 g/cm³ (max. 2% porozitate);
 - duritate Vickers: 95...112 HV;
 - modul de elasticitate: 36...46 GPa;
 - viteza de coroziune: 0,3 mm/an.

Rezultatele obținute în cadrul proiectului PN 19310102:

- Modele experimentale (ME)/Modele experimentale optimizate (MEO)/
 - 6 ME de acoperiri pe bază monostrat de TiAlN și TiAlSiN și multistrat de TiAlN/TiN și TiAlSiN/TiN (OS1)
 - 6 MEO de aliaje EHEA de compoziție diferită, din care 3 MEO realizate prin sinterizare și 3 MEO realizate din topitură, deformate plastic la rece (laminare) și tratate termic (OS2)
 - 8 ME 4, din care ME din amestecuri de pulberi compozite din sistemul Mg-Zn (ME1-AM1-7h; ME2-AM1-10h) și din sistemul Mg-Zn-Mn (ME3-AM2-7h; ME4-AM2-10h) și 4 ME de aliaje de Mg (ME1-S...ME4-S) (OS3)
- Modele funcționale: - 23 MF, din care:
 - 3 MF de ținte de pulverizare pe bază de Ti, TiAl și TiAlSi (OS1)
 - 5 MF, din care 3 MF de aliaje EHEA sinterizate (EHEA 1, EHEA 2 și EHEA 3) și 2 MF de aliaje EHEA obținute din topitură (EHEA 2 și EHEA3) (OS2)
 - 2 MF de aliaje de Mg, de tip ME2-S (AM1-10h) și ME4-S (AM2-10h) (OS3)
 - 11 MF (OS2) de aliaje EHEA, dintre care 8 MF de aliaje EHEA laminate și laminate și tratate termic și 3 MF de aliaje EHEA sinterizate;
 - 2 MF de aliaje de Mg (ME1-S, ME2-S) pentru aplicații (implanturi) ortopedice, obținute prin procedeul SPS din pulberi compozite Mg-5%Zn și Mg-5%Zn-0,3%Mn aliate mecanic (AM)
- Articole științifice transmise spre publicare:
 - 1) An insight into TiN, TiAlN and AlTiN hard coatings for cutting tools, Materials Science Research India, ISSN Print: 0973-3469, Online: 2394-0565; 17(2), p. 87 - 89, May 2020, Available from: <https://bit.ly/2xM1Z64>.
Autor: M.V. Lungu
 - 2) Advanced high strength steel (AHSS) alloys processed by powder metallurgy techniques, acceptat în Sept. 2020 spre publicare în Romanian Journal of Physics, ISSN 1221-146X (print), ISI IF = 1.197, AIS = 0,17, Autori: A. Iorga, M. Lucaci, M. Lungu, E. Vasile, M. Straticiuc, I. Burducea, V. Marinescu, D. Talpeanu, G. Sbarcea, N. Stancu, E. Manta, M. Marin, D. Cirstea, I. Ion
 - 3) Aliaje de Mg biodegradabile pentru implanturi în ortopedie- A review, Autori: Tsakiris Violeta, Tardei Christu, Clucinschi Florentina Marilena
- Cereri brevete de invenție:

1) CBI nr. A/00703 din 05.11.2020: Ținte de pulverizare metalice pe bază de titan-aluminiu și titan-siliciu pentru acoperiri dure antiuzură și procedeu de obținere, Autori: Lungu Magdalena-Valentina, Tălpeanu Dorinel, Pătroi Delia, Lucaci Mariana, Tsakiris Violeta, Marin Mihai

2) CBI nr. A/00712 din 09.11.2020: Procedeu de obținere a unui aliaj metalic biodegradabil pe baza de Mg pentru implanturi ortopedice, Autori: Tsakiris Violeta, Tălpeanu Dorinel, Iordoc Mihai, Lungu Magdalena-Valentina, Manta Eugen

- Comuniari științifice:

Magdalena Valentina Lungu și Cristiana Diana Cirstea participare la "3rd International Conference on Emerging Technologies in Materials Engineering – EMERGEMAT" (online), 29-30 October 2020, <https://imnr.ro/wp/en/announcements/3rd-international-conference-on-emerging-technologies-in-materials-engineering-emergemat/>,

Magnetron Sputtered TiAlN and TiAlN/TiN Coatings for C120 Tool Steel Protection, 3rd International Conference on Emerging Technologies in Materials Engineering – EMERGEMAT" (online), 29-30 October 2020, Book of Abstracts nr. 3/2020, p. 49, <https://imnr.ro/wp/posters-section-ii-advanced-materials-and-coatings-for-extreme-conditions/>

PN19310103 - Materiale magnetice micro și nano structurate, procese și sisteme cu aplicații în tehnologii emergente

Proiectare/modelare/simulare MF de materiale, procese și sisteme cu aplicații în tehnologii emergente conform Ob.4, și Ob.6.

Obiectiv 4. Proiectare MF de sistem cu aplicații în tehnologii emergente

În vederea realizării de nanofire a fost concepută o instalație de alungit microfire (figura 1), folosind procedeul de încălzire locală a acestora într-un cuptor electric, în timp ce mănunchiul de microfire este supus la o forță de tracțiune constantă, exercitată prin intermediul unui motor pas cu pas.

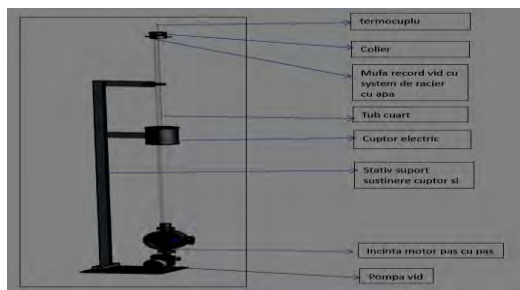


Fig.1 Instalația de alungit microfire

Întregul proces de alungire se realizează într-un tub de cuarț, în atmosferă controlată sau vid.

Instalația este compusă din:

1. stativ suport pentru tubul de cuarț și cuptorul electric;
2. tubul de cuarț prevăzut cu mufe de vid;
3. termocuplu;
4. cuptor electric pentru încălzirea probei;
5. incinta în care se găsește motorul electric de tensionare a firului;
6. pompă de vid.

Pentru a evita încălzirea excesivă a capetelor tubului de cuarț s-a ales un tub de cuarț cu o lungime mai mare de 1,5 m. Tubul de cuarț are la capete mufe de vid prevăzute cu sisteme de răcire cu apă.

Cuptorul electric este alimentat la o tensiune de 220 V și poate asigura o temperatură de ~ 1200°C.

Puterea electrică a cuptorului este de 3,5 kW. De asemenea, pentru măsurarea temperaturii se folosește un termocuplu Pt-PtRh, adaptat pentru temperatura de lucru.

Incinta în care se găsește motorul electric de tensionare a firului este compusă din:

- corpul incintei , de formă cilindrică, prevăzut cu trei orificii necesare pentru cuplarea tubului de cuarț, a pompei de vid, precum și un orificiu pentru trecerea electrică a motorului electric pas cu pas;
- două capace laterale, prevăzute cu vizoare prin care se poate urmări activitatea motorului electric;
- stativul motorului electric, ce permite deplasarea acestuia în planul orizontal după două grade de libertate, astfel asigurându-se centrarea sistemului de tracțiune pe mijlocul tubului de cuarț;
- motorul electric pas cu pas;
- fulia motorului, ce permite agățarea firului de tracțiune asupra mănunchiului de microfibre și bobinarea acestuia în cazul în care microfibrul începe să se lungească;
- comanda motorului, ce se realizează electronic.

Descrierea componentelor modulului de alungit microfibre

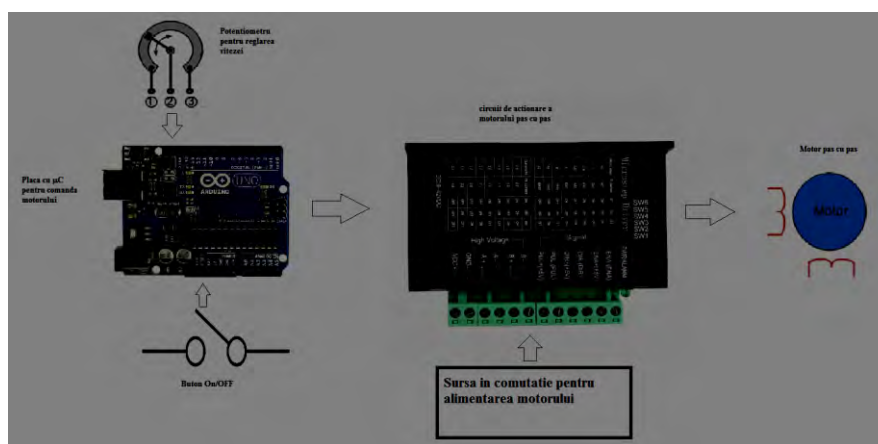


Fig. 2. Schema bloc a modulului folosit la alungirea microfivelor

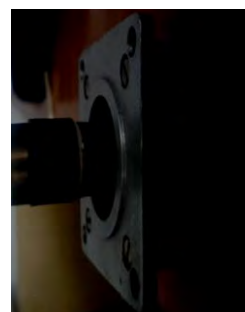


Fig.3. Motor pas cu pas

Motorul pas cu pas (Fig. 3) elementul central al sistemului de acționare având rolul de a menține tensiunea mecanică prin posibilitatea blocării axului și de a exercita o forță de tragere asupra microfivelor în vederea alungirii și subțierii acestora.

Date tehnice:

2. rezistența înfășurărilor: 2Ω ;
3. curentul maxim de sarcină: 1,2 A;
4. nr faze: 4.

Datorită modulului de comanda se va folosi un motor pas cu pas cu 2 faze prin împreunarea celor 4 faze; din aceasta cauză se limitează și curentul maxim la 0,7 A.

- grade/pas: 0,9;
- pași/rotație completa a axului: 400.

Motivul alegerii unui motor pas cu pas se datorează cuplului constant la turații scăzute.

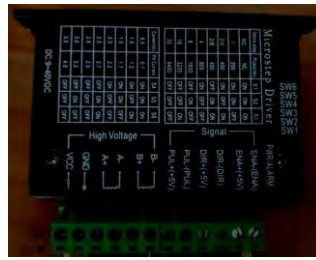


Fig.4. Modul de comandă TB6600

Rolul acestui modul este de a comanda motorul pas cu pas pe baza unei comenzi PWM. Acest modul oferă de asemenea posibilitatea limitării curentului absorbit și execuția unor subdiviziuni ale pașilor motorului.

Descrierea pinilor:

1. ENA: Determină funcționarea modului și începerea ciclului de comandă; când pinul este alimentat cu un nivel logic "HIGH", modulul blochează axul motorului;
2. DIR: Determină direcția de rotație a motorului în funcție de alimentare; pentru nivel logic "HIGH", motorul se va roti în sensul acelor de ceasornic, pentru nivel logic "LOW", în sens invers;
3. PUL: Determină viteza de rotație prin aplicarea la intrare a unui semnal TTL.



Fig.5. Placă cu microcontroller ATmega32u4

Placa cu microcontroller ATmega32u4 (Fig.5) rolul generării unui semnal TTL, cu posibilitatea reglării lățimii pulsurilor prin variația timpului dintre 2 impulsuri, utilizat pentru comanda modului de acționare.

Timpul dintre pulsuri variază între 1000 μ s și 10000 μ s, asigurând o turație scăzută a motorului pas cu pas. Reglarea variației timpului dintre impulsuri se realizează cu un potențiomtru multitură de 5 k Ω (Fig.6)

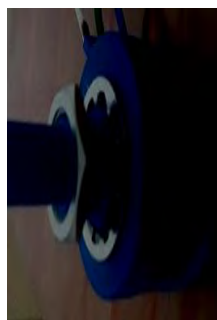


Fig.6. Potențiomtru multitură de 5 k Ω

Modul de lucru al instalației de tratament termic pentru micro/nanofire

Instalația este realizată în așa fel încât să permită supunerea unui mănunchi de microfire la o temperatură de lucru care să facă posibilă topirea sticlei de pe suprafața microfirului, precum și alungirea acestuia.

Temperatura de lucru va fi determinată în funcție de materialul din care este alcătuit microfirul.

Lungimea mănunchiului de microfire se alege în așa fel încât capetele de prindere să fie în afara zonei cu temperatură înaltă.

Întreg mănunchiul de microfire este suspendat în partea de sus, prin intermediul flanșei de prindere, de partea superioară a tubului de cuarț, folosind un conductor sau platbande din oțel.

Pentru a putea controla temperatura de lucru a fost prevăzut un termocuplu ce este situat în centrul cuptorului și cât mai aproape de mănunchiul de microfibre.

Partea inferioară a mănunchiului de fire se prinde, prin intermediul unui conductor sau a unei platbande de oțel și suportul de susținere a microfibrului de fulia motor.

Întreg ansamblu motor – fulie motor este asamblat pe un suport motor ce permite centrarea microfibrului pe centrul cuptorului electric, având două grade de libertate, în planul X și în planul Y.

Înainte de pornirea încălzirii cu ajutorul cuptorului electric se va porni pompa de vid (în cazul în care se dorește ca în tub să avem vid) sau se introduce gazul protector.

După atingerea temperaturii de lucru, se acționează alimentarea cu energie electrică a motorului pas cu pas care va exercita o forță de tracțiune asupra mănunchiului de microfibre.

Prin menținerea unui timp de lucru la o temperatură determinată și sub acțiunea forței de întindere exercitată de motorul pas cu pas se va putea observa o oarecare întindere a microfibrelelor. Parametrii de lucru ai procesului de realizare a nanofirelor metalice izolate în sticlă, constând din timpul și temperatura de lucru, se vor determina experimental, pentru fiecare clasa de nanofire, în funcție de aliajul folosit în prepararea miezurilor microfibrelelor precursoare.

Obiectiv 6. Realizare MF de pulberi magnetice pentru imagistica medicală.

Au fost realizate două modele funcționale de nanomateriale oxidice magnetice de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (maghemită) încapsulate în polimer hidrofili biocompatibil și funcționalizate cu gluconat de sodiu / L-lizină, cu aplicații în imagistică medicală.

Cele două modele funcționale au fost preparate lucrând în două sisteme de sinteză diferite:

- Modelul funcțional I: $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2 - \text{PEG} - \text{PVP} - \text{C}_6\text{H}_{11}\text{NaO}_7$ (PVP cu masă moleculară $M = 10000$ g/mol) (proba codificată cu simbolul R7-g);

- Modelul funcțional II: $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} - \text{PEG} - \text{PVP} - \text{CH}_3\text{COONa} - \text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$ (PVP cu masă moleculară $M = 40000$ g/mol) probă codificată cu simbolul proba PIIb);

În acest scop în procesul de sinteză au fost variați următorii parametri: natura agentului hidrofili și biocompatibil (gluconat de sodiu, L-lizină), polimer biocompatibil (PVP) cu mase moleculare diferite, timp de reacție variabil (20 minute/30 minute la temperatura de 100°C ; 2 ore/4 ore la temperaturile de 230°C și respectiv 240°C ; 2 ore/3 ore la temperaturile de 45°C și respectiv 40°C .

Pentru ca cele două modele de materiale magnetice oxidice să devină funcționale pentru aplicații in vivo în domeniul imagisticii medicale, s-a urmărit:

- prepararea și obținerea unor nanoparticule oxidice magnetice de maghemită $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pură, stabilă în mediul biologic la oxidare și opsonizare;

- în procesul de sinteză al maghemitei s-a folosit polimerul biocompatibil polivinilpirolidonă PVP care previne formarea unor agregate mari, schimbarea structurii inițiale și biodegradarea nanoparticulelor când acestea sunt expuse în organismul viu sau în câmp magnetic (după injectare);

- stabilizarea nanoparticulelor de maghemită în mediu apos (la pH neutru) prin funcționalizarea cu agenții hidrofilii gluconat de sodiu sau L-lizină în scopul folosirii ca trasor magnetic neradioactiv (tehnica magnetică non-invazivă) în imagistica medicală (pentru diagnosticarea tumorilor maligne);

- stabilizarea nanoparticulelor de maghemită prin obținerea unor dimensiuni < 15 nm;

Cele două MF de materiale magnetice oxidice au fost caracterizate din punct de vedere structural (XRD și FTIR), morfologic (SEM), compozițional (EDX), dimensional (DLS), din punct de vedere al proprietăților magnetice (VSM) și al stabilității suspensiei apoase în timp (1 lună de zile) prin măsurarea potențialului Zeta.

Ambele MF au evidențiat formarea unor nanoparticule de maghemită $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pură (nu au fost evidențiate faze secundare). Dimensiunea de cristalit calculată prin analiză Rietveld a fost de 15,9 nm pentru proba R7-g și respectiv 9,2 nm pentru proba PIIb (Fig. 7-8).

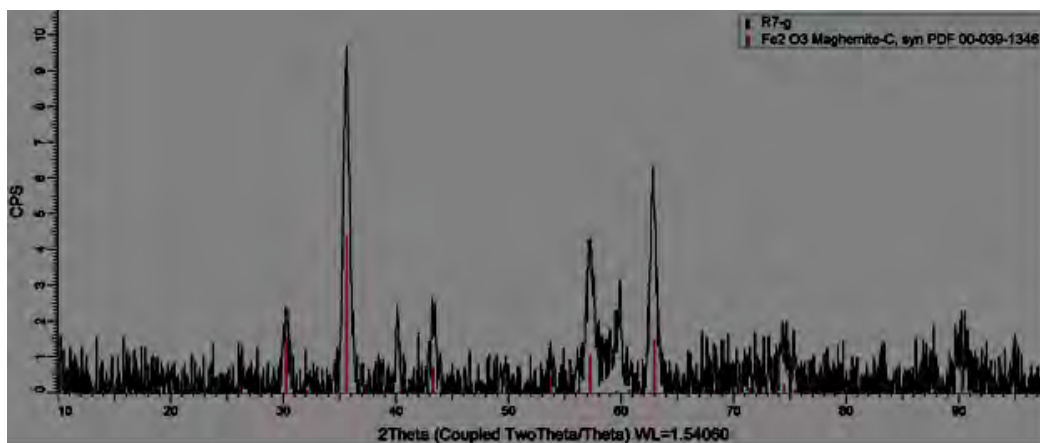


Fig. 7. Spectrul XRD al probei de nanoparticule de oxid de fier preparate prin metoda poliol funcționalizate cu gluconat de sodiu (proba R7-g)

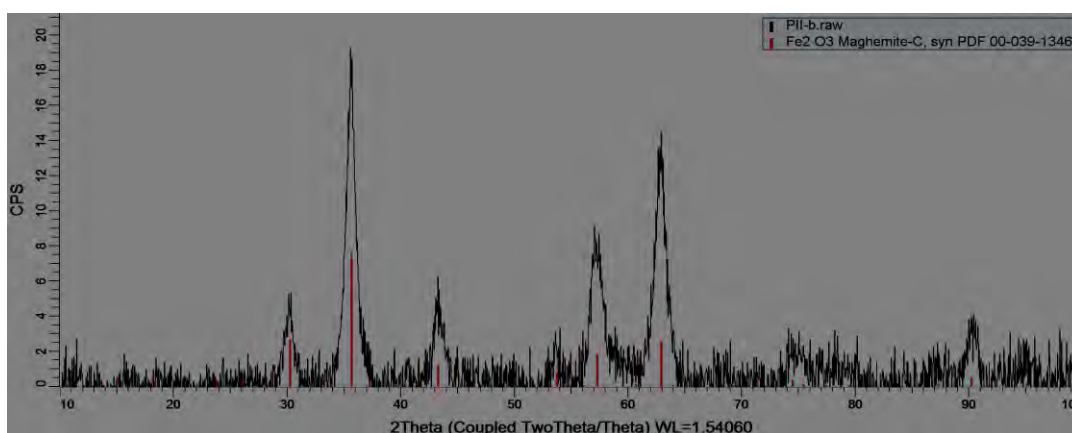


Fig. 8. Difractogramele de razeX înregistrate pe nanoparticulele de maghemită ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) obținute prin metoda poliol-reducere funcționalizate cu L-lizină

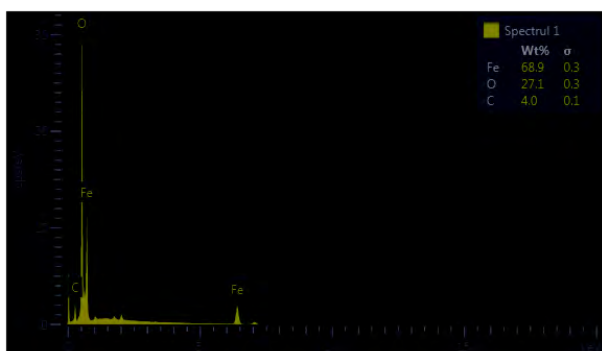


Fig. 9. Rezultatele analizei EDX pentru nanoparticulele de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ funcționalizate cu gluconat de sodiu

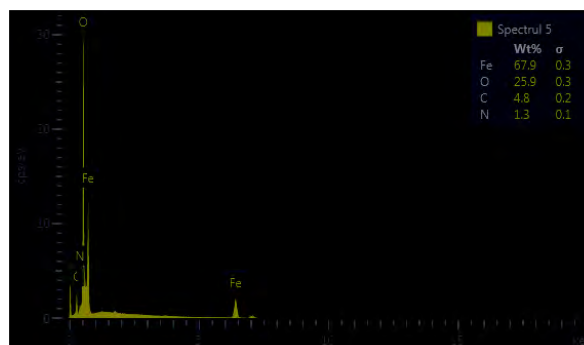


Fig. 10. Rezultatele analizei EDX pentru nanoparticulele de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ funcționalizate cu L-lizină

Analiza SEM a evidențiat formarea unor nanoparticule de maghemită de formă sferică și cu dimensiuni cuprinse în intervalul 12 - 15 nm (proba R7-g) și respectiv 8 – 12 nm (proba PIIb).

Spectrele EDX realizate pe ambele MF arată prezența elementelor Fe, O și C (Fig. 9-10) prezența mentului C sugerează urmele de agent de captare (PVP) iar în cazul probei R7-g provine în principal de la gluconatul de sodiu cu care s-a realizat funcționalizarea suprafeței nanoparticulelor de maghemită, rezultatul fiind în concordanță cu cel al analizei FT-IR.

Spectrul EDX înregistrat pe pulberea de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ funcționalizate cu L-lizină (proba PIIb) evidențiază în plus prezența elementului N, ceea ce confirmă prezența L-lizinei pe suprafața nanoparticulelor. De asemenea și acest rezultat EDX a fost în concordanță cu rezultatul FT-IR.

Din investigarea spectrului FT-IR realizat pe primul MF (proba R7-g) s-a putut observa prezența unor benzi din structura gluconatului de sodiu:

- o bandă la 1069 cm^{-1} atribuită vibrației de întindere a legăturii C=O;
- două benzi la 1635 cm^{-1} și respectiv 1400 cm^{-1} caracteristice vibrațiilor de întindere simetrice și asimetrice ale ionului carboxilat (COO^-);
- o bandă la 2926 cm^{-1} atribuită vibrației de întindere a legăturii C-H.

Din investigarea spectrului FT-IR obținut pe cel de-al doilea MF (proba PIIb) s-a putut observa prezența unor benzi din structura aminoacidului L-lizină:

- două benzi la 1636 cm^{-1} și la 1391 cm^{-1} atribuite vibrațiilor de întindere simetrice și asimetrice ale anionului carboxilic (COO^-) din structura L-lizinei. Diferența Δ dintre întinderea asimetrică și simetrică a grupării carboxilice este $> 200\text{ cm}^{-1}$, indicând o coordonare unidentată între anionii carboxil (COO^-) și ionii hidroxil de pe suprafața nanoparticulelor de maghemită;
- o bandă la 2925 cm^{-1} dată de vibrația de întindere asimetrică a legăturii C-H;
- o bandă la 3442 cm^{-1} atribuită vibrației de întindere a legăturii N-H din structura aminoacidului L-lizina.

Rezultatele analizelor FT-IR pentru ambele MF au confirmat funcționalizarea nanoparticulelor oxidice magnetice de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ cu gluconat de sodiu și respectiv L-lizină.

Curbele de histerezis realizate pe cele două MF au indicat un comportament feromagnetic la temperatura camerei. După funcționalizarea nanoparticulelor de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ cu gluconat de sodiu M_s a scăzut de la valoarea de 69.06 emu/g la 54.35 emu/g (proba R7-g). De asemenea și în cazul probei PIIb s-a observat o scădere a M_s după funcționalizarea nanoparticulelor de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ cu L-lizină de la valoarea de 63.32 emu/g la 54.43 emu/g (Fig.11-12). În ambele cazuri (Fig. 2.5, 2.6) micșorarea M_s se datorează prezenței stratului diamagnetic de gluconat de sodiu/L-lizină pe suprafața nanoparticulelor de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ și reducerii masei de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ din probă.

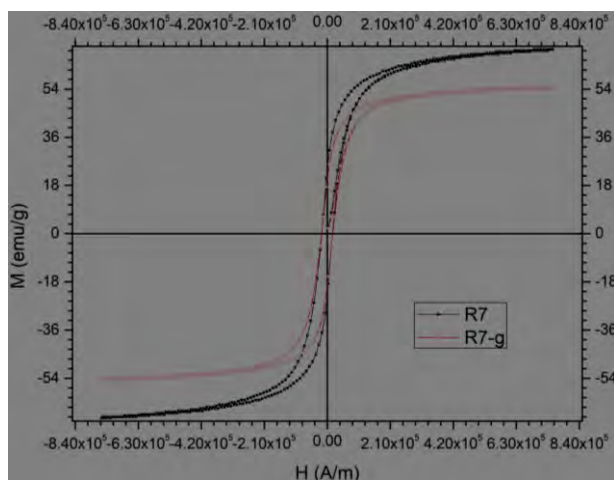


Fig. 11. Curbele histerezis pentru nanoparticulele de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nefuncționalizate și pentru nanoparticulele de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ funcționalizate cu gluconat de sodiu - proba R7-g).

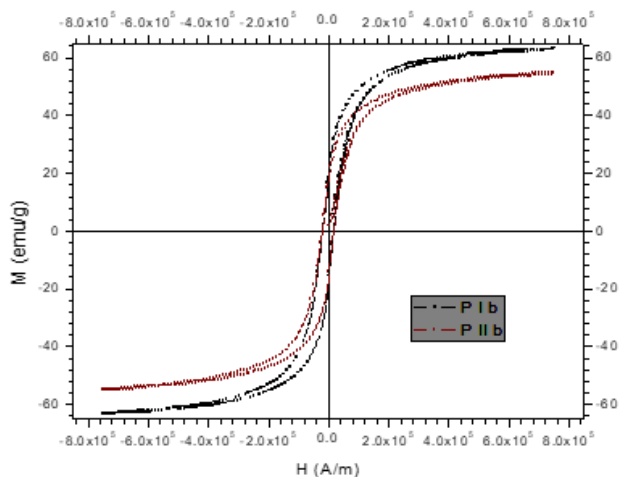


Fig. 12. Curbele de histerezis pentru nanoparticule de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$

nefuncționalizate și nanoparticule de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ acoperite cu L-lizină (proba PIIb)

Modelele funcționale (probele R7-g și PIIb) preparate sub formă de suspensii apoase au fost caracterizate din punct de vedere al stabilității în timp (30 zile) (DLS și potențialul zeta) (Fig. 13-14)

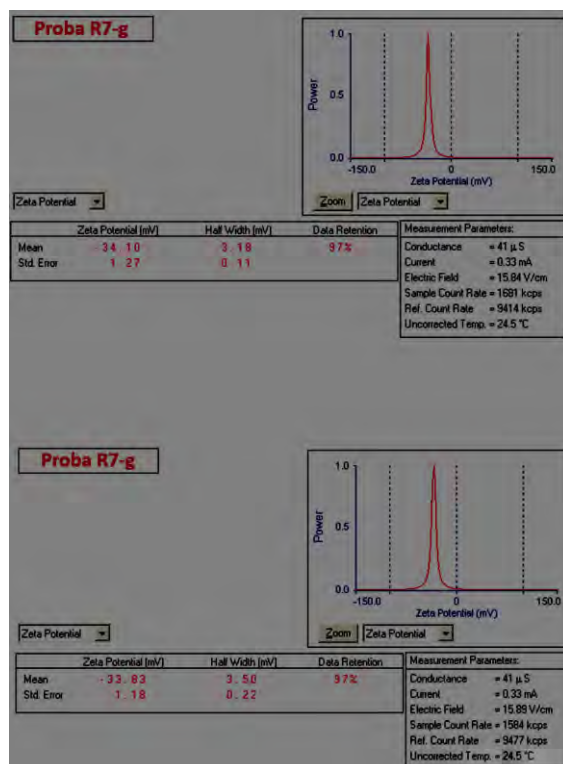


Fig. 13. Potențialul Zeta înregistrat la intervale de timp diferite pe modelul funcțional de nanoparticule de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ funcționalizate cu gluconat de sodiu: a) la momentul inițial; b) după 1 lună (proba R7-g)

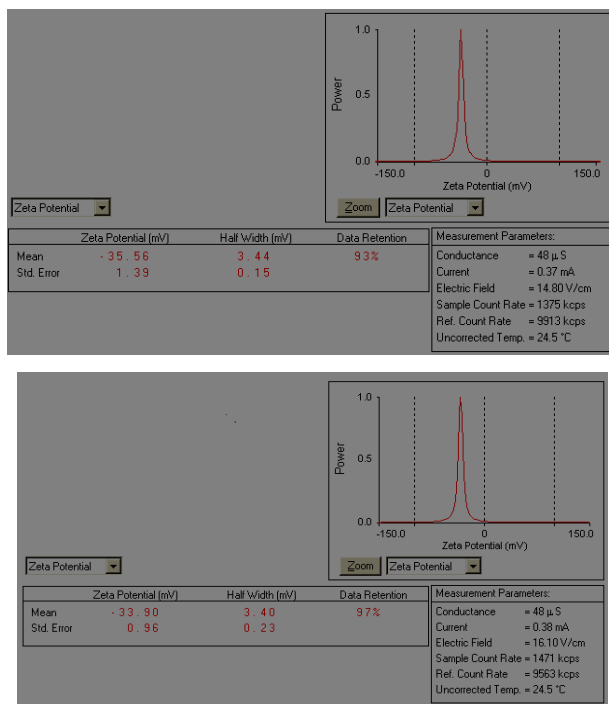


Fig.14. Potențialul Zeta înregistrat la intervale de timp diferite pe modelul funcțional de nanoparticule de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ funcționalizate cu L-lizină: a) la momentul inițial; b) după 1 lună

Nanoparticulele magnetice funcționalizate cu gluconat de sodiu (proba R7-g) au prezentat un diametru mediu hidrodinamic de 268.4 nm și un potențial zeta de -34,10 mV (initial), ceea ce indică o bună

stabilitate în mediu apos; valoarea potențialului zeta măsurată după un interval de 30 zile a fost de -33,83 mV.

Nanoparticulele magnetice funcționalizate cu L-lizină (proba PIIb) au prezentat un diametru mediu hidrodinamic de 270.5 nm și un potențial zeta de -35.56 mV (inițial), ceea ce indică o bună stabilitate în suspensia apoasă; valoarea potențialului zeta măsurată după un interval de 30 zile a fost de - 33.90 mV.

Menținerea în timp a valorii potențialului Zeta, în afara intervalului +30 ÷ -30 mV, indică o bună stabilitate pentru aplicații medicale a modelelor funcționale realizate.

Având în vedere rezultatele proiectului din această fază se constată faptul că Obiectivul 6 a fost îndeplinit din punct de vedere al MF propuse, fiind obținute 2 MF de nanopulberi de γ -Fe₂O₃ funcționalizate cu agenții hidrofilii biocompatibili gluconat de sodiu (proba R7-g) și respectiv L-lizină (proba PIIb).

În etapa următoare ne propunem caracterizarea avansată a MF de materiale magnetice oxidice realizate .

Proiectare/modelare/simulare MF de materiale, procese si sisteme cu aplicații in tehnologii emergente conform Ob.1, si Ob.3.

Obiectiv 1. Realizare 2 MF de microfibre cu proprietăți termomagnetice.

În cadrul acestei faze am determinat temperatura Curie pe 8 tipuri de microfibre: două pe bază de FeCrCoSiB și șase pe bază de FeNiCoSiB. În cadrul acestor determinări, s-a observat că expunerea microfibrelelor la o temperatura de peste 600°C, produce formarea unor faze cristalografice și implicit, modificări ale proprietăților magnetice. Astfel, am supus unui tratament termic eșantioane din cele 8 tipuri de microfibre. După tratamentul termic, eșantioanele au fost caracterizate structural prin difracție de raze X pentru a determina și pune în evidență, fazele cristalografice formate. Totodată, am reluat și determinările de temperatura Curie pentru a demonstra faptul că după tratamentul termic, T_c microfibre scade iar modificările asupra proprietăților magnetice sunt ireversibile. Pe baza rezultatelor obținute atât în această fază cât și din faza precedentă, cu ajutorul programului COMSOL 5 am modelat două tipuri de senzori: unul alcătuit din două bobine (una generatoare de câmp magnetic și una receptoare) și un altul care are la bază principiul de funcționare al VSM-ului (vibrating sample magnetometer). Modelarea cu COMSOL 5 a confirmat faptul că cele două modele de senzor propuse, sunt fezabile pentru dezvoltarea unor modele experimentale de laborator, în etapele următoare.

Au fost realizate două MF de microfibre (IA 6-1 și IA 6-2) cu temperatura Curie în intervalul de temperatura de interes scopului propus al proiectului.

Măsurători pentru determinarea punctului Curie pe microfibre

Acest set de măsurători preliminare s-a efectuat pe probe de microfir, cu ajutorul aparatului STA 409 PC (Netzsch, Germania) prin înregistrarea semnalului TG. Pentru crearea unui câmp magnetic asupra probei, s-a folosit o instalație cu 2 magneți pe baza de neodim, dispuși la aceeași înălțime de o parte și de alta a probei. În acest setup, proba magnetică este trasă în sus, valoarea aparentă a masei fiind diminuată cu câteva miligrame/zeci de miligrame, în funcție de probă.

Probele de microfir IA6 - IA9, au fost bobinate pe un mosor din aluminiu improvizat și au fost puse într-un creuzet din alumină. Acesta a fost pus în aparatul STA 409 PC (Netzsch, Germania) în vederea înregistrării semnalului TG (masă aparentă) și DTA (efectul termic).

Probele au fost încălzite până la 640°C, apoi au fost răcite. Unele probe au fost încălzite până la 640°C repetat (3 cicluri de încălzire - răcire) pentru a pune în evidență transformările de după tratamentul termic de la 640°C. Încălzirea, respectiv răcirea, s a realizat cu o rată de 10°C /min.

Probele de microfir IA6 - IA9, au fost bobinate pe un mosor din aluminiu improvizat și au fost puse într-un creuzet din alumină. Acesta a fost pus în aparatul STA 409 PC (Netzsch, Germania) în vederea înregistrării semnalului TG (masă aparentă) și DTA (efectul termic).

Probele au fost încălzite până la 640°C, apoi au fost răcite. Unele probe au fost încălzite repetat pentru a pune în evidență transformările de după tratamentul termic de la 640°C.

În curbele DTA, toate microfirele prezintă transformări de fază exoterme (cristalizări ale structurii amorfe) la temperaturi cuprinse între 480 – 600°C (Fig.15). La unele probe se observă câte două procese. La răcirea tuturor probelor, curbele DTA nu prezintă nici o transformare, ceea ce indică faptul că cristalizarea este **ireversibilă**.

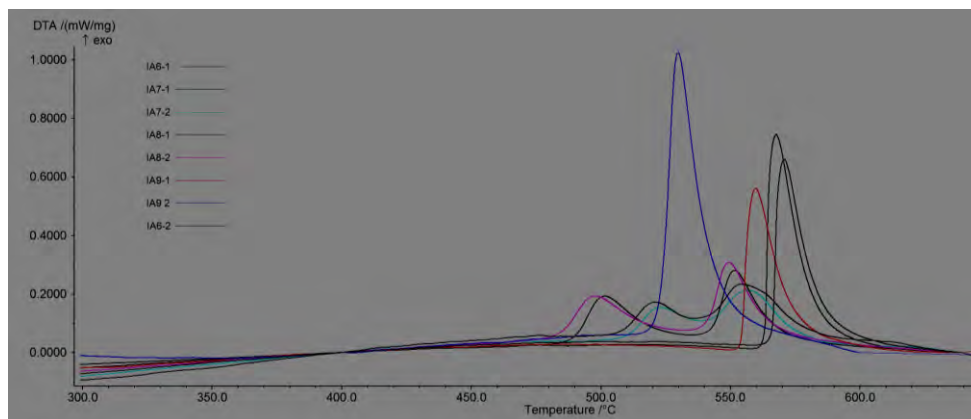


Fig. 15. Curbele DTA pentru microfirele IA6-1- IA9-2

La încălzirea inițială de la temperatura camerei până la 640°C, prin înregistrarea curbelor TG s-a observat că cinci tipuri de microfire prezintă o tranziție magnetică: IA 6-1, IA 7-1, IA 7-2, IA 8-1 și IA 8-2, iar celelalte trei tipuri nu. Temperaturile Curie sunt indicate în Tabelul 1.

Tabel 1. Parametrii caracteristici ai microfirelor măsurate.

Probă	DTA		TG
	Onset (°C)	Maxim exoterm (°C)	T_c (°C)
IA 6-1	563.5	567.7	65,3
IA 6-2	566.6	570.9	97,1*
IA 7-1	508.8	521.2	304,4
	543.4	554.6	
IA 7-2	510.4	523.0	303,3
	544.0	557.0	
IA 8-1	489.8	543.5	390,7
	501.6	551.7	
IA 8-2	484.7	498.0	396,4
	541.9	549.5	
IA 9-1	554.6	559.8	-
IA 9-2	523.7	530.0	-

* a doua încălzire, după tratament termic la 640 °C.

IA6-1

Microfirul IA6-1 prezintă o tranziție magnetică (demagnetizare) bruscă la o temperatură joasă (65 °C). Tranziția este caracterizată printr-o creștere aparentă a masei probei cu circa 16% și un interval foarte îngust în care are loc. La temperaturi mai mari se observă în curba DTA un proces exoterm puternic de cristalizare, care începe la 563.5°C și are un maxim la 567.7°C, masa probei rămânând constantă (Fig. 16).

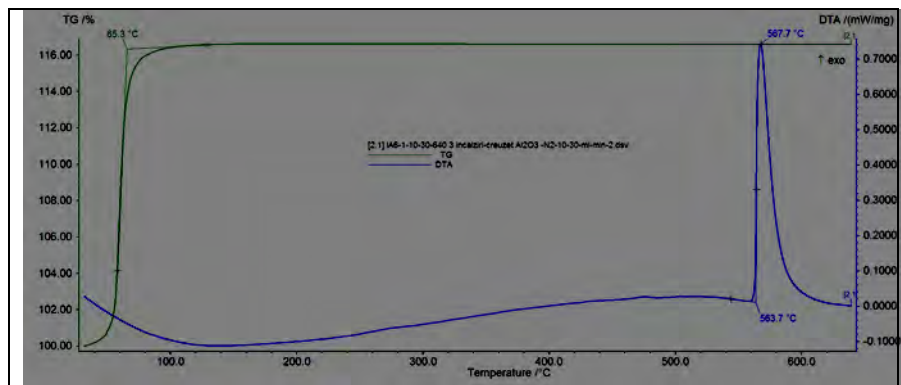


Fig. 16. Curbele TG și DTA pentru proba microfir IA6-1 (I-a încălzire)

După răcire, proba a fost încălzită din nou până la 300 °C (Fig. 17). Se observă că în urma încălzirii anterioare și a cristalizării, microfirul prezintă acum două tranziții magnetice largi cu T_C la 120.9 și 207.0°C, ceea ce indică o segregare a structurii în cel puțin două faze magnetice. Astfel, tratamentul termic al microfirului IA6-1 la 640°C este dezavantajos din punct de vedere al proprietăților sale magnetice.

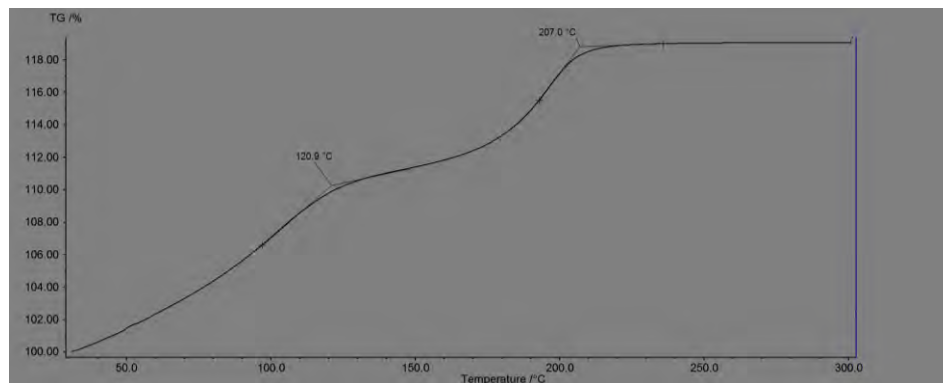


Fig. 17. Curbele TG și DTA pentru proba microfir IA6-1 (a II-a încălzire)

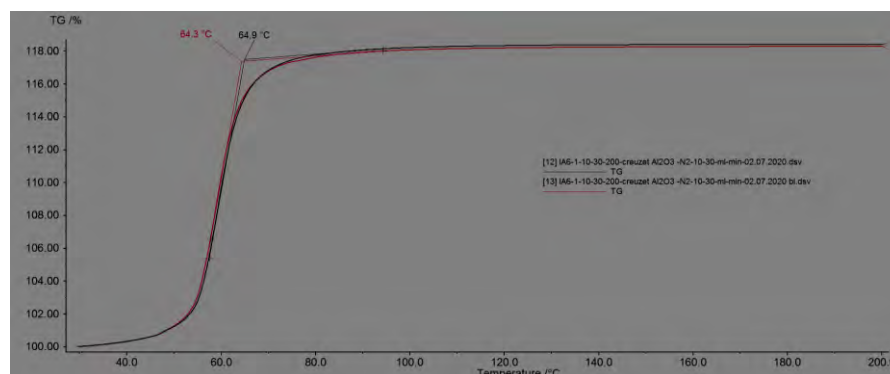


Fig. 18. Curbele TG și DTA pentru o probă de microfir IA6-1 inițial (I-a și a II-a încălzire)

Pentru a verifica temperatura de tranziție Curie a microfirului IA6-1 inițial (netratat termic), au mai fost efectuate 2 măsurători pe o altă probă de microfir, de la temperatura camerei până la 200°C (Fig.18) obținându-se valori ale T_C de 64,3 și 64,9 °C, foarte aproape de valoarea de 65,3°C obținută anterior.

La încălzire de la temperatura camerei până la 640°C (Fig. 19) nu se observă nici o tranziție magnetică. În curba DTA la peste 560°C (maxim la 570.9°C) se observă un proces exoterm intens (cristalizare).

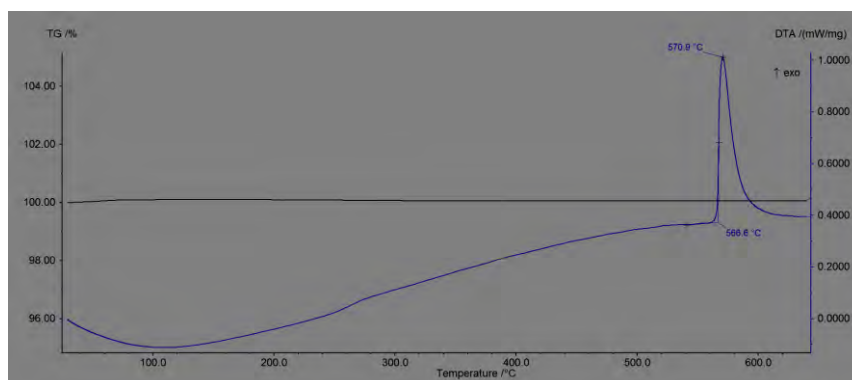


Fig. 19. Curbele TG și DTA pentru proba microfir IA6-2 (I-a încălzire)

După răcire, s-au efectuat două măsurători pe aceeași probă (tratată termic) până la 300°C și s-a observat o tranziție magnetică cu T_c la 97.3°C și respectiv 96.9°C (Fig. 20).

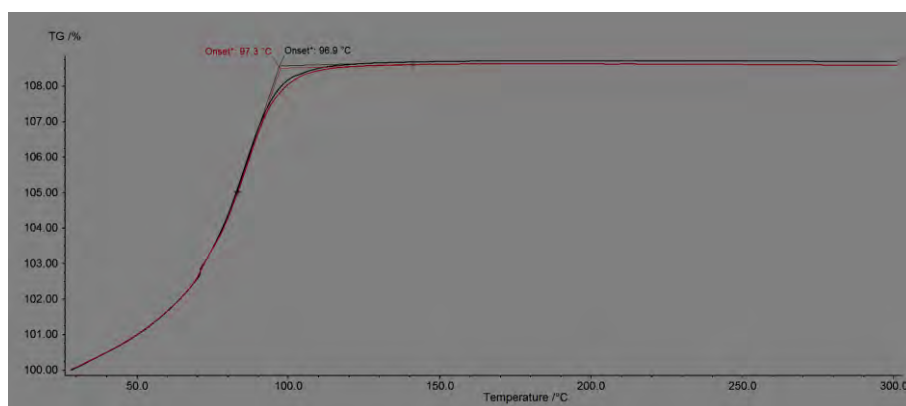


Fig. 20. Curbele TG pentru proba microfir IA6-2 anterior tratat termic la 640°C (a II-a și a III-a încălzire)

Astfel, microfirul IA6-2 devine de interes din punct de vedere al proprietăților magnetice (punct Curie în jur de 100°C) atunci când acesta este tratat termic la 640°C.

Realizarea de tratamente termice

Datorită faptului că din curbele DTA reiese că, microfiredle supuse la o temperatură de 640°C, prezintă transformări de faza care influențează proprietățile magnetice ale acestora, s-a realizat un tratament termic pentru toate probele. Tratamentul termic s-a realizat în cuptorul Nabertherm RS 80/300/13 (controler B150), la o temperatură de 650°C pentru un interval de 30 de minute, în vid înaintat. Încălzirea s-a realizat cu o rată de 42°C/minut și răcirea liberă. După tratamentul termic, probele au fost caracterizate din punct de vedere structural pentru a pune în evidență noile faze formate în aliajul microfirului.

Eșantioanele IA 6-1-650°-30 min, și IA 6-2-650°-30 min sunt pe baza de Fe-Cr-Co-Și-B. Că și faza majoritară în cele 2 probe este $\text{Co}_{21}\text{Cr}_2\text{B}_6$, cubic, aparținând grupului spațial Fm-3m. Se observă apariția următorilor compuși ca faze secundare: $\text{Co}_{0.12}\text{Cr}_{0.26}\text{Fe}_{0.62}$ – sistem cubic, grup spațial I-43m; $(\text{Cr}_{3.2}\text{Fe}_{0.8})\text{B}$ – sistem ortorombic, grup spațial Fddd; $\text{Co}_{0.472}\text{Cr}_{0.528}$ – tetragonal, grup spațial P42/m.

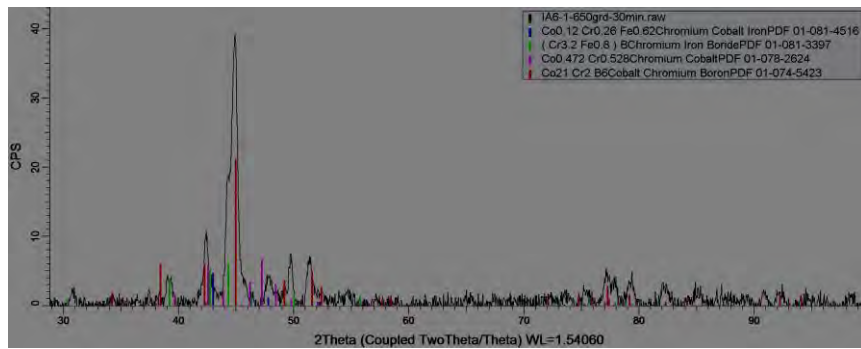


Fig. 21. Difractograma probei IA 6-1-650°-30 min

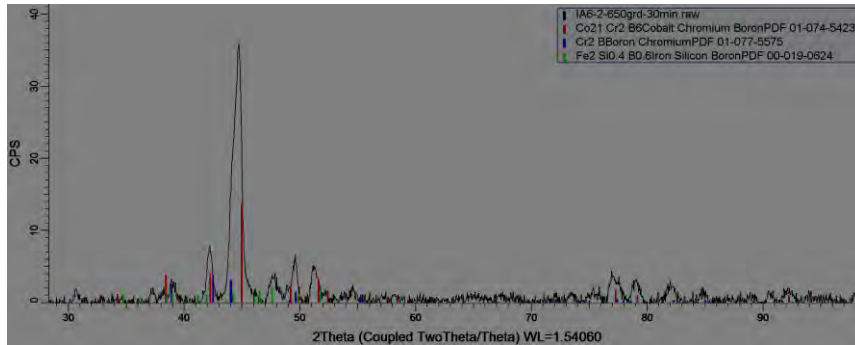


Fig. 22. Difractograma probei IA 6-2-650°-30 min

Modelare senzor model experimental

În cadrul acestei etape, cu ajutorul programului COMSOL 5 s-au realizat modelări pentru două modele experimentale (ME) de senzor cu microfir.

Pentru primul model (Fig. 23), s-au utilizat două bobine:

- una generatoare de câmp (bobina 1), alimentată la o sursă de curent continuu de 0.1A, la o frecvență de 50 Hz și având o înfășurare de 136 spire cu $\varnothing$ 0.006mm;
- o bobina de recepție (bobina 2), având o înfășurare de 1000 spire cu $\varnothing$ 0.003mm.

În interiorul bobinei de recepție, este introdus elementul sensibil al senzorului, microfirul.

În Fig. 24 este prezentată densitatea de flux magnetic, rezultată în urmă modelării, în condițiile menționate mai sus.

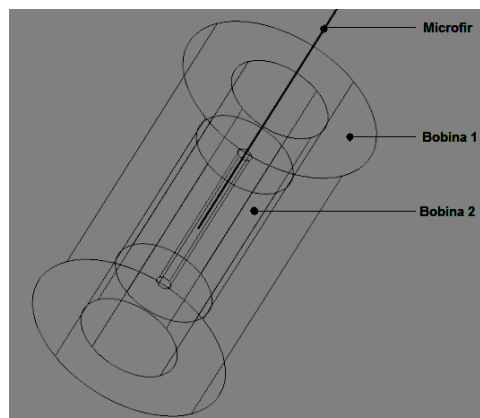


Fig.23. Geometrie ME senzor cu o bobină de recepție

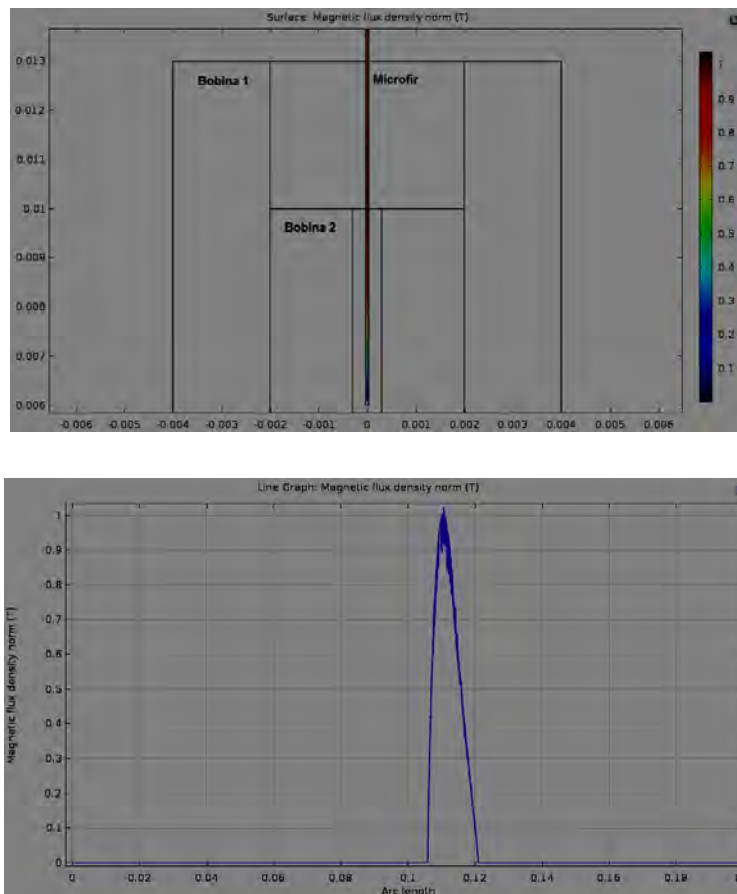
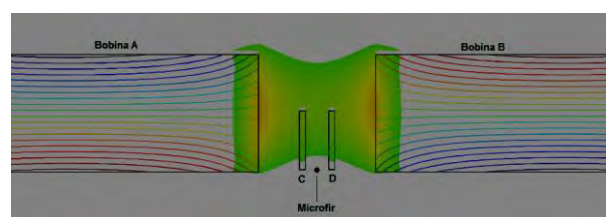


Fig. 24. Variația densității fluxului magnetic în elementul sensibil al ME senzor

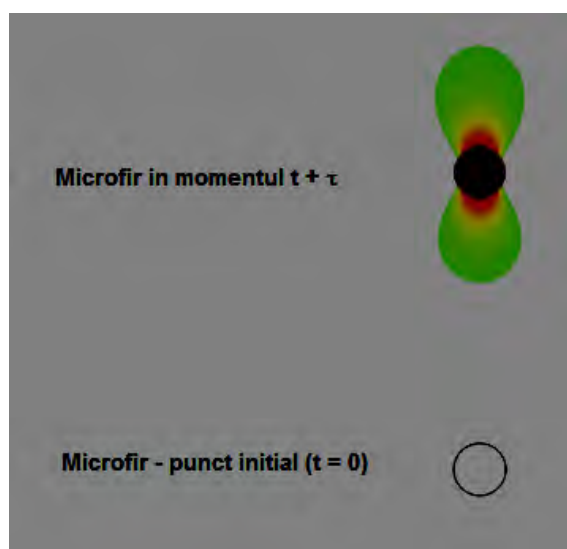
Astfel, se obține o densitate de flux magnetic de 1T în zona centrală a microfirului.

Al doilea model (Fig. 25) are la bază principiul VSM (vibrating sample magnetometer), alcătuit din:

- două bobine generatoare de câmp magnetic (bobina A și B), alimentate la o sursă de curent continuu de 0.1A și având o înfășurare de 1000 spire cu $\varnothing$ 0.006mm;
- două bobine de recepție (bobina C și D), având o înfășurare de 100 spire cu $\varnothing$ 0.003 mm;
- microfirul, care vibrează cu o amplitudine de 5 mm la o frecvență de 50 Hz.



a)



b)

Fig. 25. Geometrie ME senzor cu două bobine de recepție:

a) zona de concentrație a fluxului magnetic, b) variația tranzitorie a poziției microfirului în timp și influența câmpului magnetic asupra acestuia

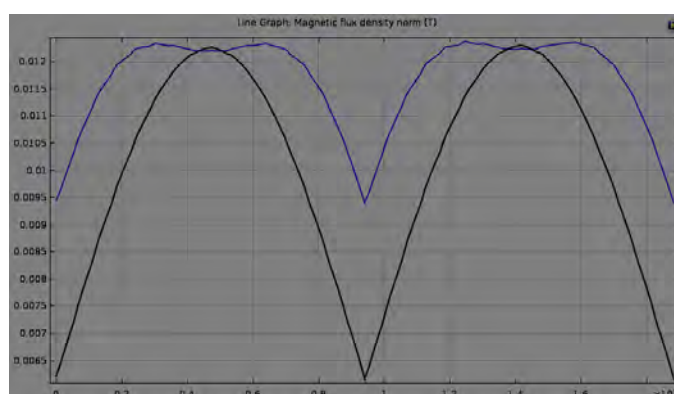


Fig. 26. Variația densității fluxului magnetic în imediata vecinătate a elementul sensibil al ME senzor

Astfel, se obține o densitate de flux magnetic de 0.12mT în zona din imediata vecinătate a microfirului (Fig. 26). Modelarea a confirmat faptul că cele două modele experimentale propuse, sunt fezabile pentru dezvoltarea unor modele experimentale de laborator, în etapele următoare.

Obiectiv 3. Realizare MF de ecran electromagnetic pe bază de structuri obținute prin 3D printing.

În această etapă de cercetare a fost realizat un model funcțional de ecran electromagnetic dintr-un material compozit alcătuit dintr-un panou de ghiduri de undă (panou fagure) realizat prin imprimare tridimensională și o pulbere de ferită NiZnMn sinterizată care umple ghidurile de undă ale respectivului panou fagure. Panoul de tip fagure a fost realizat din ABS (Acrilonitril-butadien-stiren) folosind tehnologia de imprimare tridimensională (3D printing). Intrucât ABS-ul este un material dielectric și pentru a transforma panoul de tip fagure astfel obținut într-un panou de ghiduri de undă, acesta a fost acoperit cu un strat conductor prin imersarea într-o baie de vopsea conductoare de argint. Ghidurile de undă împiedică trecerea radiațiilor electromagnetice cu frecvențe mai mici decât frecvența lor de tăiere. Acest lucru este valabil în câmp electric (câmp apropiat) și în cazul undelor plane (câmp depărtat). Ghidurile de undă ale panoului astfel obținut au fost umplute apoi cu pulbere de ferită. Pulberea de ferită este un material magnetic iar prin adăugarea ei se urmărește extinderea capacităților de ecranare electromagnetică ale panoului de ghiduri de undă la frecvențe joase în câmp magnetic (câmp apropiat). Rezultatele indică valori apropiate ale SE_{dB} pentru cele două probe

testate (panou de ghiduri de undă și panou de ghiduri de undă + pulbere de ferită) atât în câmp magnetic (câmp apropiat) cât și în unde plane (câmp depărtat). Acest lucru se datorează faptului că pulberea de ferită folosită are o conductivitate electrică foarte mică iar permeabilitatea magnetică nu este suficient de mare încât să aducă o contribuție majoră la eficacitatea ecranării totale a compozitului. Totuși, deși diferența dintre $SE_{dB}(\text{fagure})$ și $SE_{dB}(\text{compozit})$ este mică ea se păstrează aproape în întreaga gamă de frecvențe testată (excepție face gama 50 Hz – 100 kHz unde eficacitatea ecranării este nulă pentru ambele probe) ceea ce arată că pulberea de ferită are un efect de creșterea a eficacității ecranării electromagnetice după adăugarea în ghidurile de undă ale panoului fagure. Întrucât acest efect apare mai pregnant în câmp magnetic (diferență de aproximativ 6 dB la 30 MHz), se poate presupune că se datorează proprietăților magnetice ale pulberii de ferită.

A fost realizat un model funcțional de ecran electromagnetic dintr-un material compozit alcătuit dintr-un panou de ghiduri de undă (panou fagure) realizat prin imprimare tridimensională și o pulbere de ferită NiZnMn sinterizată care umple ghidurile de undă ale respectivului panou fagure.

Pornindu-se de la valorile propuse pentru eficacitatea ecranării electromagnetice ($SE_{dB} \approx 40$ dB) și frecvența maximă de funcționare ($f = 20$ GHz) și utilizând relațiile de calcul cunoscute a fost realizat un panou de tip fagure cu perforații hexagonale cu dimensiunile indicate în desenul de execuție din Fig. 27.

Panoul de tip fagure a fost realizat din ABS (Acrilonitril-butadien-stiren) folosind tehnologia de imprimare tridimensională (3D printing). Întrucât ABS-ul este un material dielectric fără proprietăți de ecranare electromagnetică, acesta a fost acoperit cu un strat conductor prin imersarea într-o baie de vopsea conductoare pe bază de argint. Această operație transformă panoul de tip fagure astfel obținut, fără capacități de ecranare electromagnetică, într-un panou de ghiduri de undă care atenuează radiațiile electromagnetice cu frecvențe mai mici decât frecvența de tăiere a ghidurilor de undă. Figura 28 prezintă panoul fagure obținut prin 3D printing înainte și după acoperirea cu stratul conductor pe bază de argint.

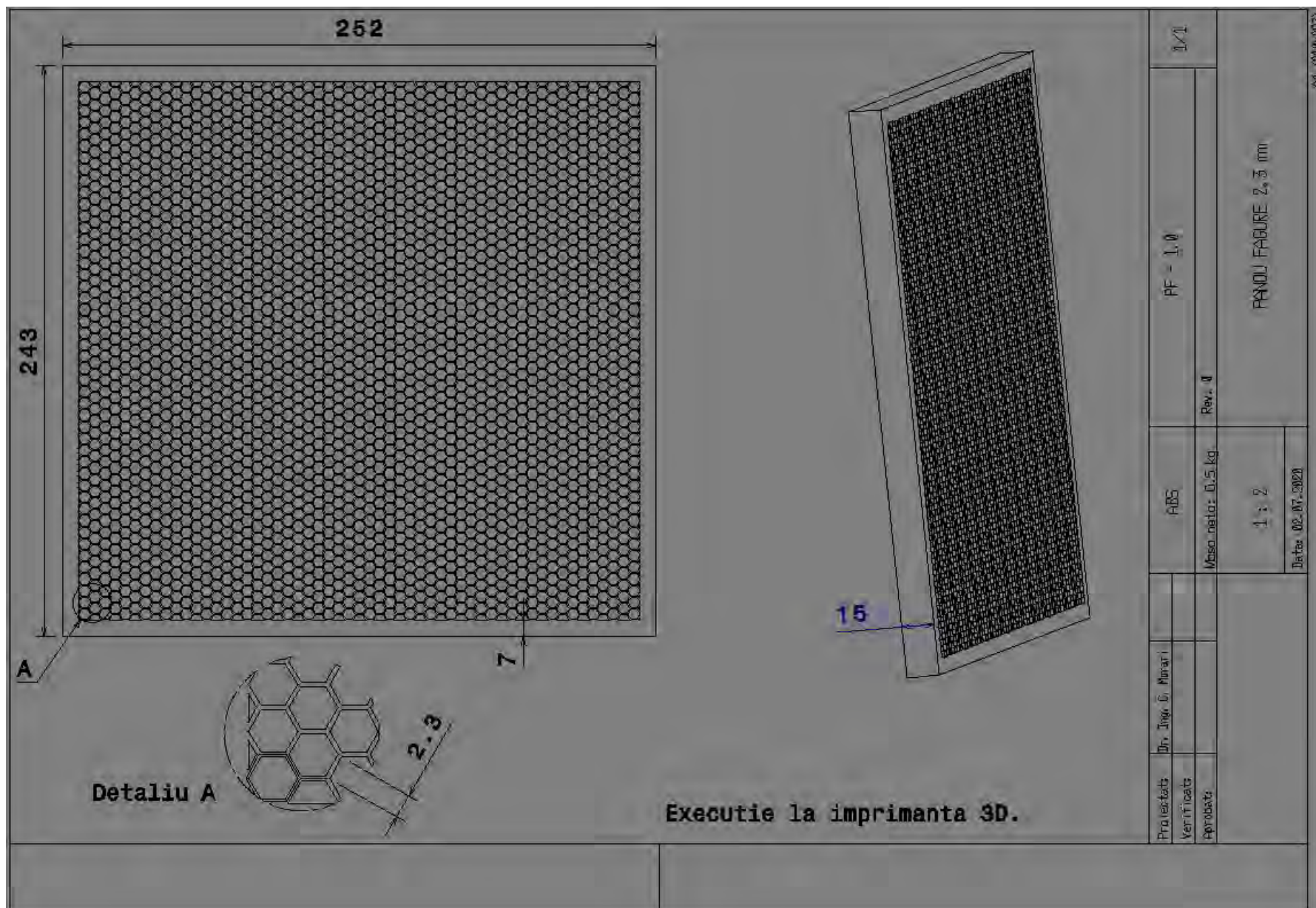


Fig. 27. Desenul de execuție al modelului de panou fagure cu perforații hexagonale

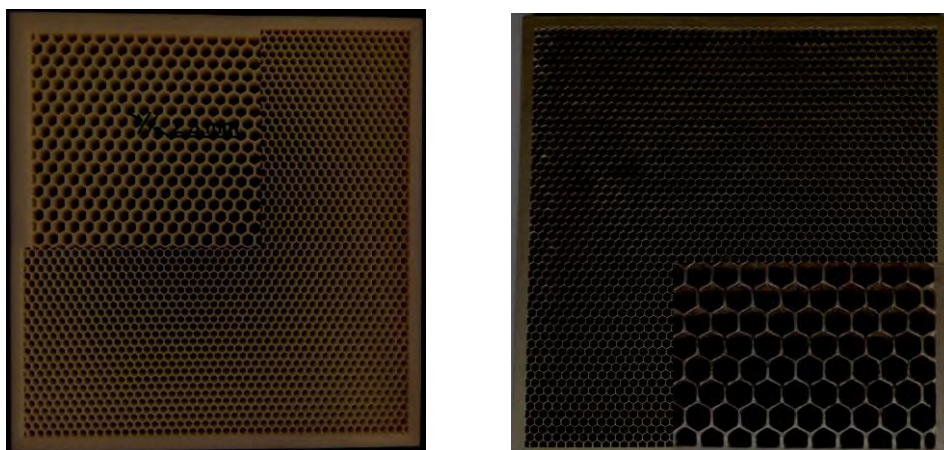


Fig. 28. Panoul fagure cu perforații hexagonale înainte (stânga) și după (dreapta) acoperire cu vopsea conductoare pe bază de argint

Pentru umplerea ghidurilor de undă ale panoului fagure realizat s-a folosit o pulbere de ferită NiZnMn atomizată și sinterizată la temperatura de 1100°C timp de 1 oră, cu dimensiuni ale particulelor cuprinse între 60 μm și 160 μm și permeabilitate magnetică relativă $\mu_r = 6.9$. Literatura de specialitate raportează pentru ferita NiZnMn valori ale conductivității electrice cuprinse între $7 \cdot 10^{-6}$ și $1.4 \cdot 10^{-8}$ S/m. Ecranul electromagnetic astfel obținut este prezentat în Fig. 29.

Testarea eficacității ecranării electromagnetice a modelului funcțional de ecran electromagnetic pe bază de structuri obținute prin 3D printing

Testarea modelului funcțional de ecran electromagnetic, realizat din compozitul panou de ghiduri de undă – pulbere de ferită, din punct de vedere al ecranării electromagnetice a fost efectuată în domeniul de frecvențe 50 Hz – 10 GHz. Pentru a putea evalua efectul adăugării pulberii de ferită, a fost testat atât panoul de ghiduri de undă obținut prin imprimare tridimensională și acoperire cu vopsea conductoare pe bază de argint cât și compozitul obținut prin umplerea ghidurilor de undă ale panoului fagure cu pulbere de ferită. Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul și figurile de mai jos.



Fig. 29. Modelul funcțional de ecran electromagnetic realizat prin umplerea ghidurilor de undă ale panoului fagure cu pulbere de ferită

Tabel 2. Valorile SE_{dB} obținute experimental pentru cele două probe (panoul de ghiduri de undă și materialul compozit)

Frecvența	SE_{dB} [dB]	
	Panou fagure	Compozit
50 Hz	0	0.5
100 kHz	0.1	0
5 MHz	9	-
20 MHz	-	17.5
30 MHz	15.6	22
60 MHz	23.2	22.5
1 GHz	27.5	30
3 GHz	29.2	31.2
10 GHz	42.6	43.6

Fig. 30. SE_{dB} pentru cele două probe determinată experimental în câmp magnetic la frecvențe cuprinse între 50 Hz – 60 MHz

Rezultatele indică valori apropiate ale SE_{dB} pentru cele două probe testate (panou de ghiduri de undă și panou de ghiduri de undă + pulbere de ferită) atât în câmp magnetic (câmp apropiat) cât și în unde plane (câmp depărtat). Acest lucru se datorează faptului că pulberea de ferită folosită are o conductivitate electrică foarte mică iar permeabilitate magnetică nu este suficient de mare încât să aducă o contribuție majoră la eficacitatea ecranării totale a compozitului. Totuși, deși diferența dintre $SE_{dB}(\text{fagure})$ și $SE_{dB}(\text{compozit})$ este mică ea se păstrează aproape în întreaga gamă de frecvențe testată (excepție face gama 50 Hz – 100 kHz unde eficacitatea ecranării este nulă pentru ambele probe) ceea ce arată că pulberea de ferită are un efect de creșterea a eficacității ecranării electromagnetice după adăugarea în ghidurile de undă ale panoului fagure. Intrucât acest efect apare mai pregnant în câmp magnetic (diferență de aproximativ 6 dB la 30 MHz), se poate presupune că se datorează proprietăților magnetice ale pulberii de ferită.

Fig. 31. SE_{dB} pentru cele două probe determinată experimental în condiții de undă plană la frecvențe cuprinse între 1 GHz – 10 GHz

De asemenea, făcând o comparație între valorile teoretice ale SE_{dB} obținute în cazul panoului de ghiduri de undă folosind relația de calcul acceptată în industrie (Fig. 31) și cele experimentale obținute în condiții de undă plană (1 – 10 GHz), se observă că există o bună concordanță mai ales la frecvența de 10 GHz. Acest lucru se datorează configurației de măsură folosite la 10 GHz cu antene horn de mici dimensiuni, și deci cu directivitate ridicată, ceea ce reduce cantitatea de energie electromagnetică care trece pe lângă panoul metalic cu apertură care separă cele două antene și afectează rezultatele măsurărilor.

Proiectare/Modelare/Simulare MF de materiale, procese și sisteme cu aplicații în tehnologii emergente conform Ob 2 și Ob 5

Obiectiv 2. Tehnologie de reciclare a materialelor magnetic dure

În cadrul acestei etape a fost realizată o **tehnologie de reciclare a materialelor magnetic dure**. Pulberile obținute prin procedeele HD și HDDR au fost presate și sinterizate prin metoda clasică și SPS.

Parametrii obținuți :

a) sinterizare clasică: $B_r = 0.195$ T, $H_{cb} = 49.87$ kA/m, $(BH)_{max} = 2.5$ kJ/m³

b) sinterizare SPS : $B_r = 0.131-0.407$ T, $H_{cb} = 10.5-30$ kA/m, $(BH)_{max} = 1.4-6.1$ kJ/m³

Obiectivul s-a concentrat pe magneții permanenți (MP) de tip Nd-Fe-B (magneți care conțin Dy și Co, cele mai critice elemente) și își dorește a continua cercetările începute, prin dezvoltarea unui proces de reciclare pilot pentru MP pe bază de pământuri rare (PR).

- ✓ Tehnologie de obținere a magnetilor NdFeB prin utilizarea pulberilor obținute prin procedeul HD prin sinterizare clasică
- ✓ Tehnologie de obținere a magnetilor NdFeB prin utilizarea pulberilor obținute prin procedeul HD prin sinterizare în SPS
- ✓ Tehnologie de obținere a magnetilor NdFeB prin utilizarea pulberilor prin procedeul HDDR

În fig. 33 se prezintă fluxul tehnologic de obținere a magneților permanenți NdFeB obținuți din pulberi realizate prin decapitarea aliajelor turnate și/sau reciclate.

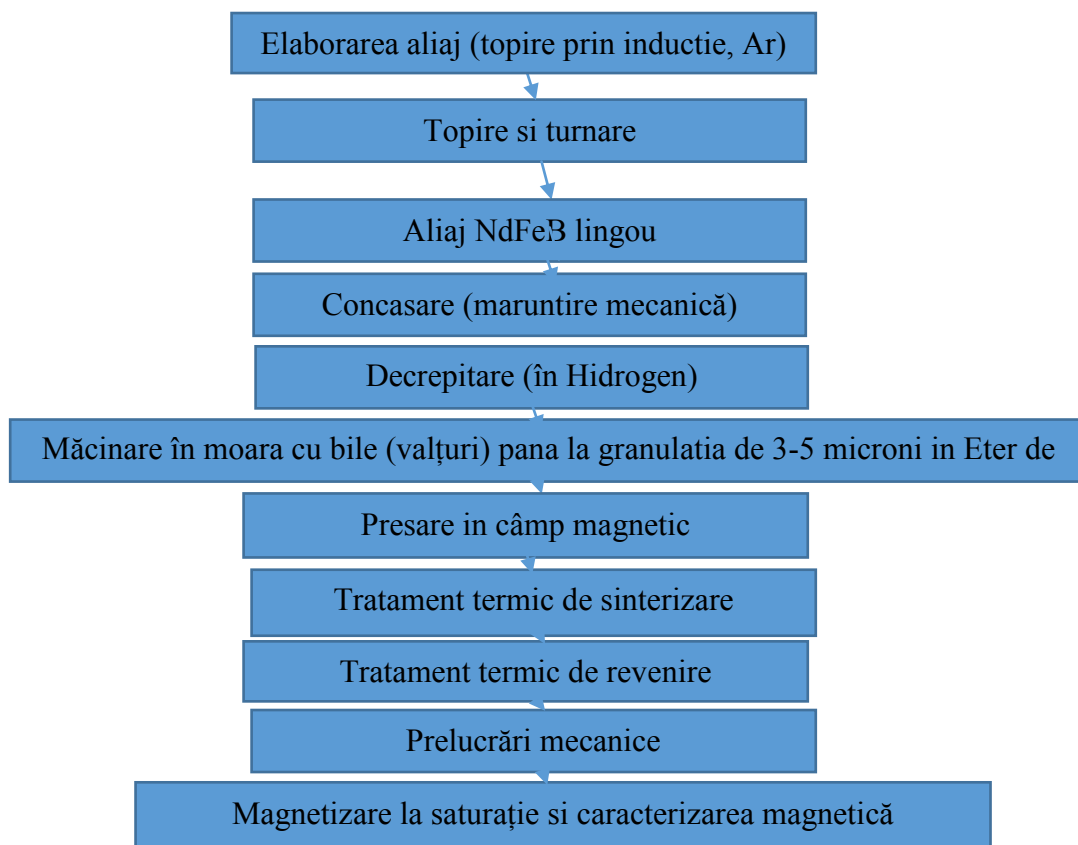


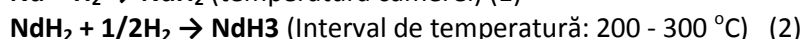
Fig. 33. Schema de principiu a fluxului tehnologic de obținere a magneților permanenți Nd-Fe-B sinterizați

Procesul de decrepitare (HD) constă în:

Reacții în procesul HD:

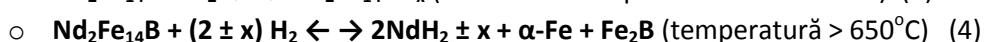
a) Reacția dintre hidrogen și faza bogată - Nd

- Reacția dintre faza bogată în hidrogen și Nd:



b) Reacția dintre hidrogen și faza $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$

- Reacția dintre hidrogen și $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$



- Reacția conform ecuației (3) nu are loc la temperatura camerei chiar și până la presiuni de hidrogen de 25 bar.
- Faza $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ trebuie încălzită la aproximativ 160°C la o presiune de hidrogen de 1.5 bar pentru a obține absorbția de hidrogen

- Ecuația (4) poate fi inversată prin încălzirea amestecului disproportționat sub vid, producând astfel recristalizarea fazei $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Dacă condițiile experimentale sunt bine controlate, prin acest procedeu se poate obține o microstructură cu granulație fină. Combinația acestor două reacții se numește proces de hidrogenare, disproportționare, desorbție, recombinație (**HDDR**)

Mod de lucru

(Experimentari HD, SPS și HDDR cu aliajele V2B, N40)

- Aliaje folosite în procesul HD
 - o Aliajul **V₂B** – aliaj nou elaborat în cuptorul cu inducție tip Leybold-Heraeus (compoziție: $\text{Nd}_{30}\text{Fe}_{63.6}\text{Dy}_5\text{Al}_{0.4}\text{B}_1$)
 - o Aliajul **N40** – aliaj obținut prin prelucrarea rebuturilor tehnologice ce rezultă în urma prelucrării calupurilor magnetice.



Fig. 34. Aspect pulbere decrepitată HD



Fig. 35. Presat obținut din pulberi HD

Etape de sinterizare:

- **Eliminarea hidrogenului în prima fază** – temperatura de lucru 350°C
 - **Eliminarea hidrogenului în a doua fază** – temperatura de lucru $700 - 750^\circ\text{C}$
- Pulberile au fost presate într-o matrită la o forță de presare de 2.5 t/cm^2
 Densitățile probelor se situează în intervalul $6.60 - 7.14 \text{ g/cm}^3$.

Prelungirea duratei tratamentului termic de sinterizare a magneților de la 1h la 2 sau 3 h, cu sinterizare în vid, are ca efect creșterea substanțială a densității sinterizatului cu circa 3.5 %. Măsurătorile magnetice au evidențiat valori magnetice cuprinse între: $B_r = 0.150 - 0.330 \text{ T}$.

Tehnologie de obținere a magnetilor NdFeB prin utilizarea pulberilor obținute prin procedeul HD și HDDR în SPS

În procedeul SPS, pulberea de procesat este presată și sinterizată într-o matrită de grafit conductor, care se încălzește uniform, controlat și rapid în tot volumul materialului procesat, sub acțiunea unor impulsuri de curent continuu, generate de o sursă de putere înaltă. Procesul SPS este activat într-un câmp electric, fapt ce permite obținerea de materiale puternic densificate la temperaturi de sinterizare mai mici decât cele utilizate în procedeele clasice. La acest procedeu, atât matrita, cât și proba sunt încălzite la trecerea directă a unui curent electric pulsant. Acesta se propagă prin sistemul piston-probă-matrită.

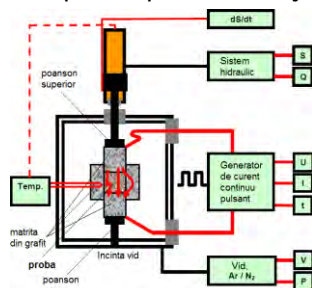


Fig. 36. Schema de funcționare a instalației SPS

S-a încercat obținerea probelor prin sinterizare în SPS la diferite viteze de urcare cât și temperaturi de sinterizare diferite. Astfel, vitezele de urcare a temperaturii, sunt $30, 100$ și 125°C/min iar temperaturile de sinterizare au fost $800, 900, 1000$ și 1100°C .

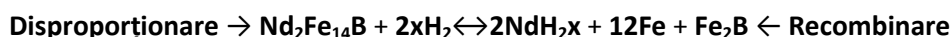
Dimensiunea probei la SPS: dimensiune proba: $\varnothing = 25.5 \text{ mm}$, $h = 8 \text{ mm}$.

Valorile magnetice obținute: $B_r = 0.131\text{--}0.407 \text{ T}$, $H_{cb} = 10.5\text{--}30 \text{ kA/m}$, $(BH)_{\max} = 1.4\text{--}6.1 \text{ kJ/m}^3$. Densitățile probelor au fost în intervalul $6.2 - 7.46 \text{ g/cm}^3$.

Tehnologie de obținere a magnetilor NdFeB prin utilizarea pulberilor obținute prin procedeul HDDR

Procesul **HDDR** este inițiat după finalizarea procesului HD. Pulberea HD este degazată prin încălzire sub vid la temperatura de procesare necesară, unde hidrogenul este introdus încet pentru a încuraja dispropoziționarea într-un ritm lent.

Ecuația de reacție **HDDR** poate fi descrisă ca:



Aceste metode sunt prezentate în figură 37, de mai jos.

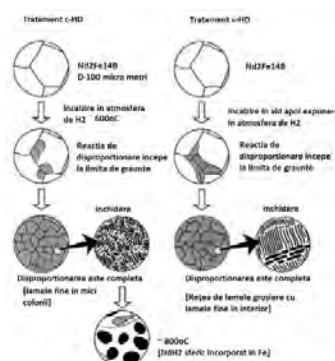


Fig. 37. Metode de realizare HDDR (c-HD și v-HD)

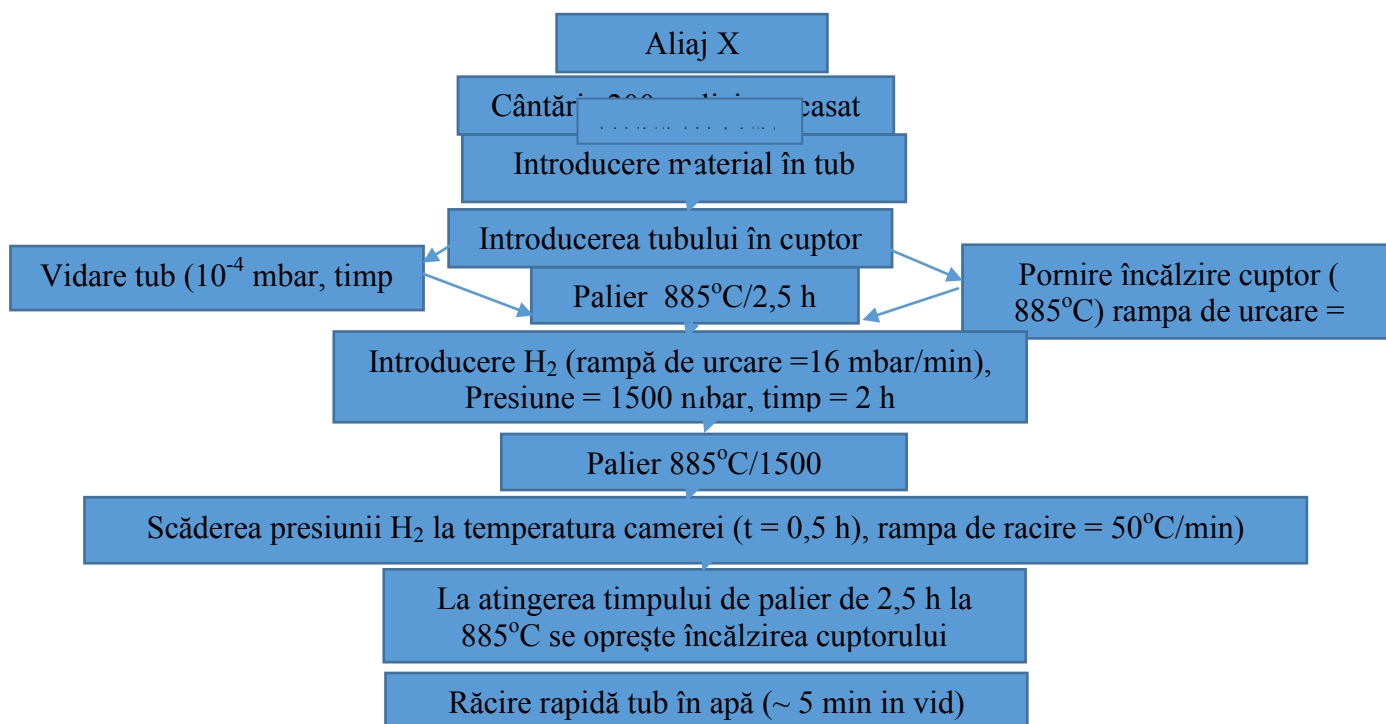
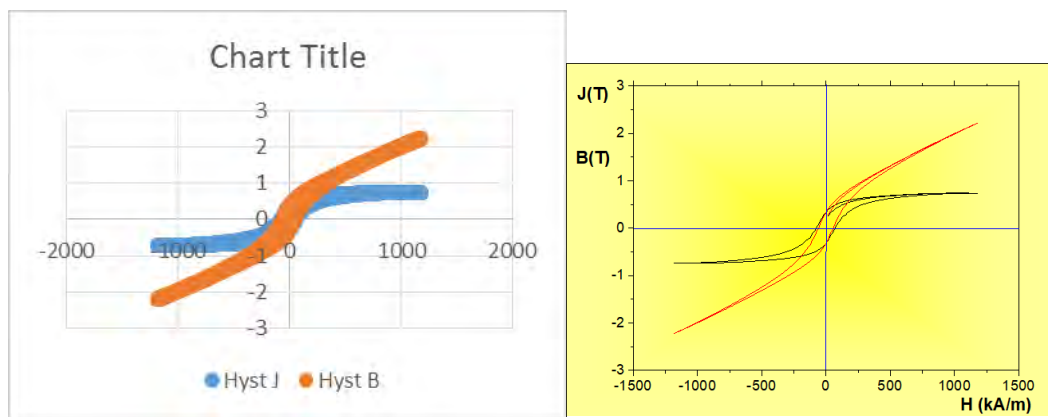


Fig. 38. Fluxul tehnologic de obținere a pulberilor magnetice NdFeB (N40 și V₂B) prin procedeul HDDR

Caracteristici geometrice a probei obținute: $20 \times 18.2 \times 13.9 \text{ mm}$

$T_{\text{ sint}} = 1100^\circ\text{C}$, timp sinterizare= 120 min, densitate 6.071 g/cm^3

Caracteristici magnetice: $B_r = 0.195 \text{ T}$, $H_{cb} = 49.87 \text{ kA/m}$, $(BH)_{\max} = 2.5 \text{ kJ/m}^3$



Sinterizare clasică

SPS

Fig. 39. Curbe histerezis

Obiectiv 5. Modele functionale (MF) de materiale cu proprietati magnetice si electrice pentru aplicatii electronice

În cadrul acestei etape au fost realizate 2 Modele funcționale de material compozit multiferoic. Primul model funcțional a fost realizat pe bază de material compozit piezoceramic de tip PZT pentru care s-a folosit ca matrice ceramică PZT, în care s-au adăugat particule de fier. Materialul a fost denumit PZT-Fe. Acest material a fost caracterizat din punct de vedere dielectric, feroelectric precum și magnetic. Din caracterizare s-a demonstrat că materialul compozit prezintă atât caracteristici feroelectrice cât și caracteristici feromagnetice, caracteristici primordiale pentru un compozit multiferoic. Al doilea material funcțional a fost realizat pe bază de lamele piezoelectrice PZT și lamele de Ni. În acest material proprietățile piezoelectrice se regăsesc în materialul ceramic PZT și proprietățile magnetice în lamela de Ni.

Pentru ambele materiale s-a pus în evidență cuplajul magnetoelectric care a demonstrat funcționarea modelului compozit realizat.

Materialele compozite multiferoice au fost caracterizate din punct de vedere structural și al proprietăților fizico-electrice.

Analizele structurale au fost realizate prin difracție de raze X pe modelul funcțional PZT-Fe și difracția de raze este dată în fig. 40.

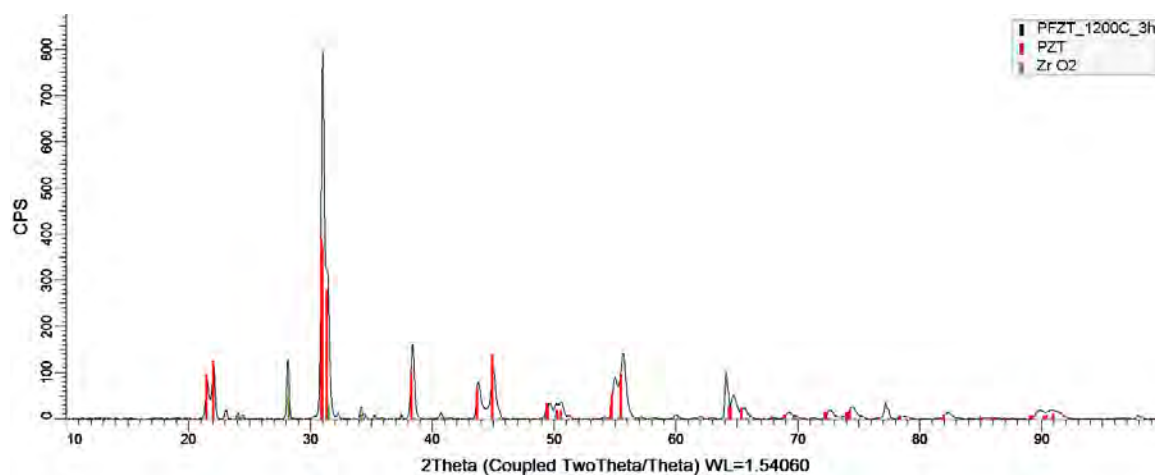
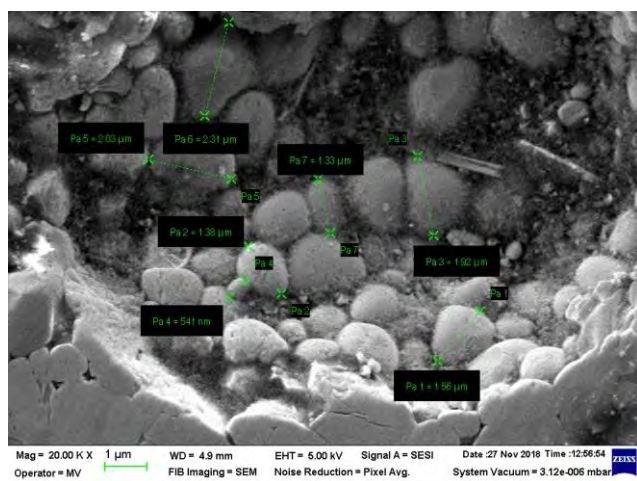


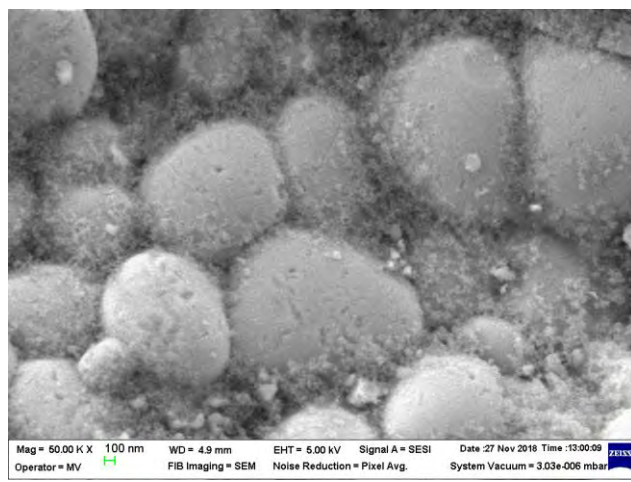
Fig. 40. Spectrul de difracție al probei PZT-Fe la 1200°C.

De asemenea, probele sinterizate la 1200°C au fost caracterizate fizic atât din punct de vedere al porozității cât și al densității. Astfel au fost obținute valori ale porozității de 0.87% și o densitate de 7,56 g/cm² ceea ce demonstrează obținerea unui material dens, ceea ce duce la obținerea unui grad ridicat de polarizație.

Imaginile de microscopie electronică (fig. 41) confirmă obținerea unui material cu pori mici și distribuție uniformă a dimensiunilor de particule în material.



a)



(b)

Fig. 41. Imagini de microscopie electronică de baleiaj pentru probele ceramice PZT-Fe sinterizate timp de 3 ore la temperatura de 1220°C ((a) și (b)): (a) imagini de detaliu (x 20 000) și (b) imagini de detaliu (x 50 000)

Permitivitatea dielectrică relativă și tangenta unghiului de pierderi dielectrice au fost măsurate cu un echipament de spectroscopie dielectrică tip 4294 *Impedance analyser* fabricat de Agilent, la frecvența de 1kHz.

Reprezentarea grafică a variației permitivității relative funcție de frecvență este prezentată în Fig. 42, se observă că odată cu creșterea frecvenței aceasta rămâne practic constantă. În Fig. 43 este prezentată pierderea dielectrică funcție de frecvență.

Fig. 42. Variația permitivității relative cu frecvența pentru modelul funcțional PZT-Fe

Fig. 43. Variația pierderilor dielectrice cu frecvența pentru modelul funcțional PZT-Fe

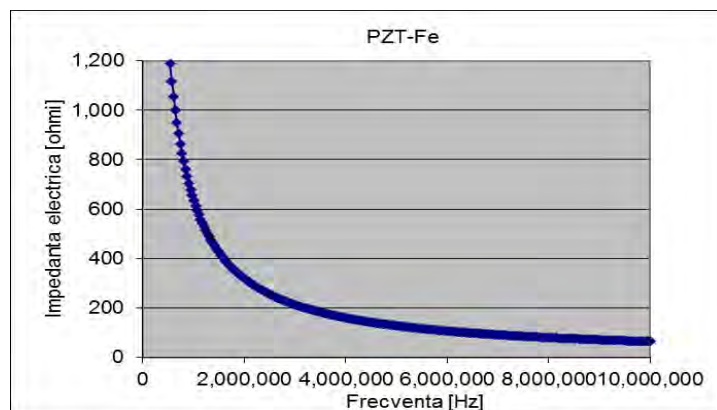


Fig. 44. Impedanța electrică în funcție de frecvență.

Din fig. 42 - 44 de mai sus se observă că probele din punct de vedere dielectric sunt aplicabile pentru domenii de frecvență scăzute.

Pentru materialul multiferoelectric PZT-Fe în fig. 45 este reprezentată curba de histerezis magnetică.

Fig. 45. Curba de histerezis magnetică pentru proba PZT-Fe

Tabel 3.

Nr crt	Proba	M_r (emu/g)	M_s (emu/g)	H_c (Oe)
1	PFZT 1200°C, 0 gr	0.12	0.30	1109
2	PFZT 1200°C, 90 gr	0.08	0.21	1139

S-a constatat în fazele anterioare că pentru PZT-Fe temperatura optimă de obținere a materialului multiferoelectric este cea de 1200°C, temperatură pentru care s-a obținut o polarizație electrică remanentă de $0,4541\mu\text{C}/\text{cm}^2$, respectiv o polarizație la saturație de $2,2805\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Această compoziție a demonstrat că este feroelectrică.

Fig. 46. Curba de histerezis feroelectrică pentru compoziția
PZT-Fe-1200°C

Tabel 4.

Nr crt	Sample cod	P_r ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	P_s ($\mu\text{C}/\text{cm}^2$)	E_c (V/mm)
1	PFZT 1200°C,	0.4541	2.2805	802.623

În fig. 47 sunt suprapuse cele două histerezisuri magnetic și feroelectric.

Fig. 47. Curbele de histerezis electric și magnetic pentru proba PZT-Fe sinterizată la 1200°C

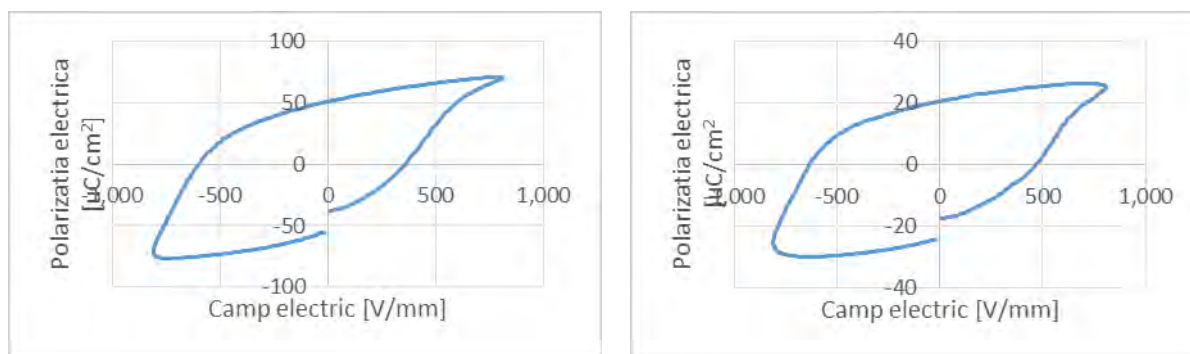
Cel de al doilea Model funcțional de compozit multiferoic de tip 2-2, este un bi-strat, compus dintr-un material PZT obținut în INCIE ICPE-CA și Ni. Pentru laminarea celor două tipuri de materiale s-a utilizat o rășină epoxi din comerț.

S-a utilizat acest tip 2-2, de compozit multiferoic, deoarece conform literaturii de specialitate, există un avantaj și anume faptul că scurgerea de curent este redusă. În acest caz particular, conectivitatea poate fi îmbunătățită prin condițiile de polarizare ale stratului piezoelectric.

Valoarea de magnetostricțiune în Ni variază de la -32×10^{-6} la -35×10^{-6} . Folia de Ni a avut o puritate de 98%, este feromagnetică, cu un Punct Curie de 631K.

Materialul piezoelectric este un PZT F cu următoarele proprietăți: $f_a = 163$ kHz; $f_r = 158$ kHz, $\epsilon_r = 1260$; Punct Curie 360°C.

Curba de histerezis a materialului piezoelectric prezintă o polarizație de aproximativ $50 \mu\text{C}/\text{cm}^2$, pe când în compozitul bistrat polarizația scade la $20 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ (fig. 48).



a. Curba de histerezis pentru PZT

b. Curba de histerezis pentru PZT/Ni (pătrat)

Fig. 48. Curbele de histerezis pentru PZT (a) și compozitul multiferoic realizat (b).

Acest lucru se datorează cuplajului magnetoelectric indus de câmpul electric prin deformarea substratului piezoelectric prin constrângere. Prin aplicarea unui câmp electric asupra materialului piezoelectric, anizotropia suprafeței Ni se schimbă, datorită schimbului de electroni pe orbitalul 3d ($3d^8 4s^2$).

Efectul magnetoelectric este rezultatul efectului piezoelectric în faza feroelectrică și al efectului magnetostrictiv în faza magnetică. Faza magnetică își schimbă forma atunci când un câmp magnetic este aplicat și deformarea este transferată fazei piezoelectrice, rezultatul fiind o tensiune electrică. Prin urmare, cuplajul magnetoelectric dintre proprietățile feroelectrice și cele magnetice, în compozitele multiferoice, este cauzat de deformare. Plecând de la această teorie, s-a aplicat pe faza feroelectrică - ceramică piezo o tensiune alternativă de 10V_{eff} și s-a baleiat în frecvență. Tensiunea aplicată a creat o deformare în elementul piezo care s-a transmis

prin interfață fazei feromagnetice – Ni. Deformarea indusă în Ni a creat o diferență de potențial alternativă la ieșirea bobinei formată în jurul compozitului, de 100 spire, și care denotă că în compozit există un cuplaj electromagnetic între cele două faze. Reprezentarea grafică este redată în fig. 49.

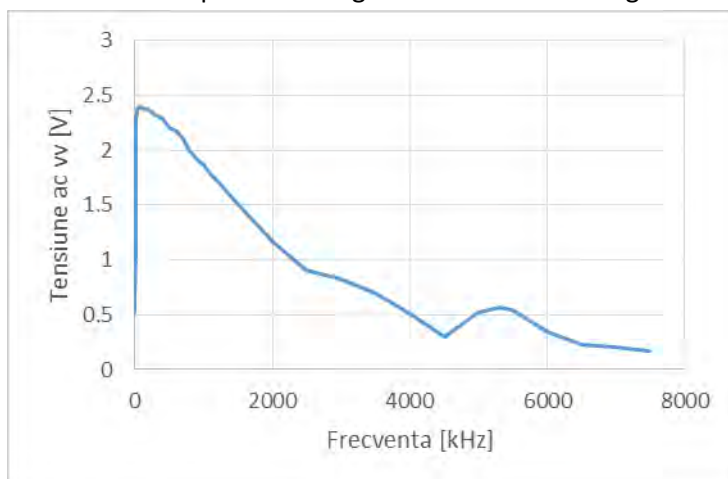


Fig. 49. Reprezentarea grafică a tensiunii de ieșire pentru aplicația tip senzor

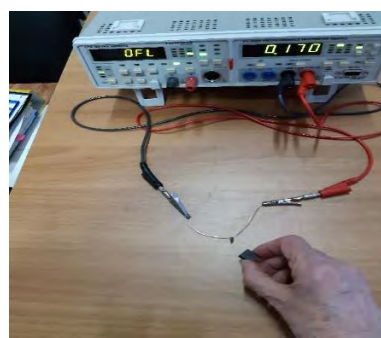
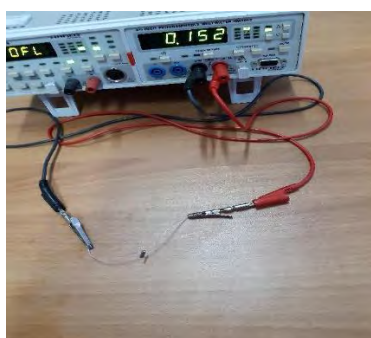


Fig. 50. Reprezentarea cuplajului electromagnetic la aplicarea unui câmp magnetic

De asemenea, în fig. 50, se observă o creștere a tensiunii la ieșire de 18mVv pe lamela de PZT, la apropierea de materialul compozit a unui câmp magnetic (în cazul nostru un magnet permanent).

Pentru materialul compozit PZT-Fe creșterea tensiunii de ieșire este mai mică de doar 6mVv, dar existența cuplajului magnetoelectric pe ambele tipuri de materiale demonstrează obținerea de modele funcționale pe ambele tipuri de materiale compozite.

Rezultatele obtinute in cadrul proiectului PN19310103:

- Tehnologie de reciclare a materialelor magnetic dure;
- Sistem de tratament termo-magnetic pentru micro/nanofire;
- Model funcțional de pulbere magnetica de oxid de fier (γ - Fe_2O_3) functionalizata cu gluconat de sodium pentru imagistică medicală;
- Model funcțional de pulbere magnetică de oxid de fier (γ - Fe_2O_3) funcționalizată cu L-lizină pentru imagistică medicală.
- Model funcțional de microfire cu proprietăți termo-magnetice;
- Model funcțional de ecran electromagnetic pe bază de structuri obținute prin 3D printing;
- Model funcțional de material cu proprietăți magnetice și electrice pentru aplicații electronice;
- 2 articole publicate:

Teodora Malaeru et al., Synthesis and characterization of water dispersible iron oxide (γ - Fe_2O_3) nanoparticles for biomedical applications, Revista de Chimie, vol.71,no.10,pp.88-98;

Dumitru Alina et al., Investigation of Multiferroic Properties of Fe³⁺ and (La³⁺, Fe³⁺) doped PbZr_{0.53}Ti_{0.47}O₃ Ceramics, Proceedings of the 2020 IEEE International Conference on Electrical Engineering and Photonics (ExPolytech) Russia, 2020, ISBN 978-1-7281-8878-2;

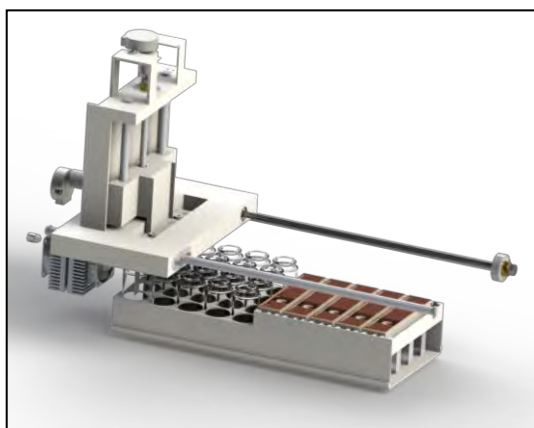
- 1 articol in curs de publicare:
- Dumitru Alina et al., Effects of sintering temperature on structural and electrical properties of iron doping PZT ceramics, Acta Marisiensis, Seria Tehnologică - Universitatea de medicină, farmacie, științe și tehnologie "George Emil Palade" din Tg Mures, Categoria B;
- Comunicari la manifestari stiintifice.
Malaeru Teodora, Georgescu Gabriela, Patroi Delia, Marinescu Virgil, Dascalu Radu, "Iron oxide nanoparticles biocompatible for biomedical applications", prezentare poster la Conferința CEM 3 -5 Noiembrie 2020, ICPE-CA ,Bucuresti
Georgescu Gabriela, Malaeru Teodora, Patroi Delia, Patroi Eros-Alexandru, Marinescu Virgil, Dascalu Radu "Fluorescent oxide nanoparticles for technical applications", prezentare poster la Conferința CEM 3 -5 Noiembrie 2020, ICPE-CA , București
Alina Iulia Dumitru, Jana Pinte, Delia Patroi, Tudor Gabriel Dumitru, Ladislau Matekovits and Ildiko Peter, Investigation of multiferroic properties of Fe³⁺ and (La³⁺, Fe³⁺) doped PbZr_{0.53}Ti_{0.47}O₃ ceramics, Conferința Internațională IEEE- EExPolytech, oct 15-16, 2020, Saint Petersburg, Rusia

PN19310104 - Dispozitive și microsiseme de recunoaștere a agenților poluanți pentru monitorizarea și protecția mediului.

Conceptia si realizare sistem electromecanic de schimbare automata a probelor, (documentatie de executie sau modele CAD pentru tiparire 3D, realizare subansamble).

Indicatorii asociati etapelor aferente anului 2020 au fost indepliniti astfel:

1. a fost livrat conceptul de realizare al sistemului electromecanic de preluare automata a probelor
2. a fost realizata documentatia de executie a sistemului electromecanic de preluare automata a probelor
3. au fost realizate subsansamblele aferente sistemului de automatizare;
4. a fost realizat sistemul electromecanic de preluare automata a probelor



Model 3D sistem electromecanic



Sistemul electromecanic de preluare automata a probelor realizat

5. a fost obtinut un prototip senzor carbendazim prin optimizarea variantei de model experimental anterioara prin :
 - a. *selectarea optima a speciei active* (oxidul de grafena utilizat) *cu care se face modificarea electrodului central* (de lucru) al unui electrod SPE; In acest sens, specia activa trebuie sa aiba afinitate pentru substratul de depunere;

b. *reusita ancorarii speciei active de substrat (de electrodul de lucru al SPE) in mod ireversibil si cu pastrarea functionalitatii acestuia in urma procesului de depunere/ancorare.*

6. Limita de detectie a prototipului de senzor realizat: 0.01ppm carbendazim in solutii test;
7. A fost realizată o interfață digitală pentru echipamentul de detecție a carbendazimului, bazată pe protocolul I2C. Prin această interfață se pot stabili domeniile de lucru ale celor patru canale.

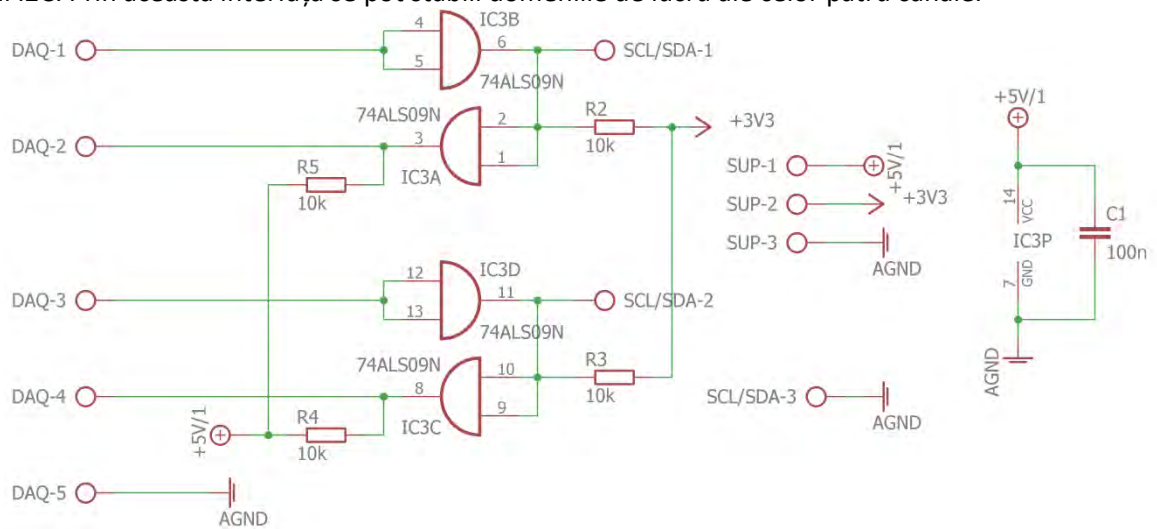


Fig.1.Schema electronica a interfetei digitale

Conceptia si realizarea interfetei digitale, [documentatie tehnica generala]. Conceptia si realizarea sistemului de control al parametrilor de mediu , [schema bloc, si documentatie tehnica relevanta pentru solutia aleasa]. Conceptie si realizare software. Demonstrarea functionalitatii echipamentului – verificari/teste senzor pe probe reale

8. A fost realizat un software specializat pentru operarea acestui echipament de detecție, software-ul accesând atât interfața I2C cât și modulele analogice.

În fig. 2 se poate observa interfața acestui program. Este posibilă selectarea domeniilor de curent în care vor lucra cele patru canale, se pot defini parametrii semnalului de test, calea de salvare a fișierelor, și în timpul rulării se pot vizualiza parametrii de mediu și valorile instantanee ale tensiunilor citite pe canalele de intrare corespunzătoare potențostatului.

Datele sunt afișate pe patru grafice tabulate.

În fig.3 se poate observa structura VI-ului care, având în spate funcții de nivel înalt: se face configurarea canalelor, se generează semnalul de excitație, se pornește achiziția de date și apoi citirea, se citește ciclic și se acumulează datele care sunt și afișate, se închid canalele deschise și se salvează datele.

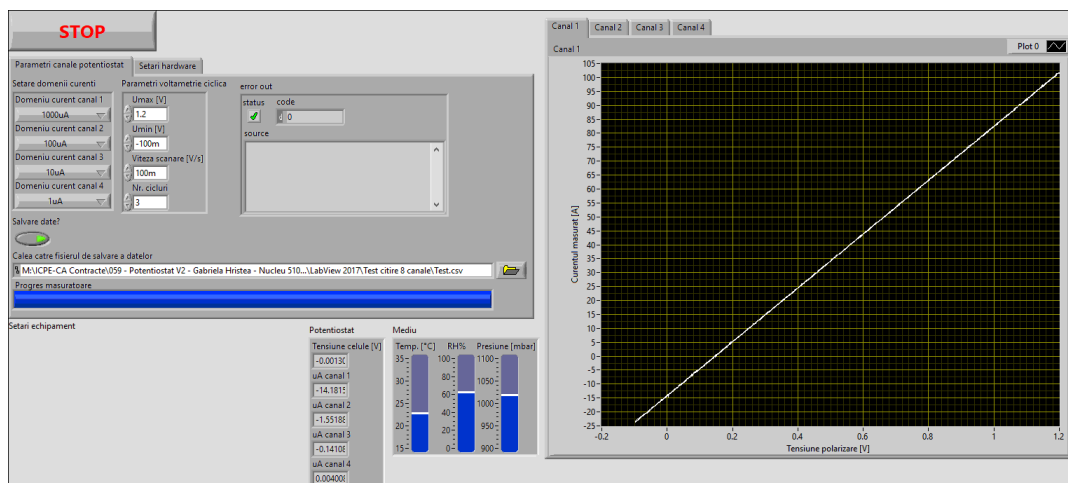


Fig. 2. Interfața programului dedicat pentru operarea sistemului de tip potențostat cu patru canale

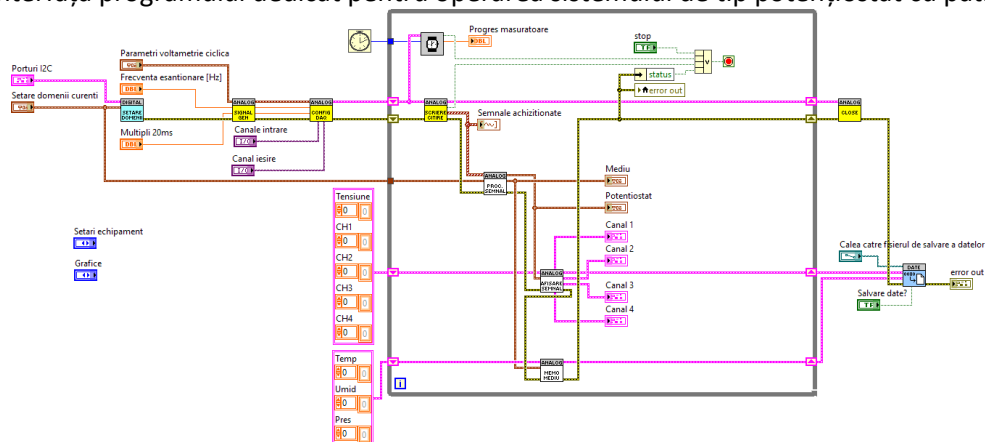


Fig. 3. Diagrama bloc a programului specializat pentru operarea sistemului de tip potențostat cu patru canale

	A	B	C	D	E	F	G	H
	Tensiune excitatie [V]	Curent canal 1 [uA]	Curent canal 2 [uA]	Curent canal 3 [uA]	Curent canal 4 [uA]	Temperatura [°C]	Umiditate relativa [%]	Presiune [mbar]
1	0.002683	-14.725772	-1.623288	-0.148684	0.002916	22.756289	62.229171	1018.323659
2	0.006718	-13.545834	-1.490452	-0.13499	0.004604	22.795831	62.072417	1018.631289
3	0.010748	-13.107998	-1.447088	-0.130725	0.005024	22.826604	62.448813	1018.048697
4	0.014701	-12.556906	-1.391011	-0.125121	0.005598	22.771779	62.620954	1018.024069
5	0.018669	-12.617565	-1.397044	-0.125646	0.005549	22.817027	62.234814	1018.886613
6	0.022699	-11.641543	-1.298829	-0.11586	0.006537	22.79318	62.492532	1018.603192
7	0.0267	-11.62896	-1.298026	-0.115996	0.006518	22.805637	62.934529	1018.65665
8	0.030694	-11.073999	-1.24243	-0.110237	0.007113	22.788122	62.566432	1018.397378
9	0.034595	-10.81749	-1.216521	-0.107775	0.007362	22.815275	62.618328	1018.660626
10	0.038651	-10.625512	-1.196387	-0.105687	0.007572	22.762652	62.699393	1018.111733
11	0.042697	-10.112496	-1.147505	-0.10086	0.008046	22.828828	62.106443	1018.624526
12	0.046653	-9.813398	-1.117241	-0.097605	0.008372	22.787499	62.797622	1018.901302
13	0.050644	-9.402985	-1.077329	-0.093772	0.008746	22.754638	62.812854	1018.89045
14	0.054638	-8.969341	-1.03461	-0.089358	0.00919	22.77587	62.632608	1018.926406

- Au fost scrise module software pentru sistemul electromecanic de măsurare automată, ce permit operarea motoarelor și alinierea axelor.

Pentru ușurința programării deplasărilor, acționarea motoarelor trebuie realizată astfel încât să poată fi generate comenzi de deplasare în milimetri, cu semn, cu funcție „ENABLE”, cu memorarea configurației anterioare a fazelor și cu posibilitatea schimbării sensului de deplasare prin software astfel încât semnele „+” și „-” să aibe semnificație fizică pentru programator. De asemenea, pentru poziționarea cu precizie, este necesară și detectarea unei poziții de referință.

Aceste deziderate au fost îndeplinite prin programarea următoarelor seturi de funcții:

- MPP INIT – funcția definește patru linii digitale ca ieșiri pentru fazele unui motor pas cu pas. NI USB-6002 dispune de un port de 8 biți, ceea ce permite comanda directă a două axe de mișcare.

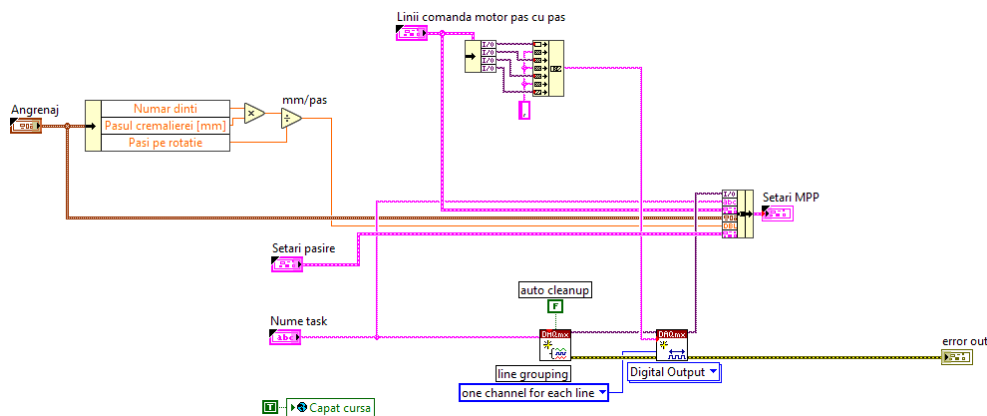


Fig. 4. Diagrama bloc a VI-ului „MPP INIT”

2. MPP CLOSE – funcția eliberează liniile digitale selectate de către „MPP INIT” și le face disponibile pentru alte funcții.

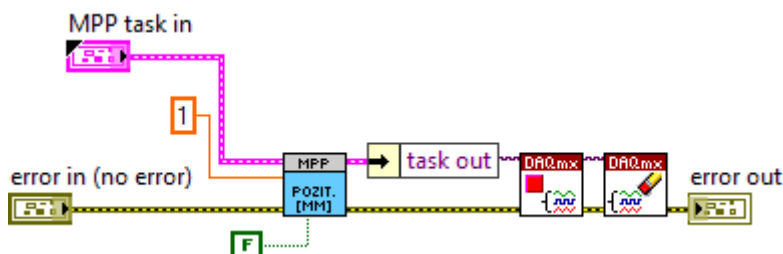


Fig. 5. Diagrama bloc a VI-ului „MPP CLOSE”

Se poate observa că se utilizează și funcția „MPP POZIT” căreia i se aplică o poziție arbitrară și valoarea „FALSE” pe intrarea „ENABLE” pentru a se întrerupe alimentarea înfășurărilor motorului.

3. MPP POZIT – funcția permite controlul fazelor motoarelor prin liniile definite cu „MPP INIT”. Așa cum a fost menționat anterior, funcția primește ca argument poziția ce se dorește a fi atinsă, cu semn, are intrare „ENABLE” și permite modificarea software a sensului. Relația dintre numărul de pași și distanța parcursă se face prin introducerea unor date specifice angrenajului utilizat în sistemul pinion cremalieră.

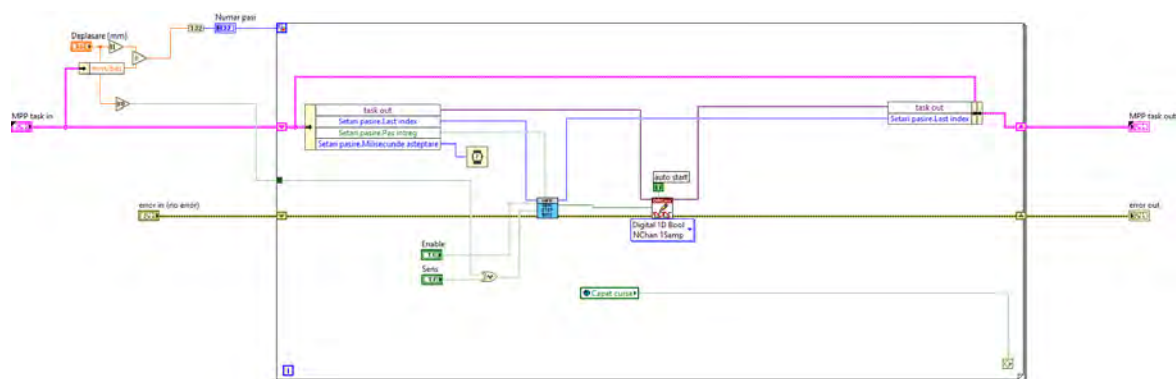


Fig. 6. Diagrama bloc a VI-ului „MPP POZIT”

Se poate observa că funcția rulează câtă vreme variabila globală „Capat cursa” rămâne „TRUE”.

4. LIMIT SETUP – funcția configurează o linie digitală pentru citire. Prin soluția hardware aleasă, această linie ia valoarea zero prin închiderea a două comutatoare montate în paralel. Aceste comutatoare sunt senzorii de capăt de cursă pentru cele două axe. Montarea în paralel a fost impusă de numărul redus de linii digitale de care dispune NI USB-6002 și are ca unic dezavantaj faptul că originea celor două axe de deplasare trebuie realizată secvențial.

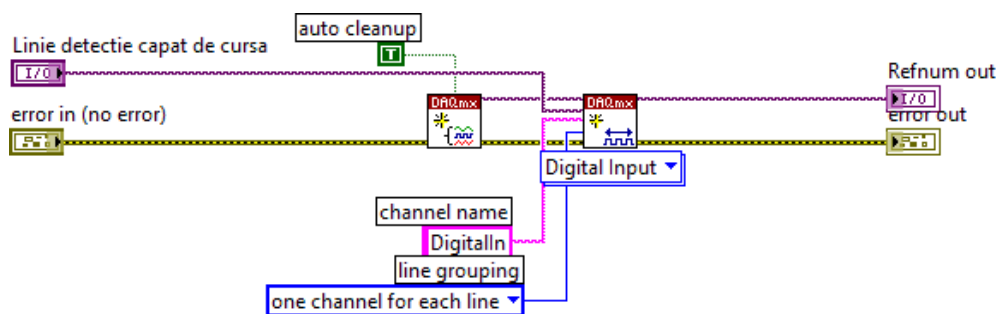


Fig. 7. Diagrama bloc a VI-ului „LIMIT SETUP”

5. LIMIT CLOSE – funcția eliberează liniile digitale selectate de către „LIMIT SETUP” și le face disponibile pentru alte funcții.

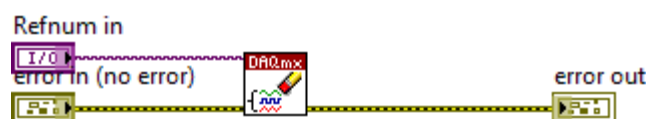


Fig. 8. Diagrama bloc a VI-ului „LIMIT CLOSE”

6. LIMIT CHECK – funcția verifică periodic starea liniei digitale configurată și scrie starea acesteia pe o ieșire precum și într-o variabilă globală, astfel devenind disponibilă oricărei alte funcții. Funcția permite sesizarea atingerii comutatoarelor de limită de cursă și astfel stabilirea originii pe cele două axe de mișcare.

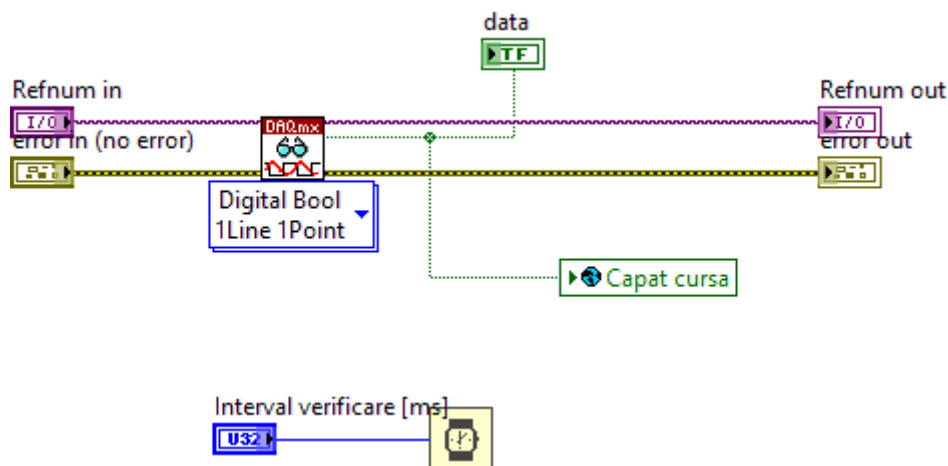


Fig. 9. Diagrama bloc a VI-ului „LIMIT CHECK”

Se poate observa că funcția permite realizarea unor pauze între citiri pentru a limita încărcarea procesorului.

10. A fost conceput și realizat un sistem de control și măsurare a parametrilor de mediu (controlul temperaturii și măsurarea și înregistrarea umidității și presiunii).

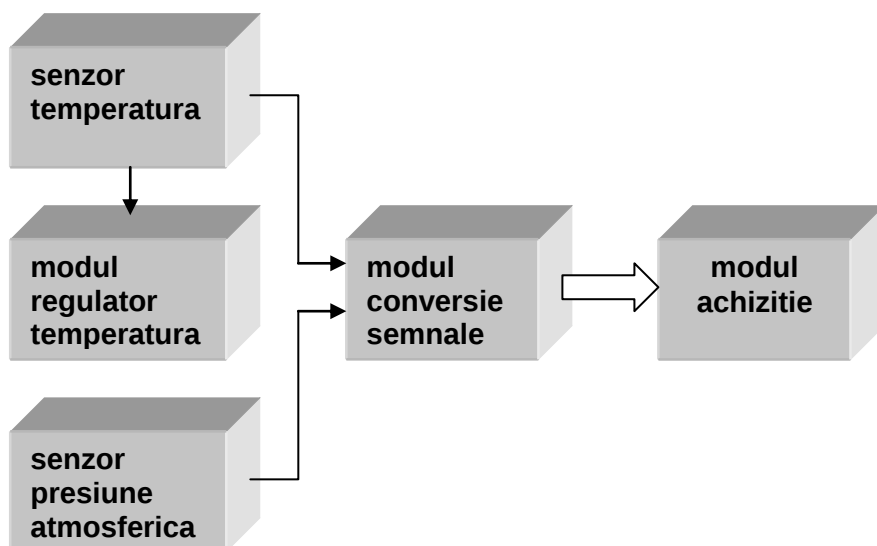


Fig.10 Schema bloc de monitorizare a parametrilor de mediu in incinta de prelevare

De asemenea, s-a realizat un sistem ce permite manipularea automată a electrozilor într-o incintă stabilizată termic și în care sunt mășurați și alți parametri de mediu precum presiunea și umiditatea.

Sistemul de manipulare automată a electrozilor este acționat cu ajutorul unor motoare pas cu pas și permite introducerea simultană a patru electrozi/senzori dispuși pe un conector special în patru recipiente cu amestecuri de probe ce urmează a fi testate.

Incinta sistemului de manipulare este termostatăă cu ajutorul unui dispozitiv Peltier de putere ce permite după caz răcirea sau încălzirea (penrtu mentinerea incintei la o temperatură constantă).



Foto 1. Incinta termostatăă în care se pot manipula electrozii și electronica de comandă aferentă

În foto 1, se pot observa incinta în care se găsesc patru recipiente cu lichid, în care au fost introduși cate patru senzori (dezvoltati in cadrul proiectului) precum și circuitele electronice necesare pentru realizarea testului electrochimic , pentru preluarea si traducerea semnalelor și pentru mișcarile de translatie ale sistemului de manipulare automată a electrozilor.

A fost obtinut un prototip de senzor pentru detectia carbendazimului realizat prin modificarea unui electrod imprimat (screen printed electrode) cu materiale grafenice fucntionalizate ce *a fost testat pe probe reale*. In vederea testării pe probe reale s-au selectat 4 tipuri de produse horticoale: *cartof, castravete, roșie, măr și portocală*

Pregătire probe:

In vederea pregatirii probelor reale pentru testare, cartofii, castraveții, roșiile și merele au fost rase/tocate și sucul din pulpa rezultată extras prin simpla stoarcere. Probele nu au fost filtrate, centrifugate sau supuse altor etape de pregătire intermediară.

În cazul portocalelor a fost folosit suc de portocale din comerț marca Tedy. Probele pentru testare au fost amestecate (%vol) cu soluții de concentrație cunoscută de carbendazim în electrolit Britton –Robinson cu adaos de surfactant în proporție de 1:1:5 (proba : surfactant: BR-carbendazim)

Într-o primă etapă, a fost verificată reproductibilitatea răspunsului dat de electrozi diferiți, modificați în condiții identice în soluții stock de carbendazim de diferite concentrații. În acest sens au fost testați câte 5 senzori pentru fiecare concentrație de carbendazim aleasă. Abaterea standard s-a situat în limita a 2,5%.

De asemenea, senzorii au fost testați pentru concentrații ce s-au situat în domeniul 0,1μM- 750μM. La concentrații mici (sub 50 μM) intensitatea curentului înregistrat se situează în domeniul 0,15-0,20 mA. La concentrații peste 50 μM carbendazim valoarea curentului înregistrat este mai mare situându-se în domeniul 0,5-0,8 mA. Totodată a fost studiată influența timpului de acumulare asupra răspunsului furnizat de senzor ca și posibilitatea re-utilizării acestora. Astfel s-a constatat că senzorii obținuți prin modificarea (cu materiale grafenice) de electrozi imprimați pot fi re-utilizați de maxim 5 ori.

A fost întocmit un raport de demonstrare a funcționalității prototipului de senzor de carbendazim, pe probe reale (sucuri de legume și fructe) ce cuprinde testările senzorului realizate pe diferite produse horticoale (mere, roșii, castraveți, cartofi, portocale); testările au fost realizate pe potențiostatul experimental dezvoltat în cadrul proiectului. Senzorul testat a detectat prezența carbendazimului în soluțiile test până la concentrații de 0,2 ppm. Pentru probe care conțin mult amidon (cartof) și care precipită pe electrod detecția se realizează până la limita a 1 ppm. Pentru astfel de probe, va fi necesară o pregătire mai amplă a probei în vederea testării (centrifugare/purificare)

Rezultatele obținute în cadrul proiectului PN19310104:

- Documentație de execuție sistem electromecanic de schimbarea automată a probelor;
- Documentație tehnică: Software specializat și interfață digitală aferentă potențiostatului multicanal experimental;
- Sistem electromecanic de preluarea automată a probelor de analizat
- Prototip senzor carbendazim
- Model demonstrator- Sistem automat pentru manipularea de electrozi
- Cerere brevet: A/00293/27.05.2020 -Sistem electromecanic pentru preluarea și manevrarea automată a unor electrozi, Autori: Ovezea D, Hristea G., Tanase N, Gutu M, Romulus M .

PN19310201- Creșterea eficienței echipamentelor de producere a energiei din surse regenerabile prin utilizarea a noi metode de caracterizare a curgerii fluidelor de lucru.

Studiul regimurilor cavitaționale în curgeri divergente cu dezvoltare de vortex cu aplicații în mașini hidraulice, pentru reducerea cavitației în funcționare

Măsurătorile de presiuni în curgeri nestaționare propuse în cadrul proiectului au fost realizate în faza precedentă utilizând infrastructura din dotare respectiv Stand pentru studiul curgerilor bifazice, rotaționale, cu gradient advers de presiune (fig. 1) și sistemul de măsurare a curgerilor în fluide PIV.

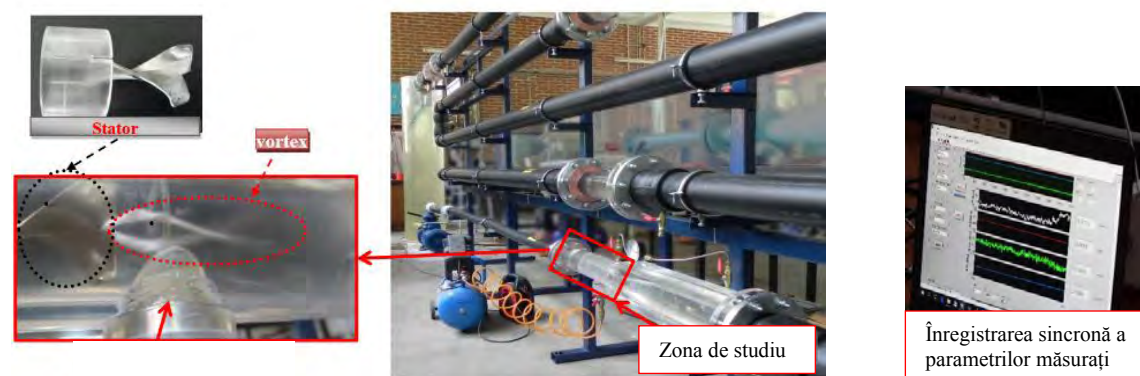


Fig. 1. Stand pentru studiul curgerilor bifazice, rotaționale, cu gradient advers de presiune

În figura 2 se prezintă schema de amplasare a sistemului PIV pe instalația experimentală pentru determinarea câmpurilor de viteze și a volumului de vapori dezvoltăți în zona de studiu.

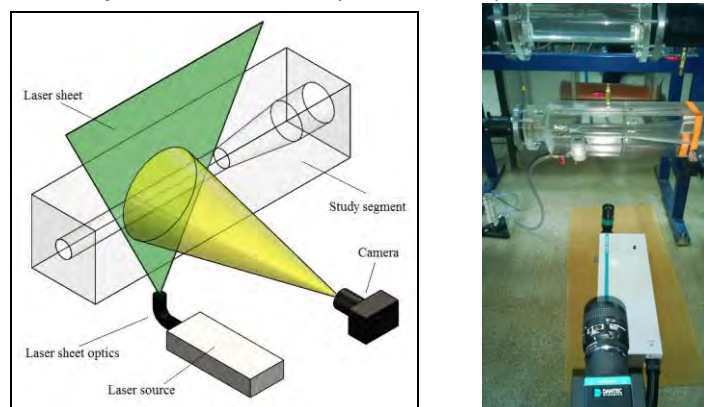


Fig. 2. Schema de amplasare a sistemului PIV

Mira de calibrare (fig. 3) a fost personalizată pentru a se încadra pe zona de măsurare, fiind o miră de tipul puncte albe. Imaginile mirei au fost procesate pentru a obține matricea liniară de transformare directă care este utilizată pentru a compensa variațiile factorului de scară și distorsiunile optice între planul de măsurare și senzorul camerei. Mira a fost utilizată și pentru alinierea planului laser cu planul de măsurare.

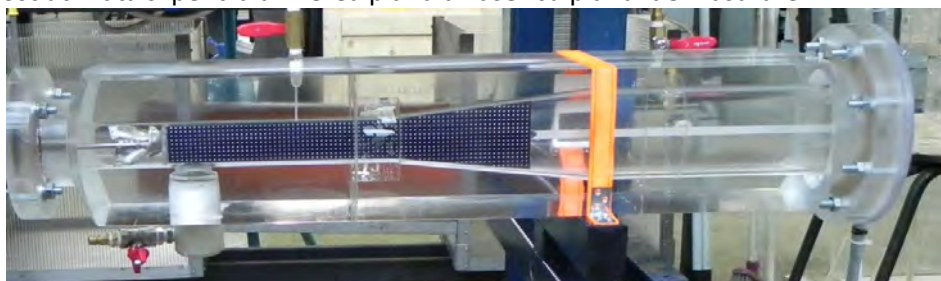


Fig. 3. Mira de calibrare utilizată

Particulele trasoare (particule S-HGS cu densitate de $1,4 \text{ g / cm}^3$) sunt alese pentru a respecta curgerea, dar și pentru a asigura un bun raport semnal-zgomot al imaginii, un vârf clar în harta de corelație și o distribuție uniformă a trasorilor (Fig. 4).

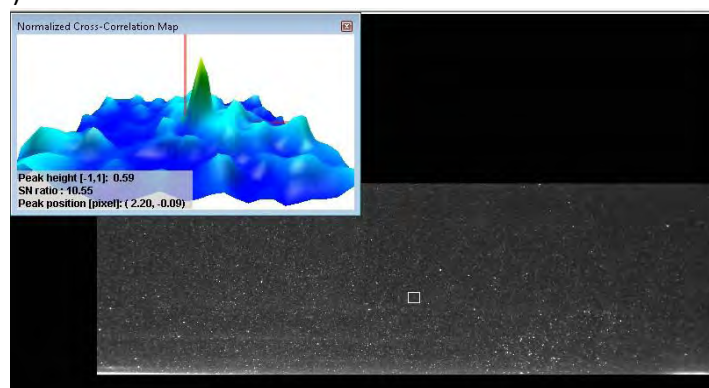


Fig. 4. Exemplu de imagine și harta de corelație

Alte componente ale sistemului PIV: generator de impulsuri BNC 575-8, camera link NI PCIe-1433 - asigură transferul rapid de imagini de la cameră la PC și Dynamic Studio 2015a software pentru configurarea, calibrarea, achiziția și procesarea datelor de imagine.

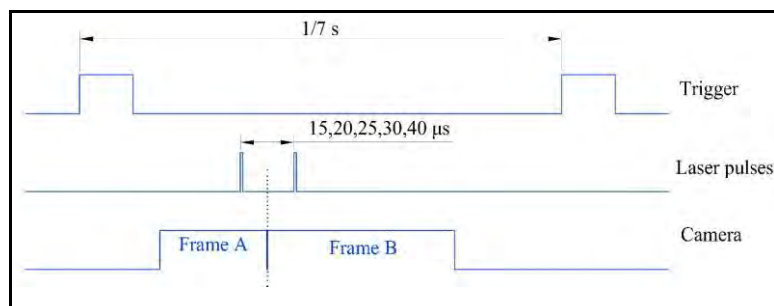


Fig. 5. Diagrama de sincronizare între camera și sursa laser

Rata de declanșare pentru achiziție este de 7 Hz, 500 de imagini cu dublu cadru pe serie, iar timpul dintre impulsurile laser este în intervalul 15 μ s până la 40 μ s, reglat în funcție de viteza medie preconizată în zona de studiu (Fig. 5).

Prelucrarea imaginilor

Imaginile obținute sunt depanate folosind matricea liniară de transformare directă obținută în stadiul de calibrare înainte de aplicarea modului de analiză „Adaptive PIV” pentru a obține câmpuri de viteză instantanee în planul de măsurare. Rezultatele vitezei sunt exportate către Matlab pentru validare, analiză statistică și reprezentare ulterioară.

Pe lângă validarea locală a vectorilor de viteză efectuată de modulul PIV adaptiv al DynamicStudio, folosind Matlab, a fost aplicată o filtrare Gaussiană pe seria de date (500 de câmpuri de viteze) pentru a elimina valorile care nu se încadrează în limitele:

$$\bar{u} - 3\sigma \leq \bar{u}_{val} \leq \bar{u} + 3\sigma \quad (1)$$

unde: viteză validată $\bar{u}_{val}$. Abaterea standard (σ) a fost calculată după cum urmează, pentru componentele orizontale și verticale u și v :

$$\sigma_u = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (u_i - \bar{u})^2}, \quad \sigma_v = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (v_i - \bar{v})^2} \quad (2)$$

unde: n este numărul de eșantioane (500 în acest caz), u_i , v_i - componente de viteză instantanee, $\bar{u}$, $\bar{v}$ - componente de viteză medie.

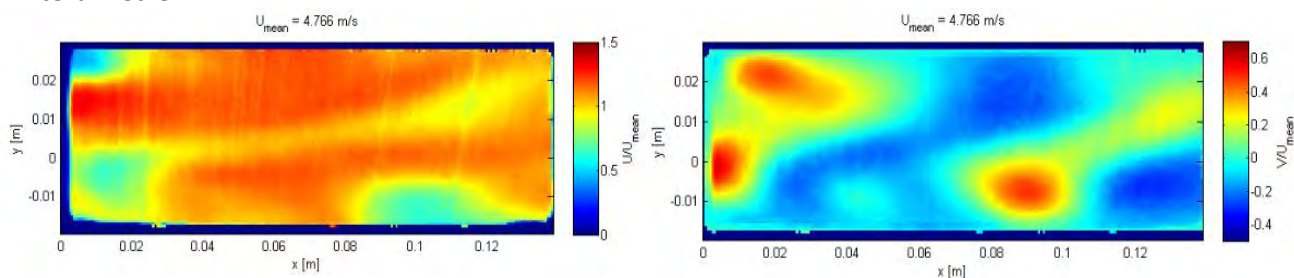


Fig. 6. Câmpurile de viteză a apei pseudocolorate: viteza medie axială, viteza medie radială.

Un exemplu de câmp de viteză axială și radială a apei este prezentat în Fig. 6, unde $U_{mean} = 4,77$ m/s este viteza medie măsurată cu un debitmetru cu ultrasunete. Câmpul de viteză obținut prin măsurarea PIV este dat de media vitezei validate.

O validare globală (Fig. 7) se face prin verificarea debitului în secțiune prin integrarea componentei orizontale a vitezelor.

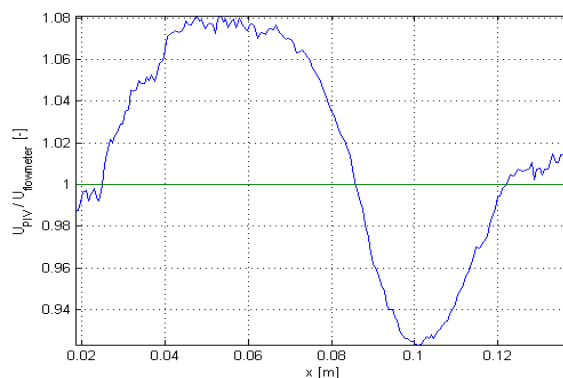
$$Q = \int_y u_x dA, \quad (3)$$

unde

u_x - componenta orizontală a vitezei,

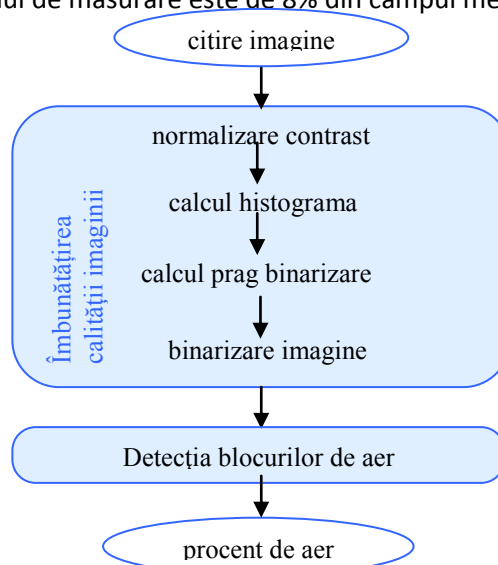
dA - element de zonă în care se măsoară u_x .

Fig. 7. Debitul estimat prin componenta orizontală raportat la viteza măsurată cu debitmetrul cu ultrasunete



Profilul de viteză integrat a fost comparat cu valoarea obținută în urma măsurătorii cu un debitmetru cu ultrasunete. Precizia globală a vitezei PIV este mai bună decât 2%. Câmpul de viteză al vortexului nu este simetric axial, iar non-uniformitatea vitezei datorată vortexului în planul de măsurare este de 8% din câmpul mediu. Tehnici specifice de prelucrare a imaginilor sunt utilizate pentru a identifica procentul de vapori în fiecare caz. Pentru baza de date PIV obținută, etapele principale ale abordării de detectare a coloanei de aer sunt următoarele: îmbunătățirea calității imaginilor prin diminuarea efectului particulelor PIV, separarea zonelor de interes ale imaginii prin stabilirea unui prag de binarizare și estimarea procentului de aer (Fig. 8).

Fig 8. Schema de prelucrare a imaginii pentru obținerea estimării de procent vapori, implementată în Matlab



În contextul detecției coloanei de aer, imaginile în scară de gri obținute cu ajutorul sistemului PIV sunt considerate a fi poluate de prezența particulelor (Fig. 9a). Așadar, primul pas este reducerea pe cât posibil a efectului particulelor asupra detecției coloanei de aer, prin înlocuirea pixelilor strălucitori cu un nivel de gri de intensitate foarte mică, luând în considerare nivelul de gri al pixelilor din jur. După ajustarea contrastului imaginii, histograma imaginii în formă gaussiană (Fig. 9b) indică prezența unui obiect bine separat de fundalul imaginii.

Obiectul indicat de histograma imaginii în scară de gri corespunde coloanei de vapori a cărei detecție ne interesează. Pentru fiecare imagine îmbunătățită, se aplică un prag pentru a selecta zonele de interes (Fig. 10). Pragul de binarizare este, de fapt, un interval dat de media histogramei în intervalul $\pm 5\%$. În cazul imaginilor PIV, se utilizează un prag global. O injecție suplimentară de aer ar influența imaginile de iluminare neuniformă și un prag adaptiv ar fi mai adecvat pe aceeași imagine.

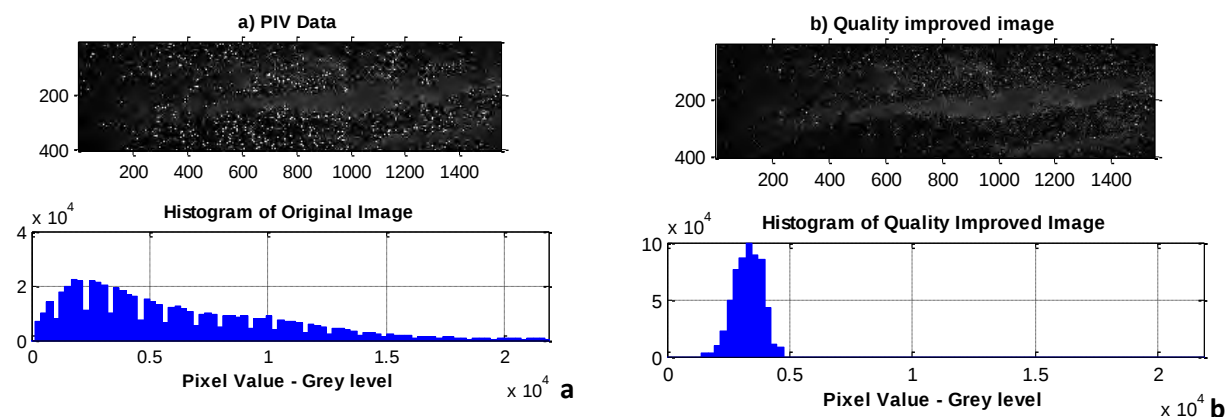


Fig. 9. Imaginea originală a datelor PIV (a) și imaginea îmbunătățită (b), cu histogramele corespunzătoare ale intensității pixelilor

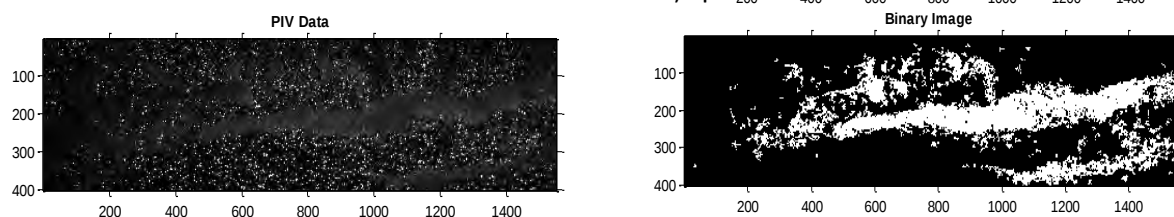


Fig.10. Imaginea binară obținută cu prag global pentru măsurători PIV

Pixelii albi din imaginea binară prezentată în Fig. 10 reprezintă coloana de aer. Calculând procentul de pixeli albi în raport cu dimensiunea domeniului de curgere (măsurat în pixeli), se obține fracția de aer de curgere.

Poziția medie a zonei de vapori cavitaționali poate fi reprezentată pentru fiecare configurație a curgerii. În cele din urmă, conturul mediu al coloanei de vapori poate fi suprapus pe câmpul de viteză medie corespunzător unei configurații a curgerii (Fig.11).

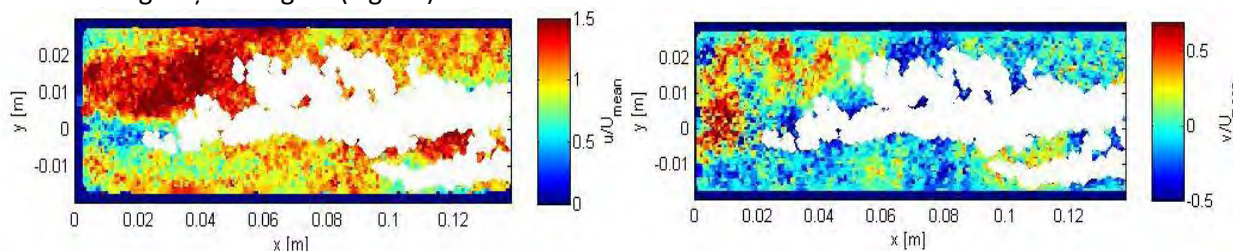


Fig. 11. Câmpul de viteze radial și axial și zona de vapori cavitaționali

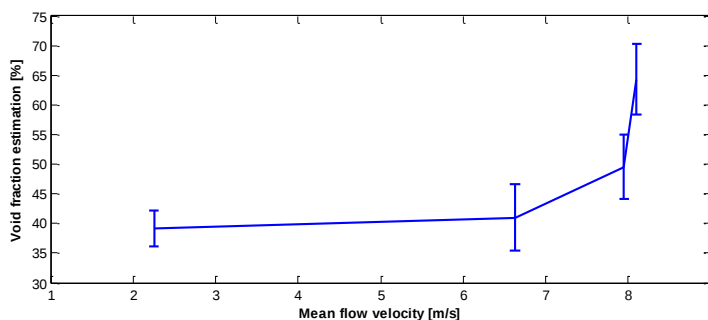


Fig. 12. Evoluția fracției de goluri cu creșterea vitezei de curgere

Baza de date obținută cu imaginile din măsurătorile PIV pentru diferite regimuri de funcționare respectiv diferite stadii de dezvoltare cavitațională poate fi astfel utilizată, pe lângă determinarea câmpurilor de viteză a apei și a liniilor de curent și pentru determinarea evoluției fracției de vapori corespunzători fiecărui stadiu de cavitație (Fig. 12) și evitarea regimului de funcționare cu cavitație dezvoltată.

Optimizarea proceselor de amestecare prin modificarea configurației rezervoarelor. Configurare instalație experimentală și sistem de măsură

Instalația experimentală (figura 1) constă dintr-un rezervor cilindric (1) cu diametrul de $\varnothing 300$ mm, umplut cu apă până la o cotă de 330 mm. În acest rezervor au fost montate două tipuri de rotoare (2), acționate de un motor electric cu turație variabilă, prevăzut cu un indicator digital de viteză și cuplu. Pentru caracterizarea curgerii a fost utilizat un echipament PIV (3), (figura 3). Pentru a sincroniza imaginile capturate de echipamentul PIV (cameră CCD și sursa laser) pentru o anumită poziție a palei elicei se utilizează un senzor optic (4). Pentru reconstituirea evoluției mișcării lichidului în zona elicei imaginile au fost captate la 4 unghiuri diferite în intervalul 0° - 90° (fig. 4).

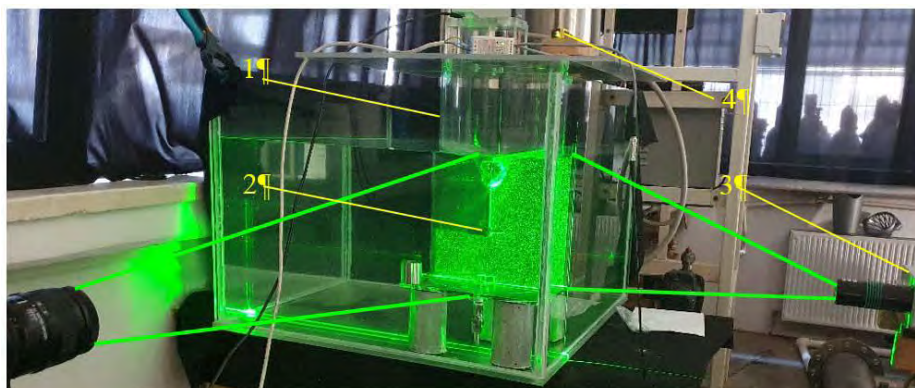


Figura 1. Montaj experimental – configurația 1

Elicele testate au fost: elice cu 4 pale înclinate la un unghi de 45° (elice 1) și elice cu 2 pale drepte (elice 2). Ambele elice au diametrul butucului de 20 mm și dimensiunea palei de 40 mm lungime și 20 mm lățime (figura 2.a, figura 2.b).



(a) elice cu pale înclinate



(b) elice cu pale drepte

Figura 2. Elice testate

Echipamentul PIV este prezentat schematic în figura 3. Se utilizează o sursă de lumină laser - DualPower TR15-1000, cu un puls Nd: YAG de 1200 mJ cu lungimea de undă de 527 nm și durata pulsului de 4 ns. Imaginile sunt capturate cu o cameră CCD monocromă, FlowSenseEO_4M-32, cu rezoluție de 2072×2072 pixeli. Planul laser este plasat perpendicular pe planul camerei CCD (figura 3). Un generator de impuls tip BNC 575 sincronizează laserul și camera cu senzorul optic. Camera este utilizată în modul de expunere „double frame” cu timp de expunere pentru cadrul 1 la 15 μ s. Intervalul de timp dintre cele două cadre a fost setat între 2000 μ s și 4000 μ s, corespunzător cu regimul de funcționare, captând 200 de imagini la fiecare set de parametri definiți.

Ca trăsori au fost utilizate particule S-HGS (sfere de sticlă goale la interior, acoperite cu un strat de argint, având diametru de 10 μ m și densitatea apropiată de cea a apei, de 1.4 g/cm^3).

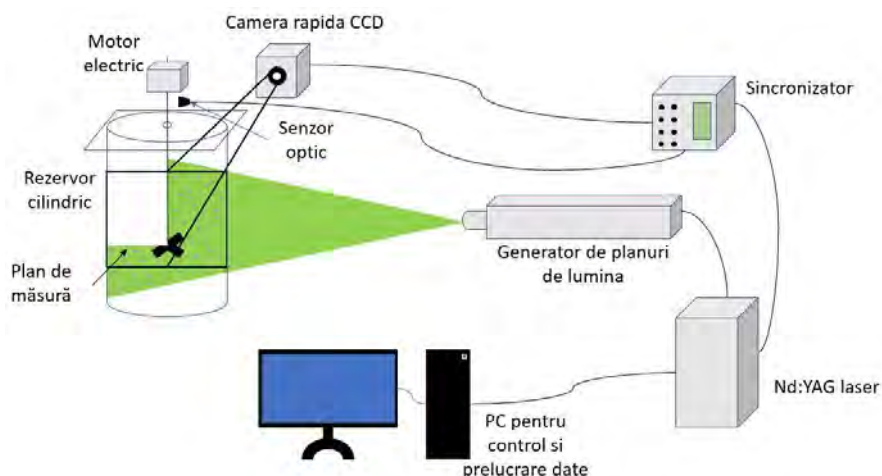


Figura 3. Schema instalației experimentale

Modul de lucru

În prima configurație a instalației amestecătoarele au fost poziționate la o distanță $H_1=120$ mm față de fundul bazinului. În cea de-a doua configurație poziționarea elicei s-a făcut la $H_2=215$ mm față de fundul bazinului.

Pentru fiecare configurație studiată au fost efectuate 5 seturi de măsurători pentru cinci turații: 60, 120, 180, 240 și 300 rpm. Măsurătorile au fost triggerate astfel încât paleta elicei să fie surprinsă în aceeași poziție. Prin modificarea adecvată a întârzierii triggerului, paleta elicei a fost surprinsă la următoarele poziții unghiulare: 0° , 10° , 20° respectiv 90° (figura 4 a și figura 4 b).



Figura 4. Imagine cu poziția palei la 0° (a) respectiv la 90° (b)

Pentru configurare, achiziția de date și post-procesare s-a utilizat software-ul Dynamic Studio de la Dantec Dynamics. Imaginile brute capturate au fost pre-procesate pentru eliminarea zonelor din afara domeniului de interes, respectiv zona umbrită, suprafața liberă, baza și marginile rezervorului cilindric (figura 5). Utilizând mai multe module de analiză perechile de imagini au fost convertite în câmpuri de viteze instantanee. Pentru fiecare punct din domeniul analizat, din setul de 200 de perechi de imagini, s-au calculat vectorii de viteză medie cu modulul *Vector Statistics*. Pentru a elimina erorile rezultate din reflexii, s-a aplicat modulul *Range Validation* [4] rezultând în final 55 de seturi de măsurători.



Figura 5. Mascarea imaginii. De la stânga la dreapta: imagine originală, mască, imagine mascată

Rezultate și discuții

În tabelul 1 sunt prezentate configurațiile și regimurile de funcționare pentru care au fost efectuate măsurătorile experimentale.

Tabel 1

	Cotă de montaj	Turația n (rpm)	Poziția unghiulară a palei ($^\circ$)			
			0	10	20	90
Elice 1	H_1	60	x	x	x	x
		120	x	x	x	

		180	x	x	x	
		240	x	x	x	x
		300	x	x	x	
	H_2	60	x	x	x	x
		120	x	x	x	
		180	x	x	x	
		240	x	x	x	x
		300	x	x	x	
	Elice 2	60	x	x	x	x
		120	x	x	x	x
		180	x	x	x	x
		240	x	x	x	x
		300	x	x	x	

Datele obținute în urma măsurătorilor au fost incluse într-o bază de date. Aceasta cuprinde imaginile preluate cu echipamentul PIV pentru fiecare set de parametri definiți (55x200), datele de calibrare, valorile vitezelor instantanee obținute din conversia imaginilor, etapele de prelucrare, precum și rezultatele constând în câmpuri de viteze medii, linii de curent, histogramme, imagini pseudocolorate. Această bază de date poate fi exportată pentru prelucrare în programe precum Matlab, TecPlot.

În figurile următoare sunt prezentate distribuțiile de viteze medii pentru configurațiile studiate. În figura 6 este prezentată configurația elice cu 2 pale drepte, montată la o distanță de $H_1 = 120$ mm de fundul rezervorului, turație 240 rpm și poziția unghiulară a paletei 20° . Se observă că lichidul este amestecat în tot volumul rezervorului. În spatele palei este prezent un vârtej generat de rotația elicei. Se constată o intensificare a vitezei în lungul axului elicei iar zonele cu viteze redusă sunt observate în partea dreaptă jos a rezervorului.

În figura 7 este prezentat câmpul de viteze induse în configurația: elice cu 4 pale înclinate, montată la o distanță de $H_1 = 120$ mm de fundul rezervorului, turație 240 rpm și poziția unghiulară a palei 20° . Se observă prezența unor zone cu viteză redusă precum și un vortex axial sub elice.

În figura 8 elicea funcționează la o turație de 240 rpm și $H_2=215$ mm și poziția unghiulară a palei 20° . Se observă o singură zonă de stagnare în partea dreaptă a imaginii precum și o zonă de accelerare a curgerii în zona centrală a rezervorului.

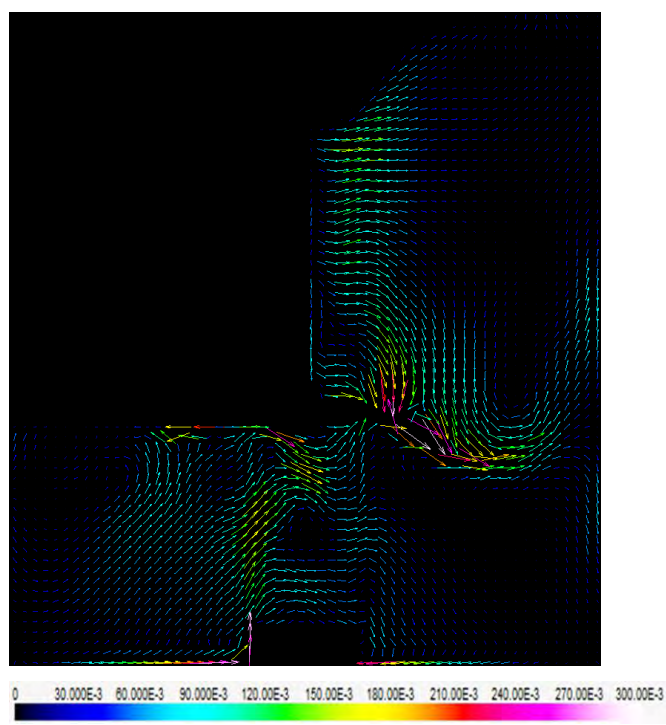
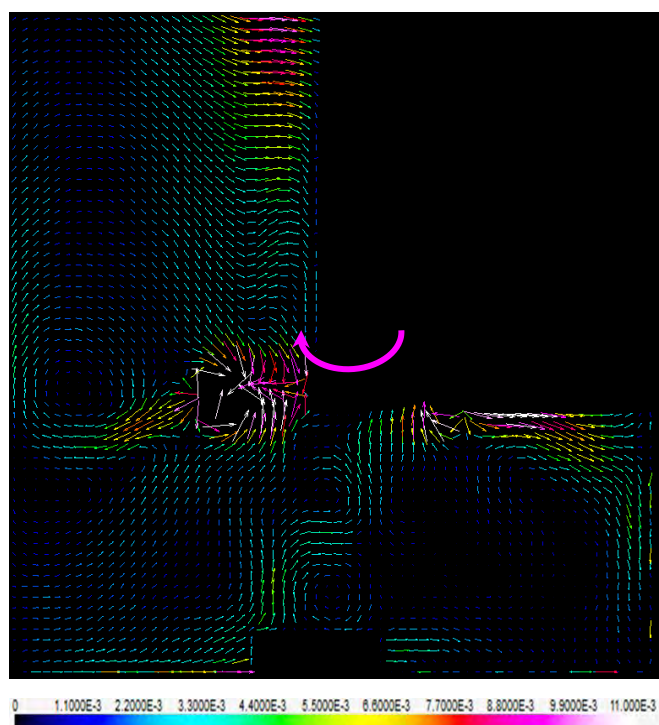


Figura 6. Câmpuri de viteze induse de elicea 2 la o turație de 240 rpm și $H_1=120$ mm

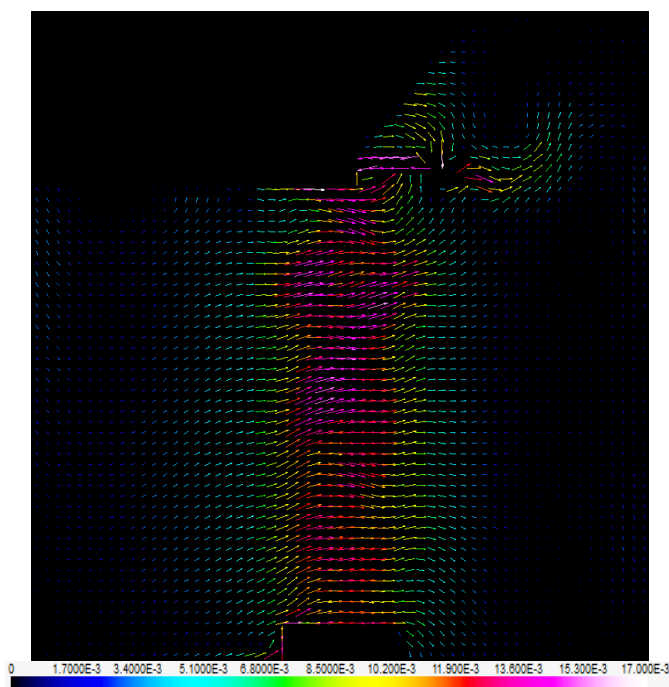


Figura 7. Câmpul de viteze induse de elicea 1 la o turație de 240 rpm și $H_1=120$ mm

Figura 8. Câmpul de viteze induse de elicea 1 la o turație de 240 rpm și $H_2=215$ mm

Analizând câmpurile de viteză obținute prin procesarea imaginilor, se observă că elicea 2 antrenează întreaga masă de lichid indiferent de turație. Câmpurile de viteză medie variază între 1,5 mm / s pentru o turație de 60 rpm și poziția unghiulară a palei 0° și 7,1 mm/s la o turație de 300 rpm și poziția unghiulară 20° . Cea mai mică variație a vitezei medii este înregistrată pentru turația de 60 rpm (0,1 mm/s), ceea ce înseamnă că pentru această configurație avem cea mai bună omogenizare hidraulică (viteză constantă în tot volumul de lichid). În ceea ce privește elicea cu pale înclinate, aceasta are un coeficient de rezistență mai mic, având o capacitate de antrenare a lichidului mai redusă. Acest fapt este evidențiat în figurile 7 și 8 prin existența unor zone de stagnare în volumul lichidului. În aceste zone, viteza de amestecare tinde spre zero, ceea ce arată că acest tip de elice este mai puțin eficient pentru aceste configurații.

Rezultate obținute în cadrul proiectului PN19310201:

- Studiul regimurilor cavitaționale în curgeri divergente cu dezvoltare de vortex cu aplicații în mașini hidraulice, pentru reducerea cavitației în funcționare;
- Bază de date cu măsurătorile PIV pentru diferite stadii de dezvoltare cavitațională în curgerile cu vârtej;
- Studiu privind optimizarea proceselor de amestecare
- Bază de date cu măsurătorile PIV pentru diferite configurații și regimuri de funcționare
- Articol trimis către o conferință internațională: Paul Alexandru Dancă, Corina Alice Băbuțanu, Florentina Bunea and Adrian Nedelcu , *Mixing Flow Characteristics in cylindrical tank*, The 7th Conference of the Sustainable Solutions for Energy and Environment EENVIRO 2020, 21 - 23 October, Bucharest, Submission ID: 105;
- Articol trimis către o conferință internațională: Bunea Florentina, Gabriel Dan Ciocan, Bucur Diana Maria, Dunca Georgiana, Nedelcu Adrian, *Influence of a water aeration system during the operation of hydraulic turbines*, Water Resources Management, Springer, Submission ID: WARM-D-20-00539

PN19310202 - Sisteme de transport cu eficiența crescută care folosesc echipamente de acționare alimentate cu surse regenerabile de energie .

Proiect model funcțional de motor electric polifazat și Proiect model funcțional inverter polifazat dedicat; Proiect model funcțional încărcător rapid pentru vehicule electrice folosind energia produsă de SRE.”,

Proiect model funcțional de motor electric polifazat

Avantajele motoarelor polifazate avute în vedere la dezvoltarea proiectului sunt acelea că motorul dezvoltat poate fi folosit la aplicații diverse, înlocuind un motor asincron trifazat similar din punct de vedere al modului de fixare, al capătului de ax, al puterii nominale și al cuplului maxim. Este recomandat pentru aplicațiile care necesită grad mare de rezistență la defect, cum ar fi acționările pentru vehicule, pentru bărci, pentru ascensoare, pentru sisteme de închidere – vane, ecluze, uși.

Motorul asincron polifazat este destinat acționării unui vehicul electric ușor (minibuz 1,1t net, 1,8t brut), pentru a demonstra avantajele acestui tip de motor- cuplu mai neted, performanțe mecanice mai bune, toleranță la defectarea parțială.

Calculând cerințele de cuplu de tracțiune, rezultă timbrarea motorului asincron pentru puterea nominală de 5,5kW, pentru ca minibuzul să poată urca panta de 15% și pentru a atinge la plecarea de pe loc o accelerație maximă apropiată de 1,4 m/s².

Deoarece turația nominală unui motor asincron de tracțiune cu 2 perechi de poli, alimentat cu o tensiune alternativă cu frecvența nominală de 50 Hz se află în domeniul 1420-1450 rotații pe-minut, în condițiile păstrării reductorului actual cu raport de transmisie de 14,76, se va atinge o viteză maximă de 15-18 km/h.

În cadrul acestei faze s-a căutat un motor asincron trifazat cu dimensiuni apropiate de cele ale reductorului de pe vehicul. Am identificat pentru a-i refolosi reperele generale – ax, scuturi, rulmenți, carcasa stator. Identificăm Motor gabarit 112 de 5,5 kW [1] și pentru a se realiza proiectarea circuitului magnetic statoric și rotor, înfășurarea statorică și colivia rotorică.

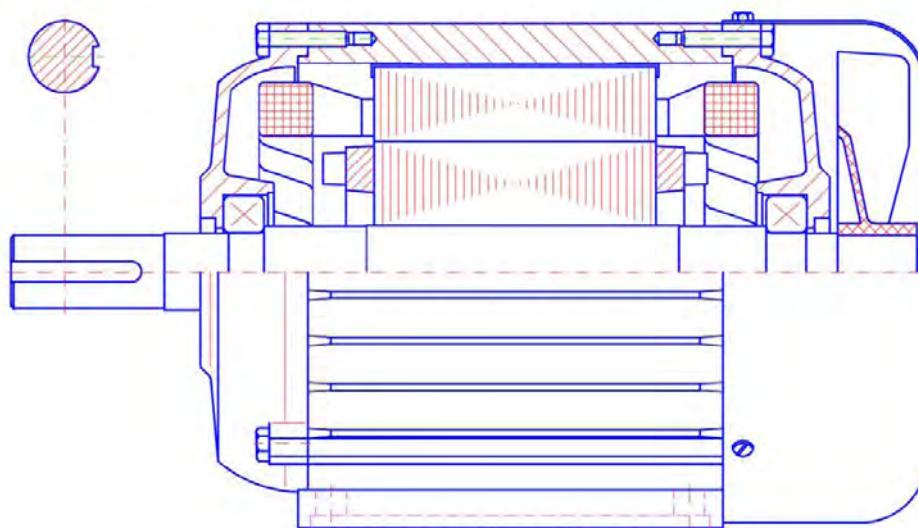


Fig 1 Desen de asamblu motor asincron polifazat gabarit 112

Calculul principalilor parametri electrici ai motorului asincron:

S-a avut în vedere următoarele considerente:

- Bateria de acumulatori de tip Li-Ion disponibilă este formată din pachete de elemente de câte 4,2 Vcc fiecare [2], conectate câte 24 în serie, având tensiunea pachetului de 100 Vcc fiecare;
- Tensiunea de fază aplicată motorului raportată la tensiunea de alimentare a inverterului (U_{dc}) respectă relația

$$U_f = \sqrt{2} * U_{dc} * 2/5 \quad [1]$$

DATE DE INTRARE NOMINALE:

Puterea nominală P_n :	5.5 kW
Turația sincronă n_1 :	1500 rpm
Frecvența nominală f_1 :	50 Hz
Tensiunea nominală U_{1f} :	85 Vca

Calculul circuitelor magnetice și electrice ale motorului asincron cu 5 faze:

Gabaritul motorului rezulta din dimensiunile sale principale, diametrul interior D_{1i} și exterior D_{1e} ale statorului precum și lungimea pachetului de tole L_1 . Acestea se calculează pornind de la formula puterii aparente interioare [3]:

$$S_i = \frac{(0.98 - 0.005 \cdot p) \cdot P_n}{\eta_m \cdot \cos \varphi_n} = \frac{(0.98 - 0.005 \cdot 2) \cdot 5500}{0.84 \cdot 0.89} = 7136 \text{ VA} \quad [2]$$

Se folosește apoi formula clasică, des întâlnită în proiectarea mașinilor electrice:

$$D_i^2 \cdot L_1 = \frac{60 \cdot S_i}{n_1 \cdot C} \quad [3]$$

Astfel s-au determinat dimensiunile geometrice ale statorului:

$$D_i = \sqrt[3]{\frac{2 \cdot p \cdot 60 \cdot S_i}{\pi \cdot \lambda \cdot n_1 \cdot C}} = 120 \text{ mm} \quad L_1 = \lambda \cdot \frac{\pi \cdot D_i}{2 \cdot p} = 145.3 \text{ mm} \quad [4]$$

S-a ales valoarea standardizată disponibilă a diametrului exterior tole stator $D_{1e} = 180 \text{ mm}$.

În continuare, știind numărul de perechi de poli p , numărul de faze m și alegând un număr de creștături pe pol și faza q_1 , determinăm numărul de creștături Z_1 . Valoarea lui q_1 trebuie să fie pe cât posibil o valoare întreagă în funcție și de gabaritul motorului, astfel pentru $q_1 = 2$ rezultă:

$$Z_1 = 2 \cdot m \cdot p \cdot q_1 = 2 \cdot 5 \cdot 2 \cdot 2 = 40 \text{ creștături} \quad [5]$$

Cunoscând fluxul polar și factorul de înfășurare, putem determina numărul de spire pe fiecare faza a motorului:

$$w_1 = \frac{(0.98 - 0.005 \cdot p) \cdot U_{1f}}{4 \cdot k_f \cdot k_w \cdot \Phi \cdot f_1} = 56 \text{ spire/faza} \quad [6]$$

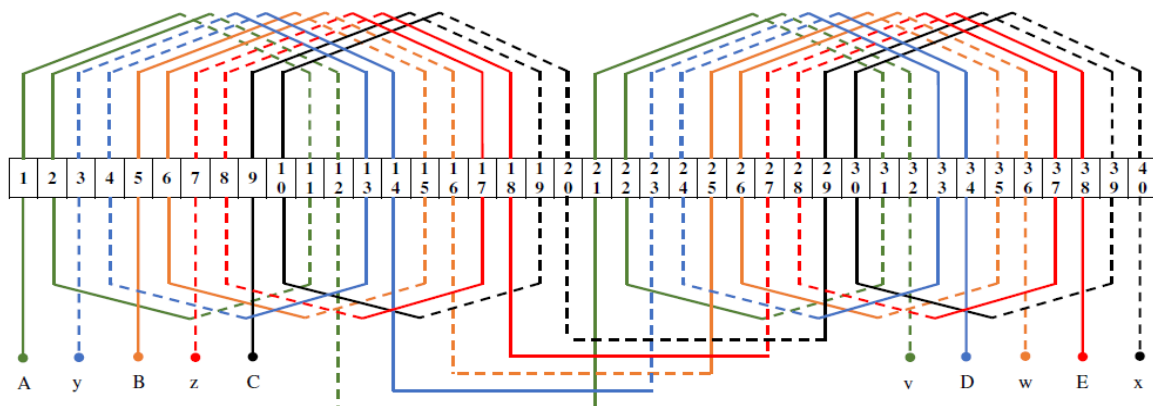


Fig 2 Schema electrică de bobinaj statoric a motorului asincron

Proiectul conține schema de bobinaj statoric, inclusiv numărul de conductoare, secțiuni.

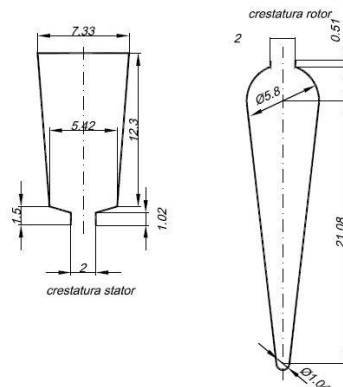


Fig 3 Caracteristicile creștăturilor statorice (stânga) și rotorice (dreapta)

Proiectul conține partea desemnată care prezintă desenul de ansamblu, stator asamblat, rotor cu colivie, stator împachetat, rotor împachetat, desen tolă stator, desen tolă rotor, desen ax, schema de conectare.

Precizăm că proiectul motorului penta-fazat este prezentat în detaliu în raportul extins.

Proiect model funcțional inverter polifazat dedicat

Avantajele invertoarelor polifazate:

- componente cu parametri nominali reduși pentru aceeași putere ;
- pierderi în comutație mai mici;
- adaptabil la răcirea cu lichid;
- gabarit mai mic, design mai compact și mai ușor;
- cost total mai mic
- posibilitatea de a alimenta și sarcini trifazate;
- posibilitatea de a funcționa în regim de avarie parțială, cu 4 faze sau cu 3 faze.

Invertorul polifazat (cu cinci faze) este compus din filtru de intrare, o punte penta-fazată (cu cinci brațe) și un bloc electronic de comandă cu microcontroller.

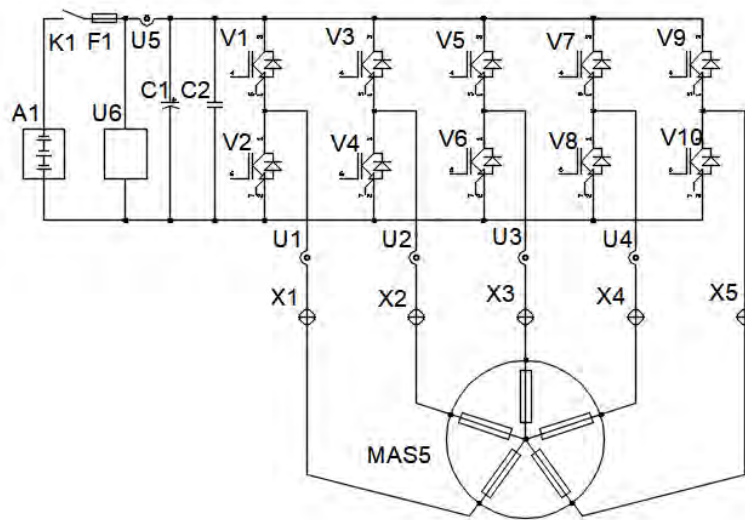


Fig 4 Schema electrică generală a sistemului de tracțiune electrică penta-fazat

Pentru alegerea tranzistoarelor IGBT se vor folosi relațiile [7] și [8], cu mențiunea că se considera coeficienții de siguranță $k_I = 1,5$ și $k_U = 2,4$, conform recomandărilor producătorilor de semiconductoare [5].

$$I_C \geq k_I * I_f = 1,5 * 50 = 75 \text{ A} \quad [7]$$

$$V_{CE} \geq k_U * U_{DCMAX} = 2,4 * 500 = 1200 \text{ V} \quad [8]$$

unde I_C reprezintă valoarea maximă admisibilă a curentului prin circuitul colectorului tranzistorului IGBT, iar V_{CE} reprezintă tensiunea maximă admisibilă între emitorul și colectorul tranzistorului IGBT la care nu apare străpungerea semiconductorului. Astfel se pot utiliza tranzistoare IGBT de tipul **SKM75GB124D** [8] (Sau alte tipuri de tranzistoare având caracteristici tehnice similare).

Se alege ca driver pentru comanda tranzistoarelor IGBT circuitul "Skyper 32 R" [6]. Din datele de catalog [7] reiese ca driverul este capabil sa comande cu o marja importanta de siguranța tranzistorul IGBT ales, la curenții calculați și la frecvența de comutare de 4kHz.

Calculul pierderilor în comutație a IGBT-ului includ pierderile la deblocarea și blocarea dispozitivului. Pentru un semnal periodic cu frecvența f formula de calcul [9] este:

$$P_{switch} = (E_{on} + E_{off}) * f_{SW} \quad [9]$$

Pierderile în comutație depind de curentul de colector, deoarece E_{on} și E_{off} depind de I_C după caracteristica din datele de catalog ale dispozitivului, pentru tranzistorul SKM75GB124 în următoarele condiții: $V_{CE}=300\text{V}$, $V_{ge}=+/-15\text{V}/-8\text{V}$, $R_G=15\Omega$, $T_j=125^\circ\text{C}$, dacă vom considera frecvența de lucru $f=4\text{ kHz}$, la un curent de colector $I_C=80\text{ A}$ rezulta:

$$P_{switch} = 4 * 10^3 * (2,5 + 3,5) * 10^{-3} = 24 \text{ W} \quad [10]$$

Având un număr de 10 tranzistoare în puntea inverterului, putere totală disipată în timpul comutațiilor dispozitivelor, va fi de 240 W. Astfel, este necesar ca radiatorul utilizat la răcirea dispozitivelor să poată disipa 300 W.

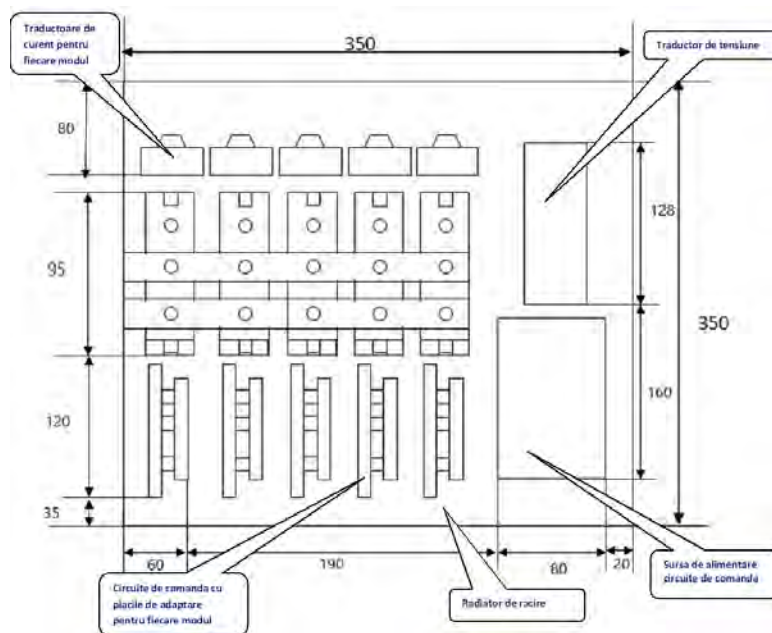


Fig 5 Invertorul penta-fazat, detaliu de amplasare componente

Descrierea electronicii de comanda a invertorului

Partea electronica de comanda si control al invertorului este construită în jurul plăcii de comanda cu microcontroller (tip PCM-01), care este componenta cea mai complexă din partea electronica a invertorului si conține următoarele blocuri funcționale [4]:

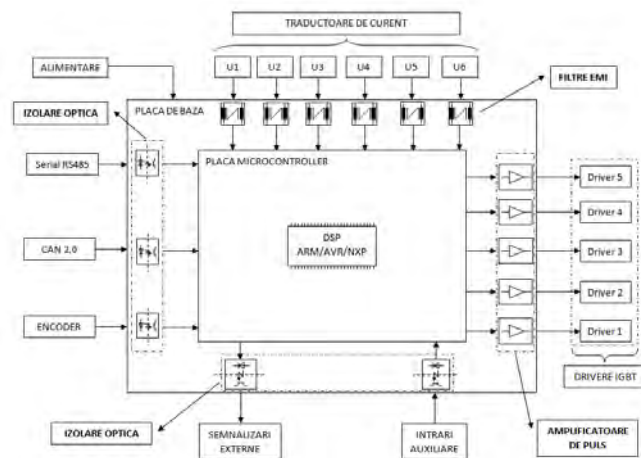


Fig 6 Schema bloc a circuitelor de comandă- placa de bază și microcontrolerul de comandă

- microcontroller 16 biti
- șase canale de achiziție analogice pentru :
 - traductoarele de curent montate pe brațele invertorului,
 - traductoarele de tensiune de la condensatorul de filtru;
- zece canale de puls PWM pentru comanda tranzistoarelor din puntea invertorului,
- doua ieșiri digitale pentru semnalizări externe;
- canale de comunicație seriale (RS485 și CAN);

Logica de comandă

Logica de comandă a invertorului se bazează pe definirea unor stări stabile ale sistemului, care caracterizează acțiunile și care tratează variantele de răspuns ale sistemului la comenzi.

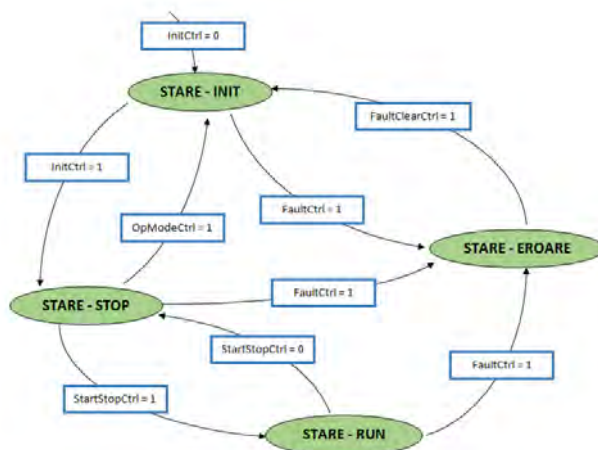


Fig 7 Diagrama de stare a invertorului polifazat

Detaliile proiectului de model funcțional sunt prezentate în raportul extins, inclusiv scheme, desene de execuție, liste de materiale și jurnale de cablaj.

Model experimental de încărcător de baterii-bloc de comandă.

Descrierea funcționării Modelului Experimental de încărcător de baterii-bloc de comandă

Obiective:

- Proiectare, dezvoltare și testare Model Experimental de Bloc de Comandă sub forma unui montaj experimental de putere redusă, dedicat încărcării unor baterii Li-Ion sau unor supercapacitori;
- Realizare Model Funcțional de Bloc de Comandă pentru un convertor cu capacitate de comunicare CAN spre BMS-ul bateriilor.
- Realizare Model Funcțional de Bloc de Comandă pentru un convertor cu capacitate de comunicare Radio în banda de 2,4GHz spre dispozitivele de control ale rețelei de alimentare.
- Capacitatea de a se integra într-un sistem master-slave a încărcătorului rapid, folosind comunicație serială.

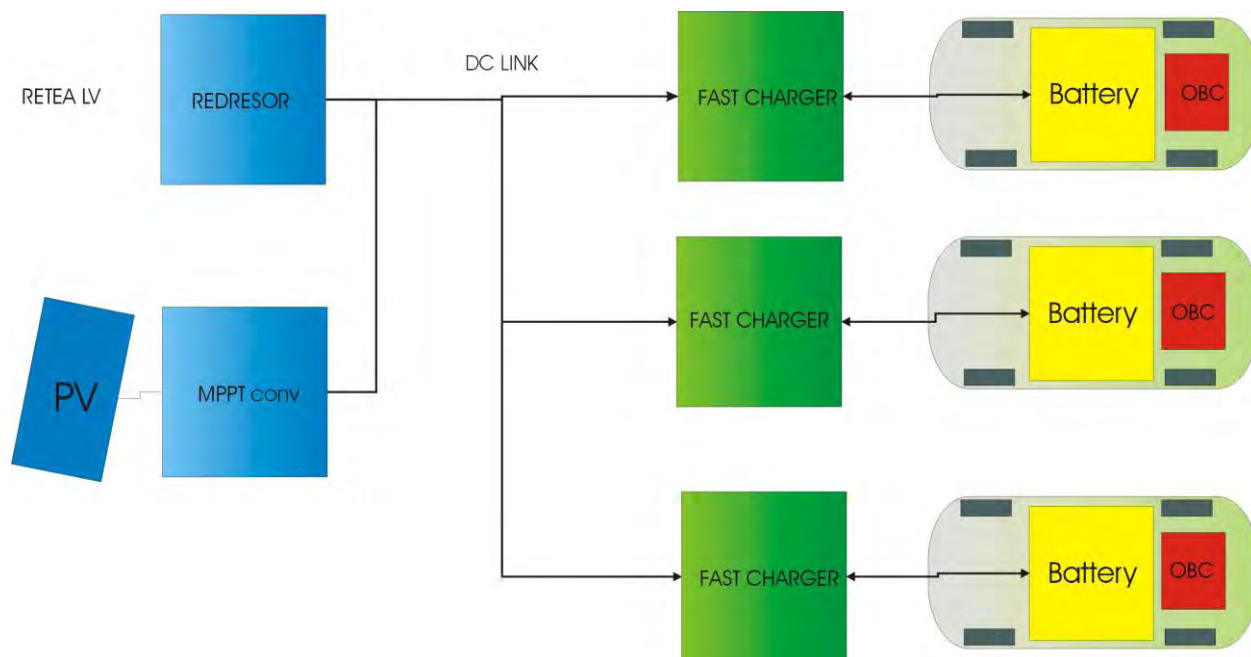


Fig 8 Diagrama generală a unei rețele locale de încărcare rapidă pentru automobile electrice

Principiul de funcționare al Modelului Experimental de Încărcător de Baterii - Bloc de Comandă

- a. Blocul de comandă constă în 2-5 unități de comandă cu microcontrolere, cu următoarele funcțiuni principale:
 - a. Modulul Principal - coordonează modulele de încărcătoare subordonate pentru a realiza balansarea energiei absorbite de la rețea;
 - b. Modul Subordonat de Încărcător de Baterii – realizează controlul încărcării bateriei în funcție de datele bateriei supuse încărcării și aplică limitările impuse de către Modulul Principal, căruia îi raportează starea.
- b. Soluția tehnică de Modul Principal constă în:
 - a. Un microcontroler tip Arduino AtMega 2560;
 - b. Interfață de comunicare radio/RS485;
- c. Soluția tehnică de Modul Subordonat constă în:
 - a. Un microcontroler pe 8 biti Arduino Uno3;
 - b. Alimentator 5Vcc, 0,2A;
 - c. Interfață de comunicare :
 - i. Comunicare radio sau;
 - ii. Comunicare CAN sau;
 - iii. Comunicare RS485;
 - d. Chopper cu IGBT și bobină de netezire;
 - e. Pachet 2 baterii Li-Ion de tip 18650
- d. Circuitul de alimentare în curent continuu nu este pilotat, pentru acest lucru vom folosi o sursă externă stabilizată reglabilă cu următoarele caracteristici:
 - a. $U = 5...30V_{cc}$;
 - b. $I = 0...10\text{ Acc}$.
 - c. Funcționare la tensiune constantă și la curent limitat.
 - d. Ieșire de alimentare secundară de 5Vcc pentru Modulul Principal.
- e. Softul rezident în Modulele Subordonate realizează următoarele funcțiuni:
 - a. Identifică bateria conectată la ieșire și stabilește limitele de tensiune și de curent implicite;
 - b. Comunică cu Modulul Principal și stabilește modul de funcționare;
 - c. Citește stările comenzilor locale (Start-Stop, avarii samd) și stabilește modul de funcționare:
 - i. Încărcare baterie – regim curent constant cu limitare de tensiune;
 - ii. Staționar alimentat - bateria încărcată;
 - iii. Descărcare baterie – injecție curent constant în rețeaua de alimentare;
 - iv. Oprit – prin selecție de stop locală sau Stop de la Modulul Principal;
 - v. Avarie.
 - vi. Semnalizare locală prin lampă LED.
- f. Softul rezident în Modulul Principal realizează următoarele funcțiuni:
 - a. Identifică Modulele Subordonate conectate și evită conflictele de comunicare;
 - b. Comunică cu Modulele Subordonate și le stabilește modul lor de funcționare (Enabled sau Disabled);
 - c. Citește stările Modulele Subordonate (Start-Stop, avarii samd)
 - d. Stabilește limitele lor de funcționare ca procent din puterea maximă calculată sau din curentul (maxim) calculat;
 - e. Semnalizare locală prin lampă LED.

Exemplu de parametrizare pentru softul controlerului principal

Soluție de reglare aplicată: Atunci când variază curentul baterie 1 și curentul baterie 2, în mod automat controlerul principal introduce limitare de putere totală P_{max} la 4W sau $I_{max} = 0,32A$.

Cazuri analizate (T0...T4):

T0 = normal, fără limitare

T1 = suprasarcina – in acest caz trebuie intervenit.

T2 = Intervenție suprasarcina – reducere curenți I_{bat} proporțional

T3 = Crește rețeaua - Variaza Tensiunea de alimentare de la 12 la 15V si iese din limitare de curent 0,27A

T4 = scade rețeaua = Variaza Tensiunea de alimentare de la 12 la 10V si introduce limitare de curent la 0,32A

Tabel 1 Analiza principalilor parametri de reglaj ai modelului experimental

Parametru	Limita	T0 normal	T1 suprasarcina	T2 limitare suprasarcina	T3	T4 supracurent
Tensiune bat 1	8,4V	8V	8,2V	<8,2V	8,2V	<8,2V
Curent bat 1	0,25A	0,2A	0.25	0.23	0.25	0.2
Tensiune bat 2	8,4V	7,8V	8.2V	<8.2V	8.2V	<8.2V
Curent bat 2	0,25A	0,1A	0,25A	0,23A	0,25A	0,2A
Tensiune alim	16V	12V	12V	12V	15V	10V
Curent alim	0,32A	0.2A	0.35	0.32	0.27	0.32
Ptot		2.4	4.2	3.84	4.05	3.2

Soluție tehnică de reglare automată implementată la nivelul controlerului principal:

Citește Ubat, Ibat si Ualim de la fiecare subordonat.

Calculează Puterea cu formula>

$$P_{tot} = U_{bat1} \cdot I_{bat1} + U_{bat2} \cdot I_{bat2}$$

Calculează Curentul total cu formula>

$$I_{tot} = P / U_{alim1} \text{ (sau } U_{alim2} \text{):}$$

La $P > P_{lim}$ reduce proporțional curentul cu factorul Derating

Factorul Derating scade de la 100% pentru $P_{tot} > P_{max}$ (4W)

Derating crește la $P_{tot} < P_{max}$.

Sau (Factorul Derating scade de la 100% pentru $I_{tot} > I_{max}$ (4W)

Derating crește la $I_{tot} < I_{max}$).

Modelul Experimental de Bloc de Comandă pentru Încărcător este prezentat în figura 9.

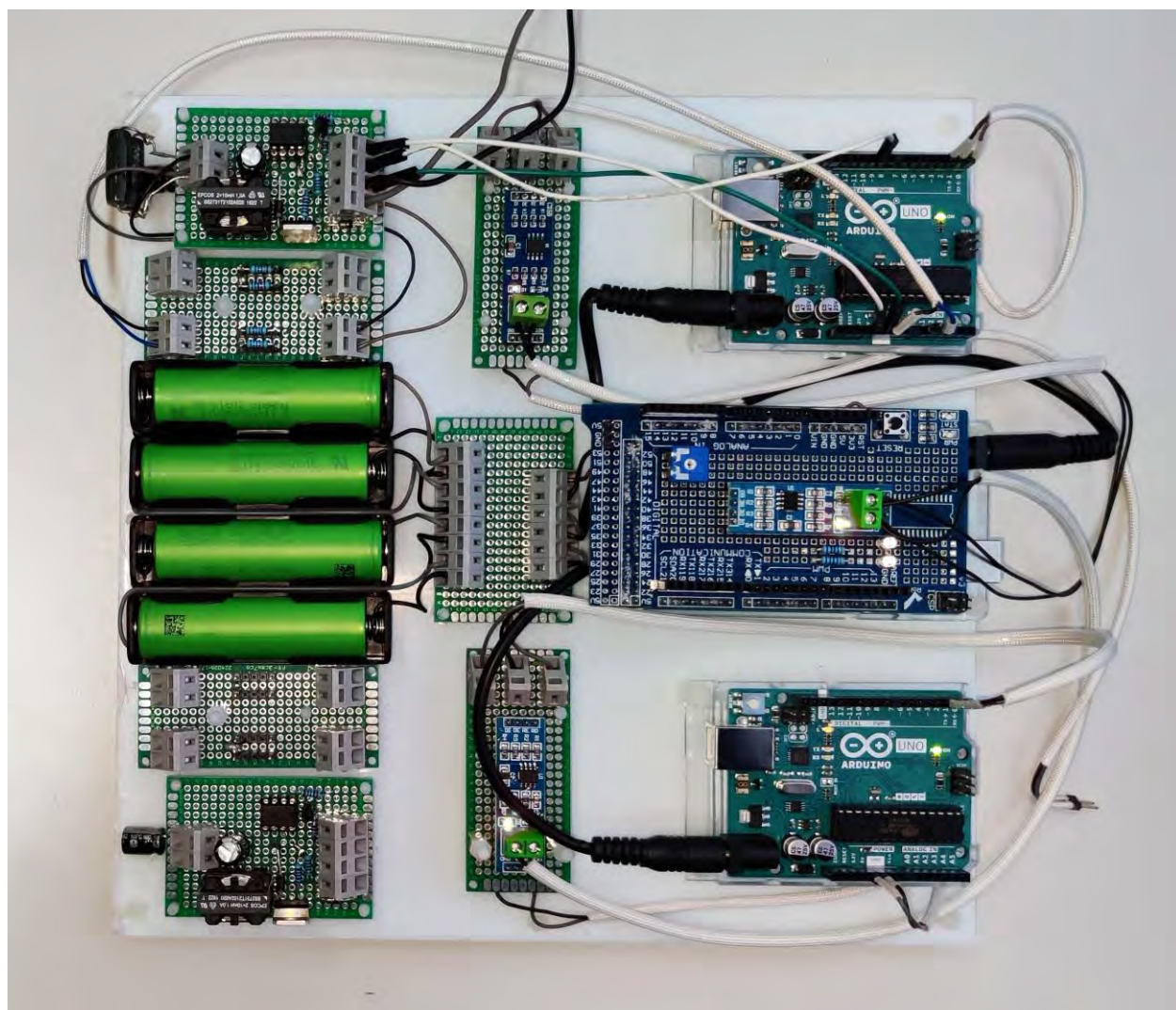


Fig 9 Modelul experimental de bloc de comandă pentru încărcătorul de baterii

Cu acest scop, am implementat următoarele soluții tehnice:

- Un model experimental de rețea de comandă cu microcontroler principal și două microcontrolere subordonate (vezi fig 9);
- Un model funcțional de rețea cu două microcontrolere conectate prin rețea de comunicație serială de tip CAN (MF-CAN, fig 11);
- Un model funcțional de rețea cu două microcontrolere conectate prin rețea de comunicație serială de tip radio 2,4GHz (MF-Radio, fig 13);

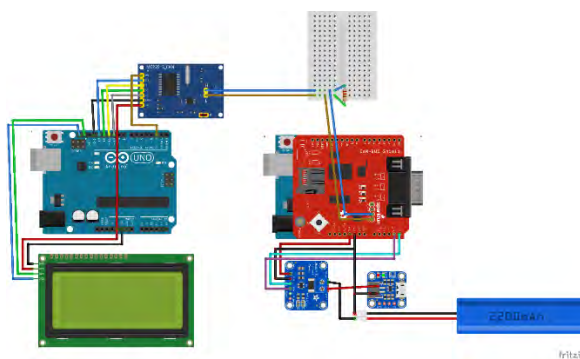
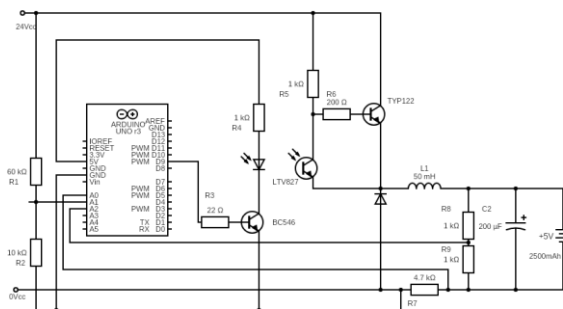


Fig 10 Schema electrică a modelului experimental de încărcător rapid Fig 11 Circuit comunicare CAN stație de încărcare- unitate de control

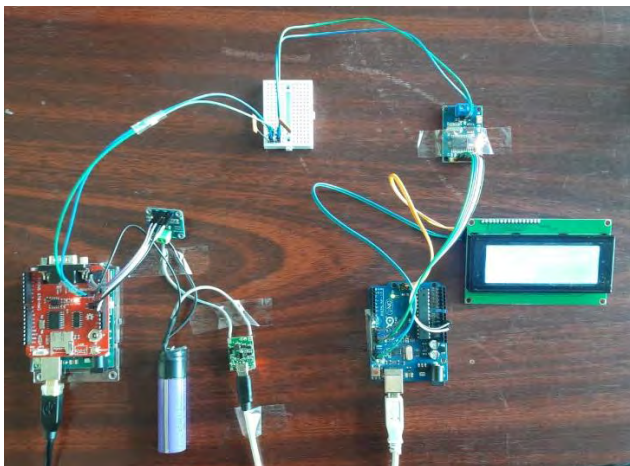


Fig 12 Model funcțional MF-CAN testat

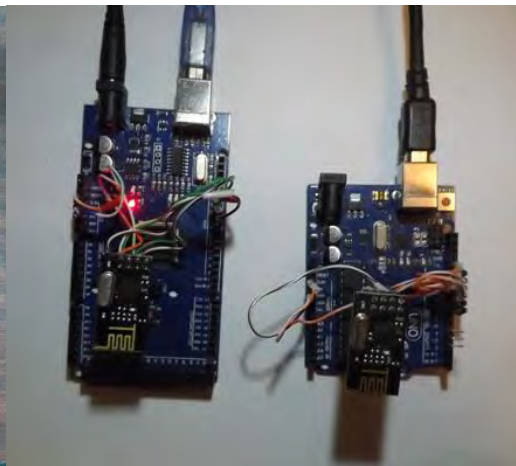


Fig 13 Montaj funcțional MF-R cu comunicație RF2,4GHz

Atât pentru Modelul Experimental cât și pentru cele două Modele Funcționale au fost dezvoltate programe dedicate, folosind limbajul de programare C, pentru a realiza funcțiile de control implementate.

Aplicații ale Modelului Experimental

Prezentul Model Experimental de unitate de comandă reprezintă o etapă necesară pentru dezvoltarea unui sistem de tracțiune electric bazat pe un motor electric polifazat, un convertizor electronic (invertor) alimentat din baterii de tracțiune adecvate. Alimentarea acestui vehicul se face prin intermediul unui convertizor de curent continuu (DC-DC sau AC-DC) care este alimentat din rețeaua SEN sau de la surse de energie regenerabile SREE.

Specificul convertizoarelor rapide de curent continuu ce fac obiectul OS2 al prezentului proiect îl reprezintă capacitatea de reglare continuu a curentului de încărcare al bateriei, în funcție de:

- Necesarul de energie al bateriei, comunicată prin linie de comunicație serială, prin valorile admisibile (maxime) ale tensiunii și ale curentului de încărcare;
- Disponibilul de energie din rețeaua de alimentare, citit de un microcontroler principal, folosit pentru a limita consumul maxim de energie al unuia sau mai multor încărcătoare, conectate în paralel la o rețea de alimentare locală (de tip Smart Grid).
- Sincronizarea diferitelor soluții alternative de producere și de stocare a energiei obținută de la surse regenerabile de energie SREE;
- Posibilitatea de a implementa un convertizor reversibil cd curent continuu care să integreze bateriile vehiculelor conectate la alimentare pentru a furniza energie către rețeaua inteligentă Smart Grid, de exemplu, pentru situația deconectării accidentale a alimentării principale.

Ținând cont de aceste oportunități, dezvoltarea unui încărcător multivalent presupune inițierea unui model de bloc de comandă TRL3 care să permită studierea funcționării în paralel a mai multor rețele de comunicație, a unor convertizoare de curent continuu, posibilitățile de programare ale acestor microcontrolere și performanțele optenabile cu acestea.

Rezultate obtinute in cadrul proiectului PN19310202:

- Proiect model funcțional de motor electric polifazat și
- Proiect model funcțional invertor polifazat dedicat.
- Model experimental de încărcător de baterii-bloc de comandă.

PN19310301 - Sistem complex de măsură a bioimpedanței, ca suport pentru monitorizarea funcțiilor vitale și dezvoltarea tehnicilor de impedanță cardiovasculară de utilitate clinică .

Proiectarea și realizarea senzorilor de bioimpedanță cardiovasculară (ICV) și a electrozilor de injecție de curent

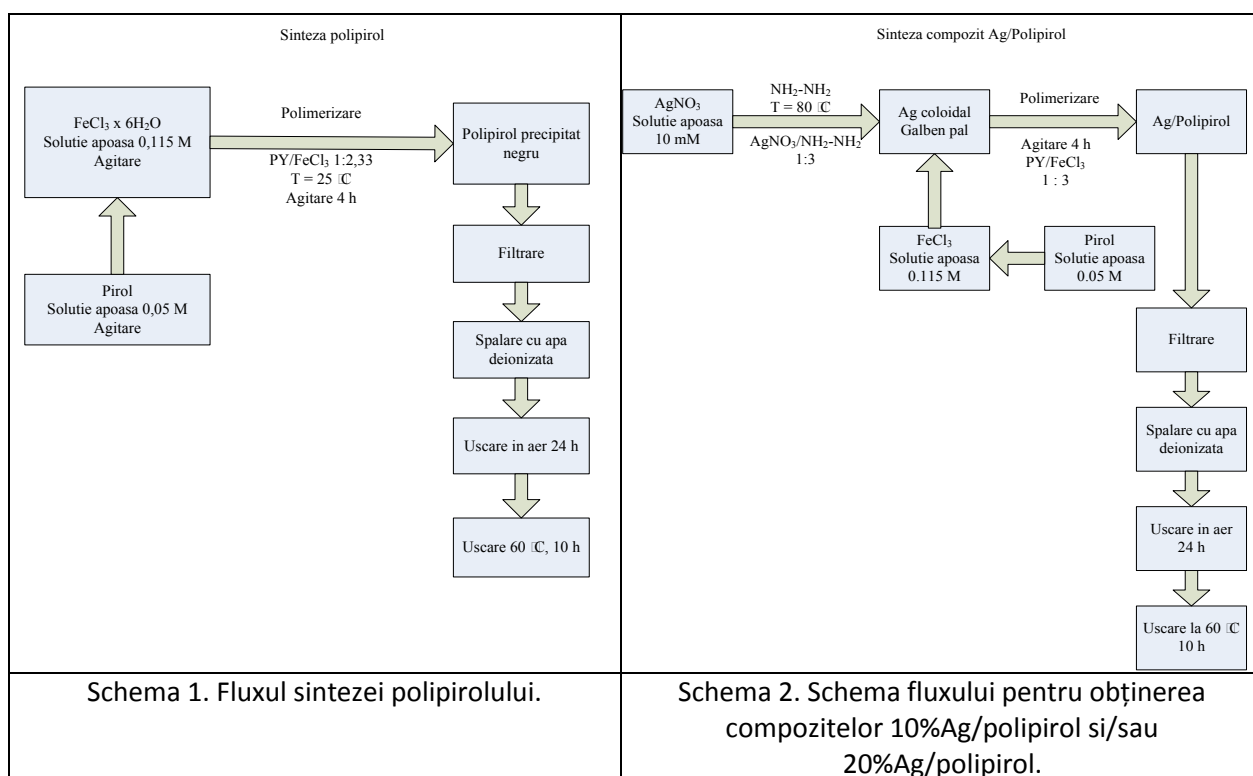
Proiectarea senzorilor de bioimpedanță ECG

Proiectarea senzorilor de bioimpedanță este bazată pe următoarele aspecte:

1. Materialul sensibil-compoziție chimică, sinteza, caracterizare structurală și morfologică;
 - Sinteza compozit 10% Ag NP/PPY și 20% Ag NP/PPY

Nanoparticulele de Ag s-au obținut pornind de la o soluție de AgNO_3 10 mM care s-a tratat cu agentul reducător o soluție de hidrazină la un raport molar AgNO_3 /hidrazină 1/3. Reacția de reducere la temperatura de 80 °C. Soluția coloidală cu Ag NP s-a introdus în soluția de pirol după care a urmat ciclul de sinteză prin polimerizare oxidativă a pirolului. Concentrațiile de Ag NP sunt de 10% și respectiv 20% în polipirol. Mecanismul de reacție responsabil pentru oxidarea monomerului pirol simultan cu reducerea ionilor de Ag la Ag metalic în compozit poate fi atribuit interacției redox dintre componenți. Prezența ionilor Ag nu a împiedicat oxidarea pirolului și, prin urmare, formarea PPY. Reacția redox care conduce la reducerea ionilor de Ag la argint metalic de asemenea, conferă o stabilitate crescută nanocompozitelor Ag/ polipirol. Fluxul sintezei compozitelor de 10 și 20%Ag/PPY se prezintă în schema 2.

2. Proprietăți electrice material sensibil capacitate paralelă, impedanță, factor de calitate, capacitate serie, rezistență serie;
3. Tip de senzor polarizat sau nepolarizat, umed cu necesitate de gel sau uscat;
4. Proiectarea senzorilor de bioimpedanță, forma și dimensionări.



Realizarea senzorilor de bioimpedanță

Formule de calcul utilizate la determinarea parametrilor electrici ai materialelor sensibile și evaluarea caracteristicilor electrice

Ținând cont de valorile obținute pentru cele 3 materiale sensibile, polipirol, și compozite 10%Ag/polipirol și 20%Ag/polipirol, capacitate paralelă și rezistență paralelă în Tabelul de mai jos se prezintă datele pentru caracteristicile electrice ale celor 3 materiale sensibile.

Proba	Caracteristici electrice					
	$C_p \times 10^{-9}$, [F]	R_p , [Ω]	ϵ'_r	ϵ''_r	$\tan\delta$	σ [S/m]
10%Ag/PPY	1,540	131,4	1832	5779	3,15	$7,77 \times 10^{-2}$
20%Ag/PPY	1,920	99,5	2284	7613	3,33	$1,05 \times 10^{-1}$
PPY	1,695	304,4	2016	2488	1,23	$3,47 \times 10^{-2}$

Datele din Tabel sunt cele obținute pentru frecvența de 250 kHz, frecvența de lucru pentru senzorii de bioimpedanță. Valorile de conductivitate electrică obținute se încadrează în valorile care corespund cu morfologia granulară a polipirolului. În plus, adaosul de Ag în matricea polimerului conduce la o creștere moderată a conductivității electrice, obținându-se o valoare de $1,05 \times 10^{-1}$ S/m care este cu un ordin de mărime mai mare decât conductivitățile electrice corespunzătoare celorlalte 2 materiale sensibile, ceea ce este benefic pentru aplicații în biomedicină.

Dimensionarea și realizarea senzorilor de bioimpedanță

- Dimensionare senzori – diametru disc
- Pentru polipirol cu datele corespunzătoare frecvenței de 250 kHz se obține un diametru de $9,5 \times 10^{-3}$ m;
- Pentru materialul sensibil compozit 10%Ag/polipirol se obține un diametru de $10,8 \times 10^{-3}$ m;
- Pentru materialul sensibil compozit 20%Ag/polipirol se obține un diametru de $11,2 \times 10^{-3}$ m.

În realizarea senzorilor de bioimpedanță s-a utilizat tehnica presării pulberilor la o presă hidraulică sub formă de disc. Astfel, pulberile de polipirol și de compozite 10 și 20%Ag/polipirol s-au presat în formă de disc la o presă hidraulică la 6 tone forță/cm² având dimensiunile de $\varnothing = 11 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$, $h = 1,0 \pm 0,2 \text{ mm}$.

- Pentru măsurătorile electrice discurile s-au argintat cu pasta de argint pe ambele fețe, iar pentru senzori argintarea s-a efectuat doar pe o față.
- Pentru măsurătorile de bioimpedanță senzorii s-au atașat la o bandă adezivă la o distanță de 6 cm unul de celălalt.
- Senzorii pentru măsurători s-au atașat la mâna stângă a subiectului uman care a fost în prealabil degresată cu alcool medicinal.



Fig. 1. Imagine pentru senzorii de bioimpedanță.

Dimensionarea și realizarea electrozilor de injecție de curent

Tehnicile de bioimpedanță se bazează pe injectarea într-un mediu biologic (corp uman, țesut sau cultură celulară) a unui curent electric alternativ de intensitate foarte mică. Curentul electric produce o cădere de tensiune. Cu cât este mai mare această cadere de tensiune, cu atât este mai mare impedanța electrică a țesutului. Măsurătorile bioimpedanței se bazează pe faptul că mediile biologice se comportă ca și conductori, dielectrics sau izolatori de curent electric, în funcție de compoziția lor. Rezultatul acestui fenomen este o dependență a valorilor bioimpedanței cu frecvența, care poate oferi informații despre fiziologia și patologia țesuturilor și celulelor. Metoda de măsurare a bioimpedanței se bazează pe răspunsul tranzitoriu al interfeței piele - senzori de bioimpedanță cardiovasculară, la injectarea într-un mediu biologic (corp uman, țesut sau cultură celulară) a unui curent electric alternativ de intensitate foarte mică, prin intermediul electrozilor de injecție de curent. Curentul injectat are o valoare vârf la vârf de $I = 10 \mu\text{A}$. Frecvența de lucru aleasă conform rezultatelor din paragrafele precedente este de $f = 250 \text{ kHz}$.

S-au realizat două tipuri de electrozi de injecție de curent, din argint, (Ag), Figura 2 și din aur, (Au), Figura 3.



Figura 2. Electrozi de injecție de curent realizați din argint (Ag).



Figura 3. Electrozi de injecție de curent realizați din aur (Au).

Materialele utilizate la realizarea electrozilor de injecție de curent sunt:

Folie de argint, (Ag), Cod AG000470/37, puritate 99,99 %, grosime 0.5 mm, achiziționată de la ALDRICH;

Folie de aur, (Au), Cod PREMION, puritate 99,99 %, grosime 0.127 mm, achiziționată de la ALFA AESAR.

Diametrul electrozilor și grosimea acestora este: în cazul celor realizați din argint (Ag) $\varnothing = 10$ mm și $d = 0,5$ mm, iar în cazul celor realizați din aur (Au) $\varnothing = 10$ mm, $d = 0,127$ mm.

Am ales aceste dimensiuni geometrice ținând cont de dimensiunile geometrice ale senzorilor de bioimpedanță, dar și luând în considerare drept criteriu ca numărul de puncte de contact cu suprafața pielii să fie cât mai mare.

Densitatea de curent corespunzătoare unui curent injectat cu o valoare vârf la vârf de $I = 10 \mu A$ este identică în cele două cazuri, și anume

$$I_{Ag,Au} = \frac{I}{A} = \frac{10 \cdot 10^{-6}}{\pi \cdot (10 \cdot 10^{-3})^2} = 0,03184 \text{ A/m} \quad (1)$$

Dezvoltarea modului electronic ce realizează conditionarea semnalului util preluat de la senzori

Schema bloc a sistemului complex de măsură a bioimpedanței

Măsurătorile electrice efectuate în etapa anterioară pentru toate probele de materiale sensibile, cu utilizarea LCR metru tip AGILENT E4980A Precision în domeniul de frecvență 20 Hz - 300 kHz și aplicând o tensiune alternativă de 2V_{vv}, au permis trasarea curbei de variație a impedanței cu frecvența, Fig. 3. Se observă că pentru toate probele de materiale sensibile, impedanța scade cu frecvența. Cele mai bune rezultate le prezintă materialele sensibile compozite cu 10%Ag/polipirol și 20%Ag/polipirol care prezintă valori mici ale impedanței și o bună liniaritate pe domeniul de frecvență testat. Totuși, din cele 3 materiale sensibile, cel cu 20%Ag/polipirol are cea mai bună comportare ca și material sensibil, prezentând valorile cele mai mici ale impedanței, precum și o bună liniaritate.

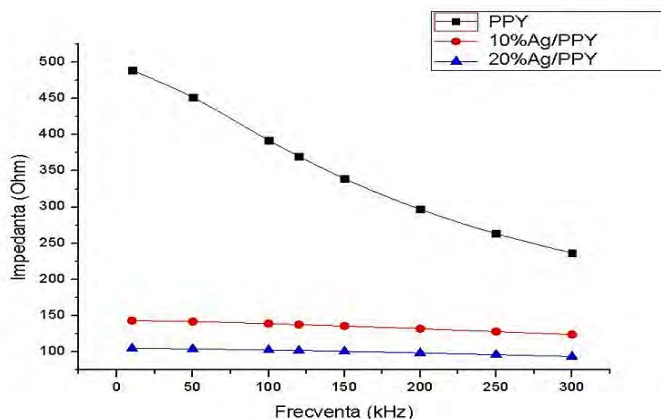
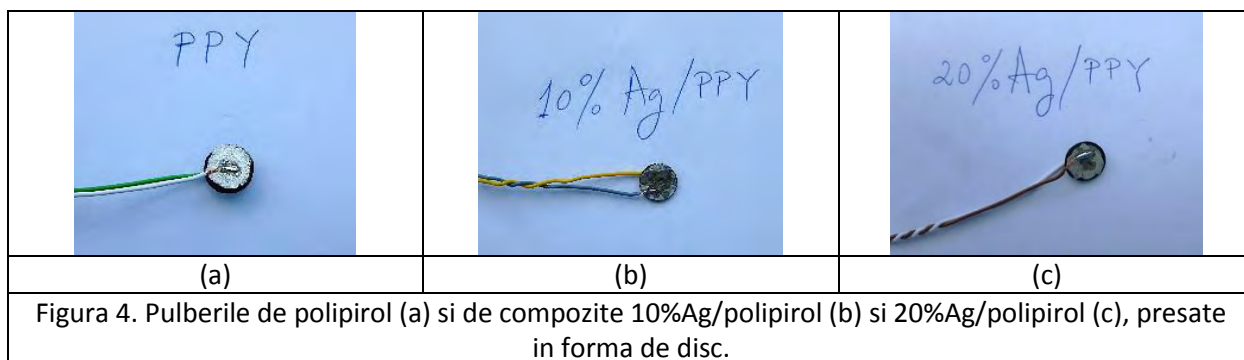


Figura 3. Variația impedanței cu frecvența pentru probele de materialele sensibile polipirol (PPY) respectiv compozite cu 10%Ag/polipirol și 20%Ag/polipirol.



Tehnicile de bioimpedanță se bazează pe injectarea într-un mediu biologic (corp uman, țesut sau cultură celulară) a unui curent electric alternativ de intensitate foarte mică. Curentul electric produce o cădere de tensiune, care cu cât este mai mare, cu atât este mai mare impedanța electrică a țesutului. Măsurătorile bioimpedanței se bazează pe faptul că mediile biologice se comportă ca și conductori, dielectrici sau izolatori de curent electric, în funcție de compoziția lor. Rezultatul acestui fenomen este o dependență a valorilor bioimpedanței de frecvență, care poate oferi informații despre fiziologia și patologia țesuturilor și celulelor. Metoda de măsurare a bioimpedanței se bazează pe răspunsul tranzitoriu al interfeței piele - senzor de bioimpedanță cardiovasculară, la injectarea într-un mediu biologic (corp uman, țesut sau cultură celulară) a unui curent electric alternativ de intensitate foarte mică, prin intermediul electrozilor de injecție de curent. Curentul injectat are o valoare vârf la vârf de $I = 10 \mu A$. Frecvența de lucru aleasă este de $f = 40 \text{ kHz}$, care corespunde unei porțiuni liniare a curbei de variație a impedanței cu frecvența, pentru probele de materialele sensibile polipirol (PPY) respectiv composite cu 10%Ag/polipirol si 20%Ag/polipirol, Fig. 1. În realizarea senzorilor de bioimpedanță s-a utilizat tehnica presării pulberilor la o presa hidraulică, sub forma de disc. Astfel, pulberile de polipirol si de composite 10 si 20%Ag/polipirol s-au presat în formă de disc la o presa hidraulică la 6 tone forță/cm² având dimensiunile de $\varnothing = 11 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$, $h = 1,0 \pm 0,2 \text{ mm}$. Pentru măsurătorile electrice ale impedanței cu frecvența, discurile s-au argintat cu pasta de argint pe ambele fețe, Fig. 4 (a), (b), (c). Sensorii de bioimpedanță sunt realizați din câte doi electrozi în formă de disc dispuși la o distanță de 6 cm unul de celălalt, realizați din material sensibil polipirol sau compozit 10 si 20%Ag/polipirol, argintați pe o singură față, iar fiecare din discurile astfel argintate sunt dispuse pe câte un alt disc din argint, de același diametru. Conexiunea electrică se realizează de pe fața opusă a discului din argint, poziția 1, Fig. 5.

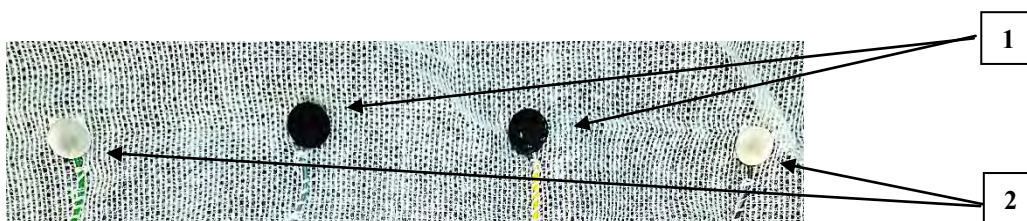


Figura 5. Dispunerea senzorului de bioimpedanță și a electrozilor de injecție de curent pe un material textil.

Electrozii de injecție de curent, din argint, (Ag), poziția 2, Fig. 5 și E1, E2, Fig. 6.

Materialele utilizate la realizarea electrozilor de injecție de curent sunt:

Folie de argint, (Ag), Cod AG000470/37, puritate 99,99 %, grosime 0,5 mm, achiziționată de la ALDRICH.

Diametrul electrozilor și grosimea acestora este: argint (Ag) $\varnothing = 10 \text{ mm}$ și $d = 0,5 \text{ mm}$.

În Fig. 6. Se prezintă schema bloc a sistemului complex de măsură a bioimpedanței. Curentul constant în valoare medie, cu o valoare vârf la vârf de $I = 10 \mu A$ este injectat prin intermediul electrozilor de injecție de curent E1 și E2, Fig. 6. Tensiunea rezultată, ΔU care reprezintă semnalul util este preluată de către senzorul de bioimpedanță realizat cu electrozii E3 și E4. Valoarea acestei tensiuni se află în intervalul $\Delta U = 10 - 50 \text{ mV}$.

$$\Delta U = 5 * 10^3 * 10 * 10^{-6} = 50 \text{ mV}$$

(1)

Condiționarea semnalului util ΔU preluat de la senzorul de bioimpedanta se realizează în primul rând prin amplificarea acestuia cu un factor de amplificare de $A = 100$, cu un amplificator de instrumentație în conexiunea "mod diferențial", A3 Fig. 6. Apoi, semnalul cu o amplitudine maximă de 5 Vv este aplicat unui amplificator cu izolare galvanică A4, cu factorul de amplificare $A = 1$. Ieșirea amplificatorului cu izolare galvanică A4 este cuplata la intrarea unui amplificator de instrumentație A5, cu factorul de amplificare $A = 3$. Semnalul obținut la ieșirea amplificatorului de instrumentație A5 este filtrat prin intermediul unui filtru Bessel de ordinul 4 și apoi amplificat cu amplificatorul de instrumentație A6.

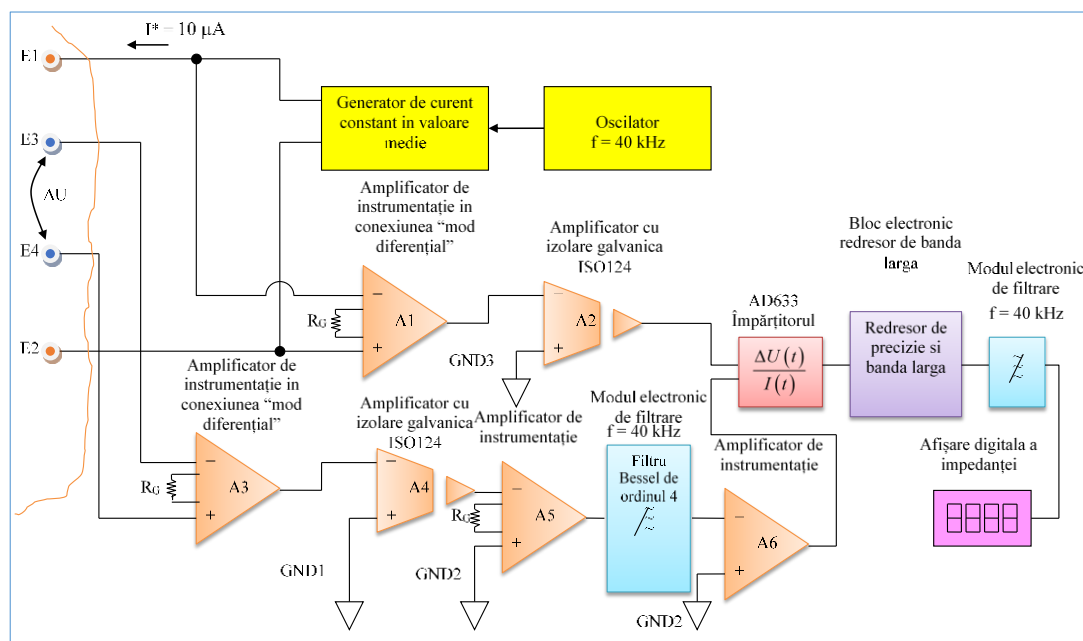


Figura 6. Schema bloc a sistemului complex de măsură a bioimpedanței.

Proiectarea blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță care preia semnalul util

Un curent constant în valoare medie, cu o valoare vârf la vârf de $I = 10 \mu A$ este injectat prin intermediul electrozilor de injecție de current, realizați din argint (Ag), poziția 2, Fig. 5. Tensiunea rezultată, ΔU care reprezintă semnalul util este preluată de către senzorul de bioimpedanta poziția 1, Fig. 5. Valoarea acestei tensiuni se afla în intervalul $\Delta U = 10 - 50 \text{ mV}$. Condiționarea semnalului util ΔU preluat de la senzorul de bioimpedanta se realizează în primul rând prin amplificarea acestuia cu un amplificator de instrumentație în conexiunea "mod diferențial", realizat astfel încât să prezinte un factor de amplificare de $A = 100$, Fig. 7. Semnalul rezultat, cu o amplitudine maximă de 5 Vv este aplicat la intrarea unui amplificator cu izolare galvanică, cu factorul de amplificare $A = 1$. Ieșirea amplificatorului cu izolare galvanică este cuplata la intrarea unui amplificator de instrumentație, cu factorul de amplificare $A = 3.7$, Fig. 7. Semnalul astfel obținut la ieșirea amplificatorului de instrumentație este filtrat prin intermediul unui filtru Bessel de ordinul 4 și apoi amplificat cu un amplificator de instrumentație identic, cu factorul de amplificare $A = 3.7$, Fig. 7.

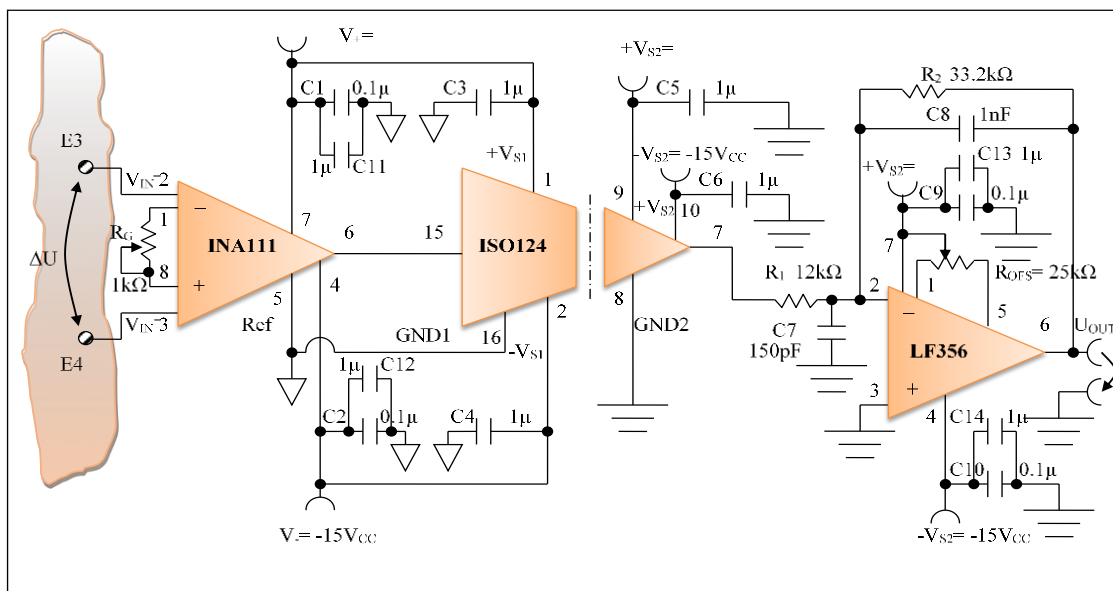


Figura 7. Schema electronică a blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță, fără blocul electronic de filtrare.

Amplificarea semnalului util ΔU preluat de la senzorul de bioimpedanță, cu un factor de amplificare de $A = 100$, se realizează cu un amplificator de instrumentație în conexiunea "mod diferențial", de tipul INA111, Fig. 7. Câștigul amplificatorului de instrumentație INA111 este setat prin conectarea unui singur rezistor extern R_G și respecta relația:

$$G = 1 + 50k\Omega/R_G \quad (2)$$

Pentru a obține un factor de amplificare de $A = 100$, trebuie să avem $R_G = 505,1 \Omega$. De asemenea, INA111 oferă respingerea excelentă a semnalelor în mod comun de înaltă frecvență, (CMRR). ISO124, Fig. 7 este un amplificator de izolare de precizie care încorporează o tehnică de modulare-demodulare a ciclului de funcționare. Semnalul este transmis digital printr-o barieră capacitivă diferențială de 2 pF. Cu o modulație digitală, caracteristicile barierei nu afectează integritatea semnalului. Specificațiile cheie sunt: neliniaritatea maximă de 0,010%, lățimea de bandă a semnalului de 50 kHz și $V_{OS} = 200 \mu V/^\circ C$. ISO124 poate fi alimentat într-o gamă largă de tensiuni, de la $\pm 4,5 V$ la $\pm 18 V$ și prezintă curenți de repaus de $\pm 5 mA$ pentru alimentarea V_{S1} respectiv $\pm 5,5 mA$ pentru alimentarea V_{S2} . Se impune intercalarea între modulul electronic amplificator de precizie cu izolare galvanică ISO124 și modulul electronic de filtrare a unui modul electronic amplificator, Fig. 7. Modulul electronic amplificator este realizat cu circuitul integrat amplificator operațional LF356 în conexiune inversoare, Fig. 7. având câștigul:

$$A = 1 + \frac{R_f}{R_i} = 1 + \frac{33,2}{12} = 3,7 \quad (3)$$

Astfel, la intrarea modulului electronic de filtrare nivelul semnalului va fi de aproximativ $5 V_{wv}$. De asemenea, la ieșirea modulului electronic de filtrare se va intercala un modul electronic amplificator, realizat cu circuitul integrat amplificator operațional LF356 în conexiune inversoare având aceeași schema electronică, Fig. 8. Tensiunea de offset poate fi compensată prin utilizarea potențiometrului semireglabil $P = 25 k\Omega$, Fig. 8. Printr-un proces iterativ, în care intrarea inversoare este conectată la potențialul de referință, se realizează compensarea tensiunii de offset, reglând potențiometrului semireglabil $P = 25 k\Omega$ până când la ieșirea amplificatorului operațional LF356 se obține 0 V.

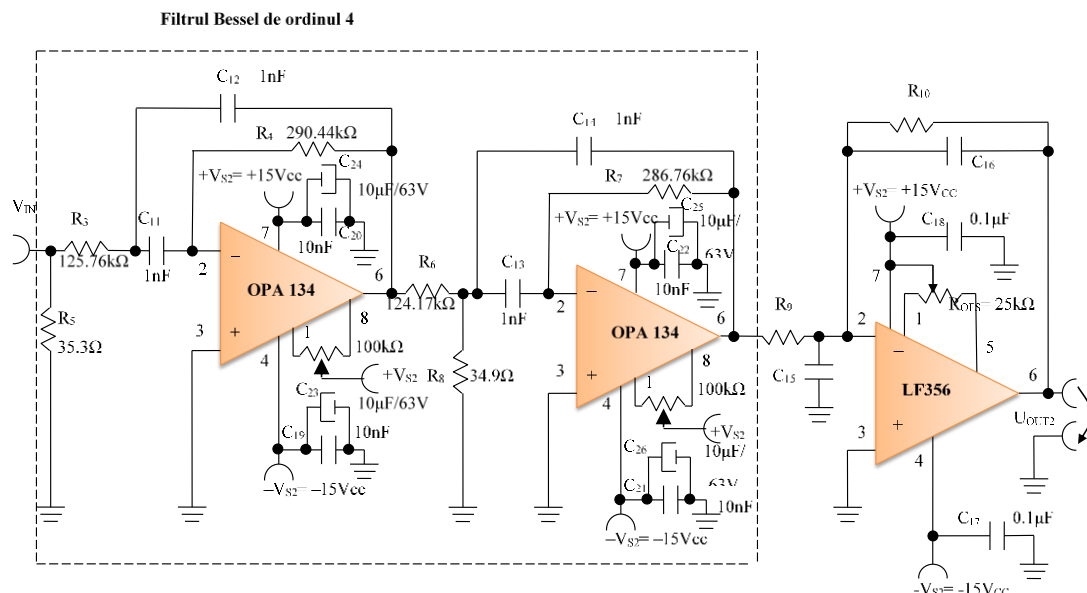


Figura 8. Schema electronica a modului electronic de filtrare.

Proiectarea modului electronic de filtrare se realizează cu utilizarea software-ului FilterPro de la Texas Instruments. Frecvența utilizată pentru toate modulele care operează cu semnalul util este de 40 kHz. Pentru a rejecta eventualele semnale parazite care pot însoți semnalul util, se utilizează un modul electronic de filtrare, de tip trece bandă, de tip Bessel de ordinul 4 cu frecvența centrata pe $f_0 = 40$ kHz. Modulul electronic de filtrare este realizat cu două amplificatoare operaționale de tipul OPA134, Fig.8. Seriile OPA134 sunt amplificatoare operaționale cu distorsiune foarte scăzută, și zgomot redus. Acestea pot fi operate de la surse de alimentare stabilizate de $\pm 2,5$ V la ± 18 V. Circuitele cascode de intrare asigură o respingere excelentă a modului comun (CMRR) și mențin curentul de polarizare scăzut la intrare în intervalul său larg de tensiune de intrare, minimizând distorsiunile. De obicei tensiunea de offset a amplificatoarelor din seria OPA134 nu necesită ajustări ale utilizatorului. Tensiunea de offset poate fi însă ajustată prin conectarea unui potențiometrului așa cum se arată în Fig. 8. Modulul electronic de filtrare, Bessel de tip trece bandă de ordinul 4 prezintă următoarele caracteristici: Passband Bandwidth BWp = 1000 Hz; Gain: 1V/V (0 dB); PassBand ripple: Rp = 2 dB; Center frequency $f_0 = 40$ kHz; Stopband Bandwidth GBW = 19.5 kHz; Stopband Attenuation -40 dB; Corner Frequency Attenuation -3 dB.

Model experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță care preia semnalul util ΔU

În Fig. 9 se prezintă modelul experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță, fără blocul electronic de filtrare.

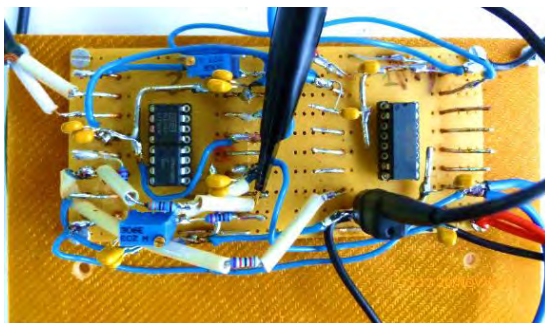


Figura 9. Modelul experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță, fără blocul electronic de filtrare.

Pentru a rejecta eventualele semnale parazite care pot însoți semnalul util, se utilizează un modul electronic de filtrare, trece bandă de tip Bessel de ordinul 4 cu frecvența centrata pe $f_0 = 40$ kHz, realizat cu amplificatoarele operaționale de tipul OPA134, Fig. 10.

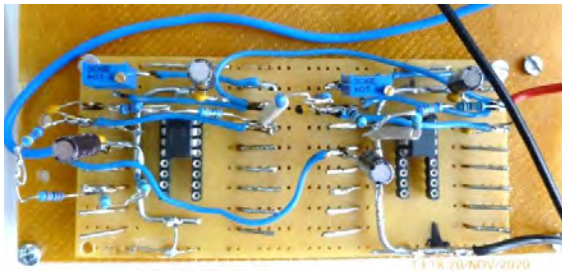


Figura 10. Modul electronic de filtrare, realizare practica pe placi test.

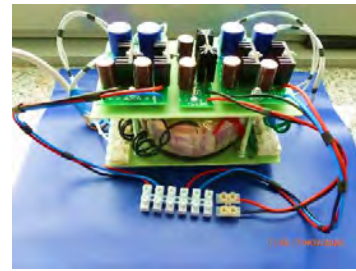


Figura 11. Modelul experimental funcțional al blocului electronic sursă stabilizată dublu diferențială.

În Fig. 11 se prezintă modelul experimental funcțional al blocului electronic sursă dublu diferențială. Toate tensiunile furnizate de sursa sunt stabilizate. În Fig. 12 se prezintă modelul experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță iar în Fig. 13 se prezintă modelul experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță, în cursul experimentărilor.

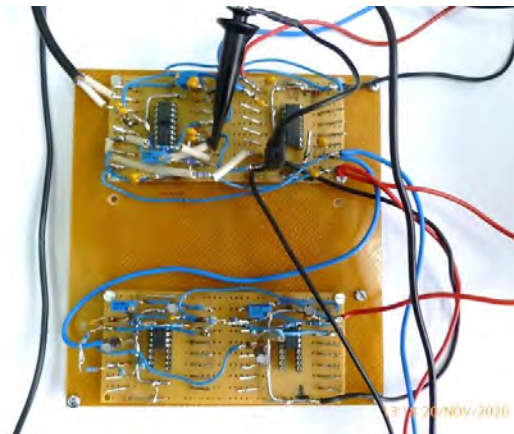


Figura 12. Modelul experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță.

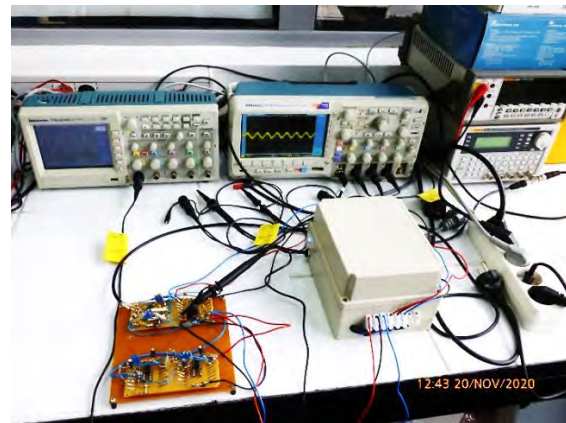


Figura 13. Modelul experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță, în cursul experimentărilor.

Testarea modelului experimental funcțional al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorul de bioimpedanță

Aparatura utilizată la experimentări:

- Generator de funcții arbitrar FLUKE 281;
- Osciloscop digital Tektronix MSO 2024B; Osciloscop digital Tektronix TDS 2014B;
- Calculator cu procesor Pentium i5 pe care s-a instalat licența de software NI LabVIEW Signal Express;
- Sursa de tensiune dublu diferențială.

Condițiile de experimentare sunt: temperatura $T = 20^{\circ}\text{C}$ și umiditatea relativă 70% RH.

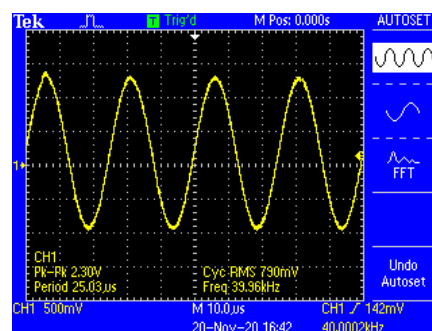


Figura 14. (a). Captura semnalului de la ieșirea modului electronic amplificator de instrumentație în conexiunea “mod diferențial”, când la intrare se aplică un semnal sinusoidal, de frecvență $f = 40 \text{ kHz}$ și amplitudine vârf la vârf $A = 10 \text{ mV}$.

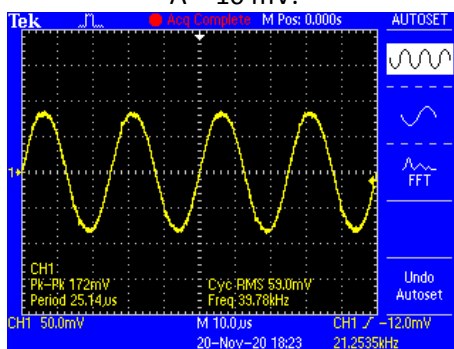


Figura 14. (b). Captura realizată la ieșirea filtrului Bessel de ordinul 4, atunci când la intrarea filtrului Bessel de ordinul 4 se aplică un semnal sinusoidal, de frecvență $f = 40 \text{ kHz}$ și amplitudinea vârf la vârf $A = 5 \text{ Vv}$.

Rezultatele obținute în cadrul proiectului PN19310301:

- Proiect al senzorilor de bioimpedanță cardiovasculară (ICV);
- Proiect al electrozilor de injecție de curent;
- Model experimental al senzorului de bioimpedanță realizat cu material sensibil polipirol (PPY);
- Model experimental al senzorului de bioimpedanță realizat cu material sensibil compozit cu 10%Ag/polipirol;
- Model experimental al senzorului de bioimpedanță realizat cu material sensibil compozit cu 20%Ag/polipirol;
- Model experimental al electrozilor de injecție de curent realizați din argint (Ag);
- Model experimental al electrozilor de injecție de curent realizați din aur (Au);
- Proiect al blocului electronic de condiționare a semnalului furnizat de către senzorii care preiau semnalul util;
- Model experimental funcțional al modului electronic ce realizează condiționarea semnalului util preluat de la senzori;
- Articol ISI transmis spre publicare, "A Comparative Study of Polypyrrole and Hybrid Polypyrrole -Ag Nanocomposite as Sensitive Material Used for New Polarizable Bioimpedance Sensors", Gabriela Telipan, Lucian Pîslaru-Dănescu, Ioana Ion, Virgil Marinescu, Marius Lungulescu, Electronic Materials Letters, The submission id is: EMAL-D-20-00249;
- Comunicare la Conferința Internațională IEEE „International Semiconductor Conference CAS 2020”, cu lucrarea „Ag/polypyrrole composites for polarizable dry microsensor used in bioimpedance measurement”, Submission ID: 4062. Lucrarea a fost prezentată oral on-line pe data de 07 Octombrie 2020, co-prezentare V. Marinescu și L. Pîslaru-Dănescu;
- Articol transmis spre publicare: „Signal conditioning provided by the sensitive elements of the bioimpedance sensors”, Lucian PÎSLARU-DĂNESCU, Victor STOICA, Gabriela TELIPAN, Jurnalul EEA - Electrotehnica, Electronica, Automatica, ISSN: 1582–5175, Online ISSN: 2392–828X;
- Cerere brevet invenție: A00526/20.08.2020 - Senzor polimeric de bioimpedanță și procedeu de sinteză a materialului sensibil compozit Ag/polipirol, Autori: PÎSLARU-DĂNESCU Lucian, TELIPAN Gabriela, ION Ioana.

PN19310302 - Echipamente performante, cu relevanță economică, în scopul creșterii eficienței energetice în activitatea de valorificare a resurselor naturale

Analiza cu element finit (FEA) este efectuată pentru a determina starea de eforturi și deplasări în arborele tobei de manevră și în carcasa trolului de foraj într-un mod mai riguros și conform cerințelor standardului API Spec. 7K Drilling and Well Servicing Equipment. Analiza se bazează, în general, pe teoria elastică. Pentru analiză, se iau în considerare toate forțele care acționează asupra celor două componente analizate:

arborele tobei de manevră și carcasa troliului de foraj – date de calcul/ date inițiale. Pentru fiecare secțiune transversală care trebuie luată în considerare, se utilizează cea mai nefavorabilă combinație, poziție și direcție a forțelor.

Pentru calculul de analiză cu element finit (FEA) s-a utilizat Programul de Analiză cu Element Finit ANSYS 2019 R3.

Etapele parcurse în cadrul analizei cu element finit sunt următoarele:

A Definirea geometriei, discretizare

În cadrul acestei etape au fost definite următoarele: tip element, materialul utilizat, secțiuni, puncte, linii între puncte. Au fost generate nodurile în funcție de tipul de element ales și s-a asociat tipul de element cu liniile create prin discretizare.

B Definirea tipului de analiză, încărcări

A fost definit tipul de analiză, apoi constrângerile și sarcinile (forțe, momente etc.). Au fost aplicate sarcinile și a fost lansat programul în execuție.

C Interpretarea rezultatelor

Analiza efectuată în cadrul acestei etape a proiectului a cuprins:

A Calculul de rezistență (FEA) al arborelui tobei de manevră.

Pentru arborele tobei de manevră a fost ales materialul 30CrNiMo8 conf. SR EN ISO 683-2:2018, cu următoarele caracteristici tehnice:

- limita de curgere la tracțiune 635 N/mm^2 ;
- rezistența la rupere 830 N/mm^2 ;
- limita de curgere la torsiune 381 N/mm^2 .

Urmând etapele analizei statice cu element finit pentru arborele tobei de manevră, s-au obținut următoarele deformații și eforturi unitare maxime:

- săgeata maximă obținută, $f = 0.492 \text{ mm}$, este mai mică decât valoarea maximă admisă $f_{\max} \leq 3 \cdot 10^{-4} \cdot l$, unde l este lungimea arborelui tobei de manevră: $f_{\max} = 1.182 \text{ mm}$, pentru $l = 3940 \text{ mm}$, rezultat acceptabil (Fig. 2.1).

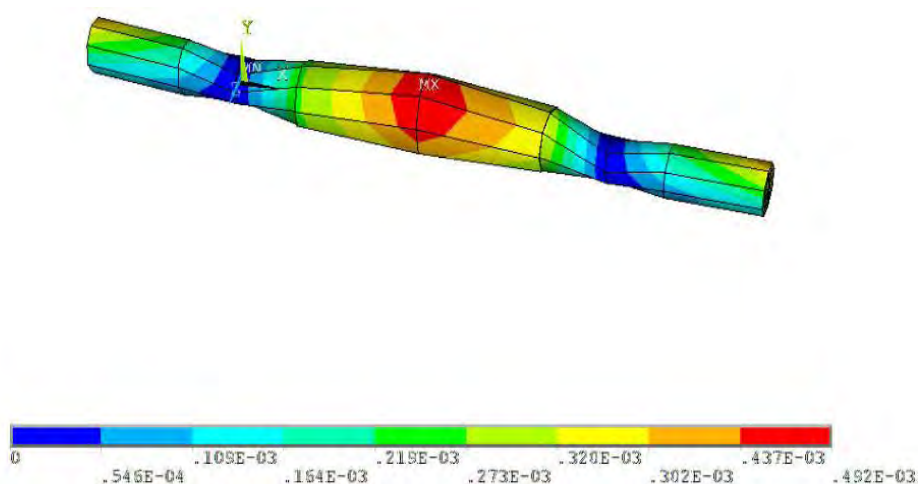


Fig.2.1. Arborele tobei de manevră – săgeata maximă.

- rotirea maximă obținută, $\varphi = 0.198 \text{e-4}$ radiani, este mai mică decât valoarea maximă admisă $\varphi_{\max} \leq 3 \cdot 10^{-4}$ radiani, rezultat acceptabil (Fig.2.2).

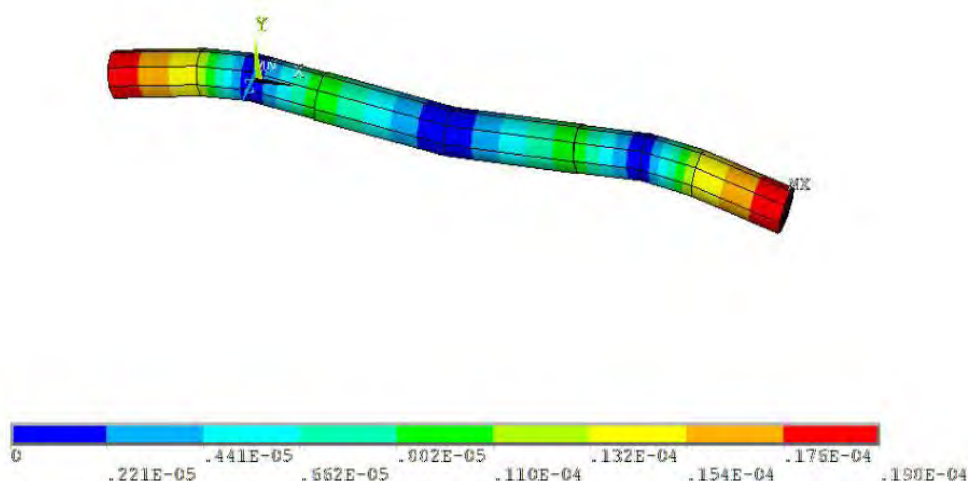


Fig.2.2. Arborele tobei de manevră – rotirea maximă.

- efortul maxim obținut este $\sigma_{\text{effEA}} = 78.4 \text{ N/mm}^2$, care este mai mic decât $\sigma_{\text{adm}} = 282.22 \text{ N/mm}^2$, astfel încadrându-se în limitele standardului de referință, în acest caz standardul API Spec. 7K; valoarea maximă obținută, din punct de vedere al verificării de rezistență față de limita de curgere a materialului, arată că diametrul arborelui de manevră este supradimensionat, dar în cadrul etapei anterioare s-a arătat că dimensionarea arborelui tobei de manevră este dictată de calculul la oboseală, astfel că diametrul adoptat de 290 mm în zona cea mai solicitată este cel necesar (Fig. 2.3).

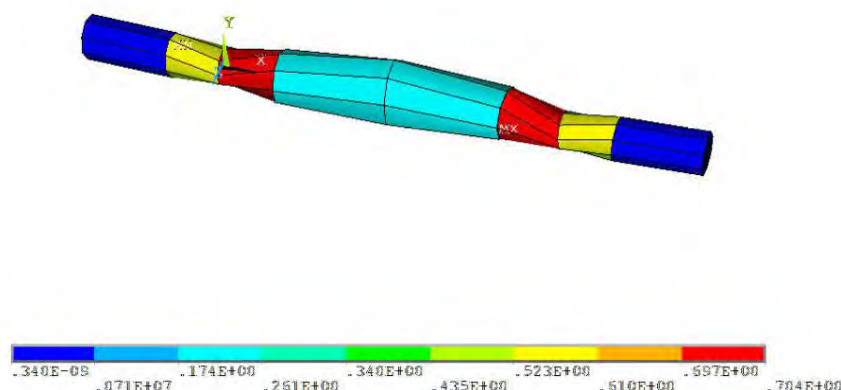


Fig.2.3. Arborele tobei de manevră – eforturi maxime.

B Calculul de rezistență (FEA) al pereților laterali ai carcasei troliului de foraj.

Pentru pereții laterali ai carcasei troliului de foraj s-a considerat materialul S355J2, SR EN 10025-2:2019, cu următoarele caracteristici tehnice:

- limita de curgere la tracțiune 335 N/mm^2 (pentru table cu grosime de perete cuprinsă între 40 și 63 mm);
- rezistența la rupere 490 N/mm^2 .

În urma analizei statice cu element finit a pereților laterali ai carcasei, se obțin următoarele deformații și eforturi unitare maxime:

- săgeata maximă obținută, $f = 0.016 \text{ mm}$, rezultat acceptabil (Fig. 2.4).

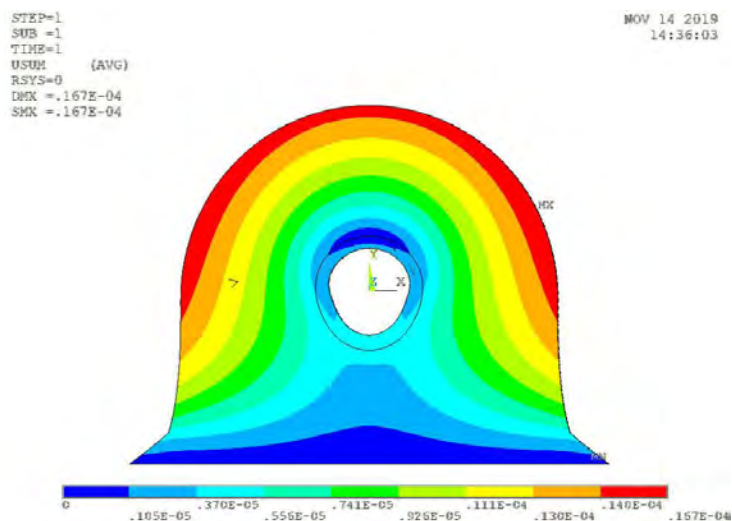


Fig.2.4. Perete lateral carcasă – săgeata maximă.

- rotirea maximă obținută, valoare de $\varphi = 0.721e-4$ radiani, rezultat acceptabil (Fig. 2.5).

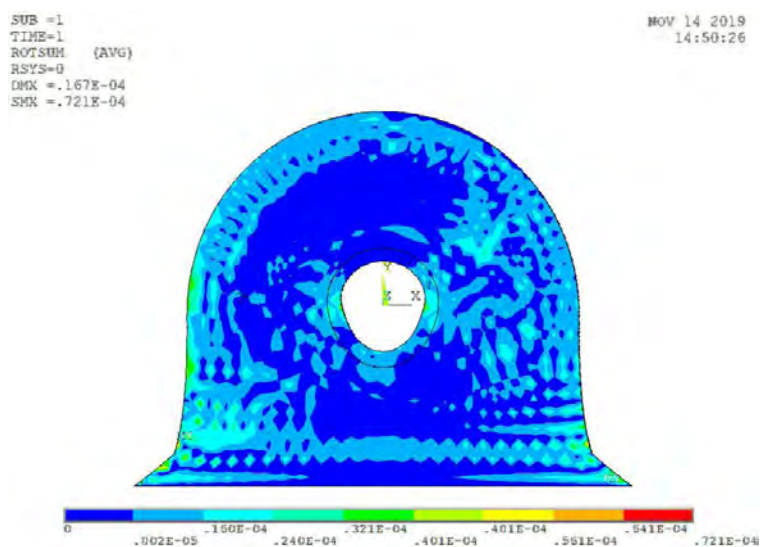


Fig.2.5. Perete lateral carcasă – rotirea maximă.

- efortul maxim obținut este $\sigma_{\text{effEA}} = 9.52 \text{ N/mm}^2$, mai mic decât $\sigma_{\text{adm}} = 148.89 \text{ N/mm}^2$, astfel încadrându-se în limitele standardului de referință, în acest caz standardul API Spec. 7K (Fig. 2.6).

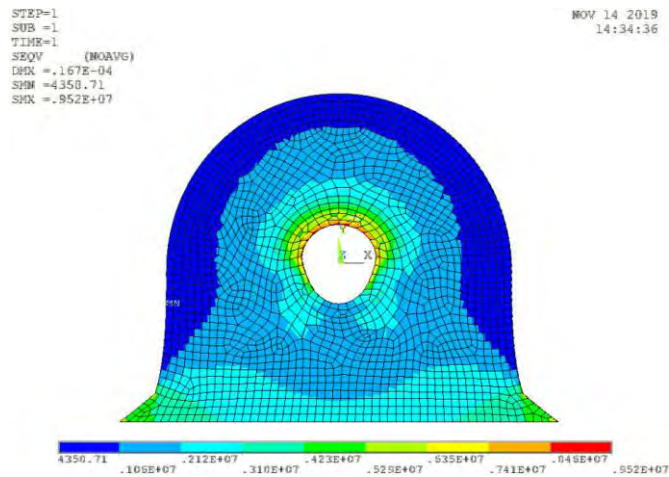


Fig.2.6. Perete lateral carcasă – eforturi maxime.

Deși valoarea rezultată $\sigma_{\text{effFEA}} = 9.52 \text{ N/mm}^2$ este mult mai mică decât limita admisibilă, grosimea adoptată $t_c = 55 \text{ mm}$ pentru peretele lateral este impusă din punct de vedere constructiv pentru asigurarea unei rigidități a întregului ansamblu în timpul funcționării și al transportului.

C Calculul de rezistență (FEA) al batiului/ structura de bază a trolului de foraj.

Pentru batiu se consideră același material ca și pentru pereții laterali ai carcasei trolului de foraj, respectiv S355J2.

În urma analizei statice cu element finit a batiului, s-au obținut următoarele deformații și eforturi unitare maxime:

- săgeata maximă obținută, $f = 4.948 \text{ mm}$, rezultat acceptabil (Fig.2.7).

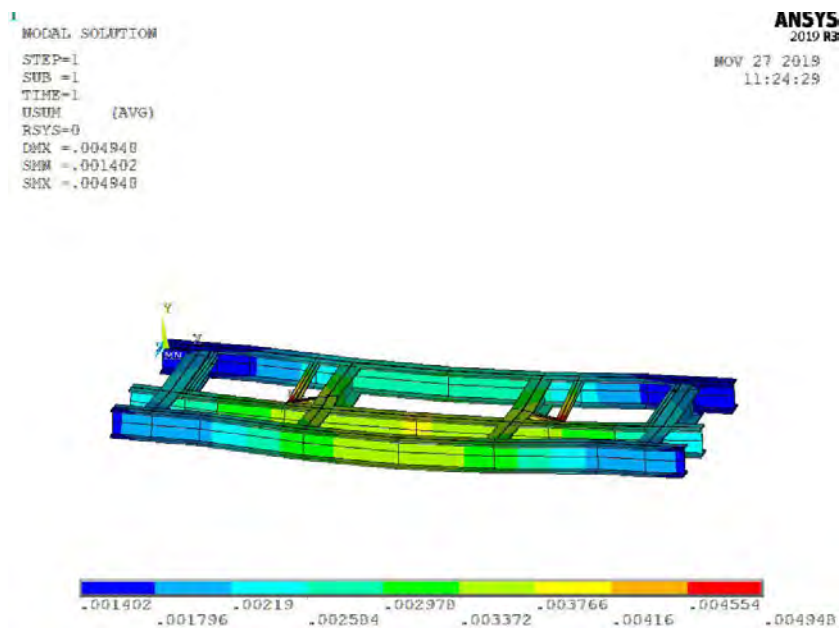


Fig. 2.7. Batiu (vedere 3D) – săgeata maximă.

- efortul maxim obținut este $\sigma_{\text{effFEA}} = 36.6 \text{ N/mm}^2$, mai mic decât $\sigma_{\text{adm}} = 153.33 \text{ N/mm}^2$, astfel încadrându-se în limitele standardului de referință, în acest caz standardul API Spec. 7K (Fig. 2.8).

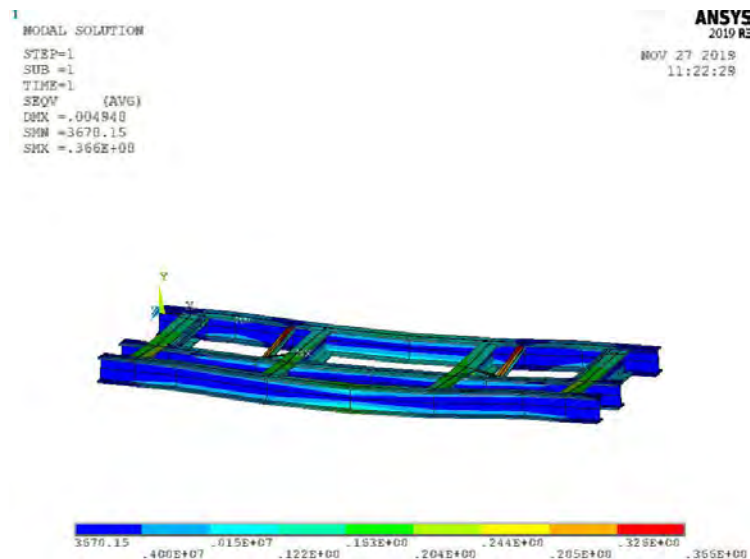


Fig. 2.8. Batiu (vedere 3D) – eforturi maxime.

În concluzie, analiza cu element finit (FEA) a arătat, în primul rând, că valoarea maximă a efortului din secțiunile elementelor este mai mică decât rezistența admisibilă a materialului respectiv. De asemenea, în urma verificării rigidității, săgeata maximă și rotirea maximă a elementelor supuse analizei se încadrează în limitele admise. Se poate aprecia astfel că troliul de foraj este dimensionat corect și rezistă la solicitările din timpul exploatarei. Rezultatele calculului sunt comparabile cu rezultatele calculului analitic elaborat în etapa anterioară a proiectului.

În al doilea rând, utilizarea analizei cu element finit în scopul determinării stării de eforturi și deplasări în arborele tobei de manevră și în carcasa troliului de foraj conduce la efectuarea unui calcul într-un mod mai riguros și conform cerințelor standardului API Spec. 7K.

"Sistem de recuperare energie – Regenerative Braking Systems aferent troliului de 454 tf (sarcină la cârlig)" - Obiectivul acestei etape de execuție a proiectului l-a constituit modul de recuperare a energiei în timpul funcționării troliului de foraj cu sarcina maximă de 454 tf (la cârlig).

În stadiul actual (din analiza schemelor cinematice clasice ale instalațiilor de foraj și/ sau intervenție) transmiterea mișcării de la motoarele de acționare la troliul de foraj se face printr-un lanț cinematic constituit din **transmisii mecanice** (roți de lanț, curele trapezoidale, axe cardanice etc.) **care înregistrează o uzură rapidă și diminuează foarte mult randamentul total al instalației de foraj.**

De aceea, pentru troliul de foraj se **impune renunțarea la acest sistem centralizat** de acționare a echipamentelor instalațiilor de foraj și/ sau intervenție (acolo unde este posibil) **și introducerea unui sistem descentralizat** cu posibilitatea acționării independente a echipamentelor din cadrul instalației de foraj, cu utilizare de angrenaje la antrenarea sa și integrarea unui sistem de recuperare energie – Regenerative Braking System.

Pentru a recupera energie utilizând troliul de foraj propus, s-au analizat 2 (două) soluții:

- **cu inverter dacă energia recuperată este returnată în rețea;**
- **cu convertizor dacă energia recuperată este depozitată într-o baterie de supercapacitori.**

Pentru aceasta, s-a ținut cont că în cadrul lucrului cu o instalație de foraj există două tipuri de sarcini:

1) Sarcina maximă de lucru la cârlig, $Q_{max} = 454 \text{ mT}$ – aceasta definește tipul instalației de foraj, respectiv al troliului de foraj. Aceasta este sarcina pentru manipularea celei mai grele garnituri de tubaj, iar lungimea (înălțimea) maximă pentru un burlan (folosit la tubaj) este de aproximativ 9 m.

2) Sarcina normală de lucru la cârlig, $Q_n = 200 \text{ mT}$ – aceasta definește capacitatea substructurii, respectiv a pașilor de prăjini ce pot fi depozitați la podul sondei. Aceasta este sarcina pentru manipularea celei mai grele garnituri de foraj, iar lungimea (înălțimea) maximă pentru un pas este de 27 m.

Pentru a recupera energie, trebuie să avem la motoare momente și turații mari. Ideal, aceste valori se obțin pentru sarcina maximă de lucru la cârlig, dar datorită faptului că această sarcină la cârligul macaralei este

- Primul cadran reprezintă operațiunile de ridicare ale garniturii de foraj/ coloană de burlane. Trolul de foraj trage din pene garnitura de foraj/ coloana de burlane, perioadă în care se utilizează energia maximă necesară la macaraua cârlig pentru accelerarea și ridicarea garniturii de foraj/ coloana de burlane în procesul de ridicare. Trolul de foraj cu antrenare prin angrenaje sau cu lanț funcționează în esență în același mod în acest cadran.

- Al doilea cadran reprezintă sfârșitul ciclului de ridicare. Motorul de acționare realizează o frânare acționând ca un generator pentru decelerarea și oprirea garniturii de foraj/ coloana de burlane. Nu este necesară o frână mecanică pentru a frâna impulsul ascendent, așa cum este necesar în configurația de acționare cu lanț a trolului de foraj.

- În cel de-al treilea cadran, puterea este aplicată motoarelor de acționare în timpul coborârii, accelerând sarcina atâta timp cât garnitura de foraj/ coloana de burlane este supusă unui efort de tracțiune. Puterea aplicată într-o manieră de comandă controlată economisește timp, în special la sarcini la cârlig reduse și când macaraua cârlig este goală. Gravitația care acționează asupra macaralei cârlig goale trebuie să depășească momentele inerțiale de masă ale tobei de manevră a trolului de foraj și ale cablului de foraj înfășurat peste rolele macaralei cârlig și ale geamblacului la trolurile de foraj convenționale.

- În cel de-al patrulea cadran, frânarea în timpul coborârii, combinația de frânare dinamică și frânare regenerativă cu motoarele de acționare este aplicată în intervalul optim necesar sistemului de comandă. Frâna mecanică este utilizată numai pentru parcare sau ca frână de siguranță. Pentru a recupera energie, trebuie să avem la motoare momente și turații mari. Ideal, aceste valori se obțin pentru sarcina maximă de lucru la cârlig, dar datorită faptului că această sarcină la cârligul macaralei este posibilă doar pe o înălțime de 9 m (și în ultima parte a tubajului) și se realizează la viteze foarte mici (pentru a nu surpa peretele sondei) este neglijabilă recuperarea energiei în timpul lucrului cu sarcina maximă de lucru la cârlig. Astfel, recuperarea energiei se poate recupera doar în timpul lucrului cu sarcina normală la cârlig – în special la schimbarea sapei de foraj când se reintroduce garnitura de foraj până la adâncimea de foraj – și în timpul coborârii macaralei cârlig de la nivelul podului podar la nivelul sondei pentru a relua un pas și al depozita la nivelul podului podar.

În varianta de acționare cu invertor, pașii care trebuie urmați sunt următorii:

- alegerea capacității invertorului;
- evaluarea pornirii;
- evaluare pentru funcționare la viteză mică; evaluare pentru funcționare la viteză mare;
- evaluarea accelerării (calculul cuplului de accelerare);
- evaluarea decelerării (calculul cuplului de decelerare);

Urmând acești pași, în cadrul studiului au fost parcurse următoarele etape:

- a) a fost aleasă capacitatea motorului, cel puțin egală cu puterea necesară pentru operațiunea aleasă. În funcție de această capacitate a motorului a fost aleasă capacitatea invertorului, respectiv **450kW**.
- b) a fost evaluat cuplul/ momentul pentru pornire, care trebuie să fie mai mare decât cuplul de pornire al sarcinii și s-a evaluat funcționarea la viteză mică, respectiv funcționarea la viteză mare.

Funcționarea la viteză mică este disponibilă atunci când cuplul de ieșire al motorului (cuplul maxim de scurtă durată) este mai mare decât cuplul de încărcare în timpul funcționării cu viteză mică pentru o frecvență mai mică de 20 Hz.

Funcționarea la viteză mare este disponibilă atunci când cuplul de ieșire al motorului (cuplul maxim de scurtă durată) este mai mare decât cuplul maxim de încărcare în timpul funcționării cu viteză mare pentru o frecvență cel puțin egală cu 20 Hz.

- c) a fost evaluată funcția de accelerare (calculul cuplului de accelerare) și a fost calculat cuplul de accelerație aplicat motorului în fiecare bloc de operare atât la ridicare cât și la coborare.

Condiția care trebuie îndeplinită este ca cuplul de ieșire al motorului în timpul accelerării să fie mai mare decât cuplul de accelerare total - condiție îndeplinită.

- d) similar, a fost evaluată funcția de decelerare (calculul cuplului de decelerare) și s-a constatat că este îndeplinită condiția ca cuplul de ieșire al motorului în timpul decelerării să fie mai mare decât cuplul de decelerare total.
- e) S-a calculat puterea regenerativă pe modelul de funcționare din Figura 2.11, în fiecare bloc de operare. În Figura 2.12 este indicată diagrama de putere funcție de frecvență, iar timpii ($t_1 \dots t_9$) pe fiecare operație. Interpretând diagrama din Figura 2.11, aceasta arată că este posibilă recuperarea energiei și returnarea acesteia în rețea.

- f) a fost calculată temperatura motorului și inverterului
- g) a fost verificat releul termic (dacă perioada de timp din fiecare bloc de funcționare este mai scurtă decât timpul de funcționare a releului termic) – releul funcționează normal.

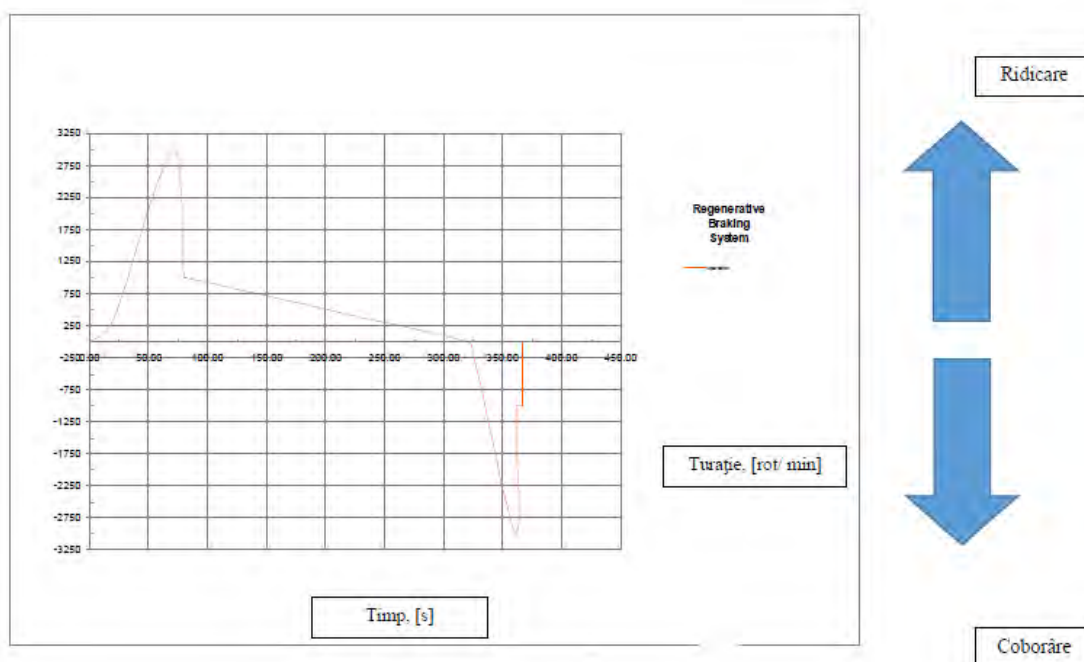


Figura 2.11. Model de funcționare pentru sarcina normală de lucru la cârlig.

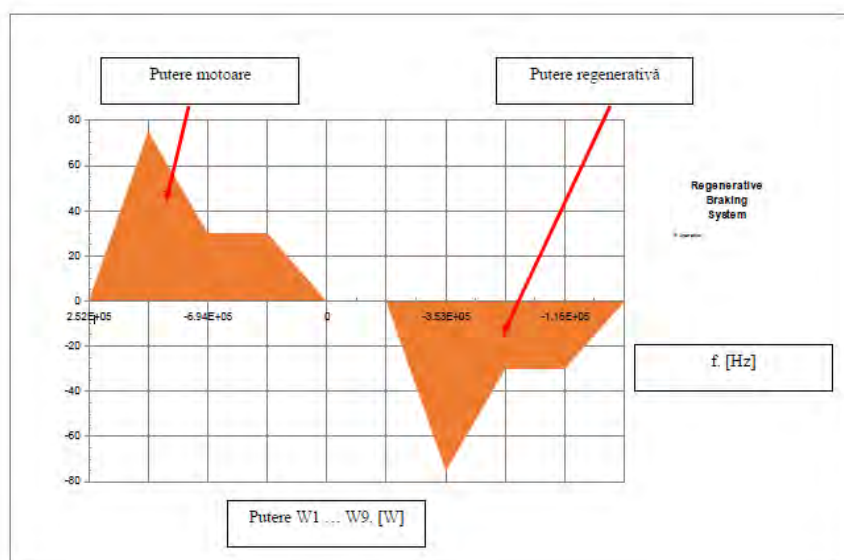


Figura 2.12. Diagrama de putere funcție de frecvență.

Concluzionand, alegând un inverter cu o capacitate de 450 kW este posibilă returnarea energiei în rețea. Analizând Figura 2.11 și Figura 2.12 (zona de putere regenerativă), recuperarea energiei se poate realiza doar în timpul lucrului cu sarcina normală la cârlig – în special la schimbarea sapei de foraj când se reintroduce garnitura

de foraj până la adâncimea de foraj – și în timpul coborârii macaralei cârlig de la nivelul podului podar la nivelul podului sondei pentru a lua un pas și a-l depozita la nivelul podului podar.

În varianta de acționare cu convertizor, s-a procedat în felul următor:

Energia disponibilă pentru recuperare este dedusă din analiza cinematică a sistemului de manevră al instalației, care analizează dinamica procesului de foraj prin integrarea în timp, pentru un ciclu de frânare.

Pentru conectarea supercapacitorilor cu inverterul se folosește un convertor bidirecțional, care va funcționa astfel:

- Pe parcursul frânării trolului de foraj va prelua energie de la inverter spre supercapacitori, dacă tensiunea crește peste un nivel de maxim, în acest mod va prelua doar surplusul de energie;

- Pe parcursul demarajului va debita energie preluată din supercapacitori spre inverter pentru a menține tensiunea continuă la nivelul tensiunii minime – astfel va prelua vârful de sarcină.

Convertorul trebuie să fie o variantă agreată de producătorul inverterului, pentru că acesta trebuie să aibă comenzile integrate cu acesta.

Convertizorul recomandat este SINAMICS G150 Unitate de convertizor static, CA/ CA cu CIM+CU320-2 660-690V 3AC, 50/ 60 Hz. Putere nominală: 1000 kW, include filtru EMC

Secvența de lucru în acest caz este:

- trolul de foraj demarează cu energie de la rețea și bateria de supercapacitori furnizează energie (dacă are), deci rămâne descărcată;

- trolul de foraj frânează, iar pe perioada frânării bateria de supercapacitori se încarcă;

- ciclul se reia; la sfârșitul zilei bateria de supercapacitori rămâne încărcată;

- dimensionarea bateriei de supercapacitori a considerat cazul celei mai mari sarcini la cârlig, astfel încât toată energia disponibilă la frânarea recuperativă să poată fi preluată de supercapacitori;

- pentru a realiza frânare și în cazul în care apare o eroare la echipamentele de supercapacitori, trolul de foraj este echipat, pe lângă frâna auxiliară, și cu o frână cu calipere (de serviciu și de urgență).

Astfel, se poate concluziona că și în varianta de acționare cu convertizor este posibilă recuperarea energiei.

Calculul de verificare prin metoda analizei cu element finit a structurii de rezistență a instalației de foraj FG40, proiectarea capului de foraj și executarea instalației de acționare hidraulică pentru instalația de foraj FG40"

Obiectivele acestei faze au fost:

- Analiza cu Element Finit FEA (Finite Element Analysis) a structurii de rezistență a instalației de foraj FG40;

- Documentație de Execuție DE a subansamblului cap de foraj;

- Execuție părți instalație de acționare hidraulică pentru instalația de foraj FG40;

I. Analiza cu Element Finit FEA (Finite Element Analysis) a structurii de rezistență a instalației de foraj FG40

În scopul dimensionării de proiectare a structurii de rezistență a instalației de foraj FG40, compusă din mast, capră mast și suport de bază, s-a verificat rezistența acesteia prin metoda **Analizei statice cu element finit**.

S-a analizat 1 combinație de încărcări elementare:

- C1, Combinația de încărcări fiind rezultată din Greutatea proprie a structurii+ Sarcina maximă la cârlig $F_c=1845$ daN după direcția (+) a axei Y+ Momentul reactiv al capului de foraj asupra mastului $M= 16120$ daN*cm, după direcția (-) a axei Y;

Etapele de calcul cu analiza statică cu element finit a structurii de rezistență FG40, folosind programul specializat MSC Visual Nastran for Windows 2003, au fost:

- a. Alegerea setului de unități de măsură folosit;

- b. Alegerea proprietăților de material;

- c. Modelarea geometrică a structurii de rezistență;

- d. Modelarea cu element finit a structurii de rezistență;

- e. Introducerea rezemării structurii de rezistență;

- f. Introducerea încărcărilor elementare și stabilirea combinațiilor de încărcări;

- g. Realizarea analizei statice cu element finit;

- h. Obținerea rezultatelor analizei statice cu element finit și anume a deformațiilor maxime și a eforturilor unitare maxime, pe combinații de încărcări, interpretarea rezultatelor;

- i. Obținerea reacțiunilor pentru structura calculată;

-j. Concluzii la analiza cu element finit a structurii de rezistență.

În urma analizei statice liniare cu element finit a structurii de rezistență FG40, s-au obținut urătoarele eforturile unitare maxime rezultante pentru combinația de încărcări C1:

1. Pentru elementele tip grindă-BEAM, Cel mai mare efort unitar de compresiune pe fibra comprimată a elementelor $\sigma_{\text{rezult_compresiune}} = -817,3 \text{ daN/cm}^2$, în barele pătrate $6 \times 6 \times 0,4 \text{ cm}$, lateral stg. suportul de bază, El.nr. 150

-Materialul este E315 și $\sigma_{\text{rezult_compresiune}} = 817,3 \text{ daN/cm}^2 < \sigma_{\text{admisibil_PT}} = 1950 \text{ daN/cm}^2$

-Se obține coeficientul de siguranță efectiv $Ce_{\text{PT}} = \sigma_{\text{curgere}} / \sigma_{\text{rezult_compresiune}} = 3150 / 817,3 = 3,85 >$ Coeficientul de siguranță recomandat de STAS 1909-89 $Cr_{\text{PT}} = \sigma_{\text{curgere}} / \sigma_{\text{admisibil_PT}} = 3150 / 1950 = 1,6$, deci structura FG40 rezista pentru combinația de încărcări C1;

2. Pentru elementele tip grindă-BEAM, Cel mai mare efort unitar de întindere pe fibra întinsă a elementelor $\sigma_{\text{rezult_întindere}} = +833,6 \text{ daN/cm}^2$, în barele pătrate $6 \times 6 \times 0,4 \text{ cm}$, lateral stg suport bază, El. nr. 150.

-Materialul este E315 și $\sigma_{\text{rezult_întindere}} = 833,6 \text{ daN/cm}^2 < \sigma_{\text{admisibil_PT}} = 1950 \text{ daN/cm}^2$

-Se obține coeficientul de siguranță efectiv $Ce_{\text{PT}} = \sigma_{\text{curgere}} / \sigma_{\text{rezult_întindere}} = 3150 / 833,6 = 3,77 >$ Coeficientul de siguranță recomandat de STAS 1909-89 $Cr_{\text{PT}} = \sigma_{\text{curgere}} / \sigma_{\text{admisibil_PT}} = 3150 / 1950 = 1,6$, deci structura FG40 rezista pentru combinația de încărcări C1;

3. Pentru elementele tip înveliș-SHELL, Rezultanta eforturilor unitare în elemente, $\sigma_{\text{VonMises}} = 628,6 \text{ daN/cm}^2$, în plăcile de fixare ale mastului de capra mast.

-Materialul este S355JR și $\sigma_{\text{VonMises}} = 628,6 \text{ daN/cm}^2 < \sigma_{\text{admisibil_PT}} = 2600 \text{ daN/cm}^2$

-Se obține coeficientul de siguranță efectiv $Ce_{\text{PT}} = \sigma_{\text{curgere}} / \sigma_{\text{VonMises}} = 3550 / 628,7 = 5,64 >$ Coeficientul de siguranță recomandat de STAS 1909-89 $Cr_{\text{PT}} = \sigma_{\text{curgere}} / \sigma_{\text{admisibil}} = 3550 / 2600 = 1.36$, deci structura FG40 rezista pentru combinația de încărcări C1

Pentru aceste eforturi unitare rezultante maxime obținute în urma analizei statice cu element finit a combinației C1 pentru structura de rezistență FG40, sunt îndeplinite condițiile de rezistență impuse în conformitate cu STAS 1909-89 [17] (Turle și masturi pentru foraj și intervenție, prescripții și calcul de proiectare), ceea ce arată că structura FG40 rezistă la încărcările statice la care a fost supusă, și că a fost judicios proiectată și dimensionată.

S-a realizat și analiza dinamică cu element finit a instalației de foraj FG40, la încărcarea încărcarea dinamică de smulgerea a garniturii de prăjini de foraj din prinderea sapei în puțul forat, efectuându-se pentru aceasta următoarele tipuri de analiză dinamică cu element finit:

a. Calcularea modurilor proprii de vibrație și a frecvenței proprii ale structurilor de rezistență;

b. Analiza Dinamică cu răspuns în Timp, care are submetodele:

b1. Analiza Dinamică Directă cu răspuns în Timp;

b2. Analiza Dinamică Modală cu răspuns în Timp;

c. Analiza Dinamică cu răspuns în Frecvență, care are submetodele:

c1. Analiza Dinamică Directă cu răspuns în Frecvență;

c2. Analiza Dinamică Modală cu răspuns în Frecvență.

a. Calcularea modurilor proprii de vibrație și a frecvenței proprii ale structurilor de rezistență

Orice Analiză Dinamică cu element Finit începe cu o analiză de Moduri Proprii și Frecvențe proprii, deoarece acestea se vor folosi în continuare ca date de intrare pentru celelalte metode de analiza dinamică.

Pentru structura FG40 s-au calculat primele 10 moduri proprii și frecvențe proprii de vibrație.

b. Analiza Dinamică cu răspuns în Timp:

b1. Analiza Dinamică Directă cu Răspuns în Timp

În urma analizei directe cu răspuns în timp se obțin ca date de ieșire ale analizei, sub formă grafică, deplasările pentru nodurile structurii funcție de timp, și eforturile maxime de compresiune de pe fibrele comprimate ale elementelor, tot funcție de timp.

După efectuarea analizei dinamice directe cu răspuns în timp s-au studiat graficele:

-a. *Graficul Deformațiilor funcție de timp* în nodurile relevante de la vârful mastului (Nd. 3986, 3975). Se comandă programului FEA să facă un grafic Deplasare= F(timp) din meniul: (View / Select_XY vs. Set Value / XY Data) pentru nodurile reprezentative de la vârful mastului (Nd. 3986 3975).

S-au obținut deplasările cele mai mari $D_{\text{dinamic}}=0.846$ cm la momentul de timp $t=0.39$ sec setul de valori 27. Sa obținut un coeficient dinamic de majorare a deplasărilor $C_d=D_{\text{dinamic}}/D_{\text{static}}=0.846\text{cm} / 0.59\text{cm}=1.43$.

S-a prezentat Planșa cu deplasările dinamice ale structurii FG40 la momentul de încărcare maximă $t=0.39$ sec, deplasarea maxima este $D_{\text{max}}=0,846\text{cm}$ în Nd. Nr 3987 de la vârful mastului.

-b.*Graficul Tensiunilor de compresiune* cele mai mari de pe fibrele comprimate ale elementelor, funcție de timp, pentru elementele relevante (El. 129, 130, barele $6\times 6\times 0,4\text{cm}$, suport baza stg.). Se comandă programului FEA să facă un grafic Eforturi Unitare= $F(\text{timp})$ (View / Select_XY vs. Set Value / XY Data) pentru aceste elemente relevante.

Se obțin maximul Tensiunilor de compresiune cele mai mari de pe fibrele comprimate ale elementelor= -1078 daN/cm² în elementul 130 la momentul $t=0.39$ sec, setul de valori 27. Se obține un coeficient dinamic de majorare a eforturilor unitare $C_{eu}=E_{\text{fort_unitar_dinamic}}/E_{\text{fort_unitar_static}}=1078/817,3=1.31$

S-a prezentat Planșa cu Tensiunile de compresiune cele mai mari de pe fibrele comprimate ale elementelor la momentul de încărcare maximă $t=0.39\text{sec}$, setul de valori 27 în elementul nr. 130, grinda parată $6\times 0,4\text{cm}$, suport bază, lateral stg.

Concluzii la analiza dinamică directă cu răspuns în timp sunt:

S-au confirmat previziunile teoretice, se produce transferul dintre energia potențială a elementelor elastice a sistemului (caracterizate de moduri proprii și frecvențe proprii de vibrație), cu energia cinetică a maselor în mișcare, rezultând o creștere semnificativa a încărcărilor (a rezultat un coeficient dinamic de majorare a deplasărilor $C_d=1.43$ și un coeficient dinamic de majorare a eforturilor unitare de compresiune $C_{eu}=1.31$), fapt care arată importanța considerării efectelor dinamice din timpul forajului la proiectarea, calculul și expertizarea tehnică a instalațiilor de foraj.

b2.Analiza Dinamică Modală cu Răspuns în Timp

În urma analizei modale cu răspuns în timp se obțin ca date de ieșire ale analizei, sub formă grafică, deplasările pentru nodurile structurii funcție de timp, și eforturile maxime de compresiune de pe fibrele comprimate ale elementelor, tot funcție de timp.

După efectuarea analizei dinamice modale cu răspuns în timp se studiază graficele:

-a.*Graficul Deformațiilor funcție de timp* în nodurile relevante de la vârful mastului (Nd. 3976, 3984, 3987). Se comandă programului FEA să facă un grafic Deplasare= $F(\text{timp})$ (View / Select_XY vs. Set Value / XY Data) pentru nodurile reprezentative de la vârful mastului (Nd. 3986, 3975) (Fig.2.58)

Se obțin deplasările cele mai mari $D_{\text{dinamic}}=0.821$ cm la momentul de timp $t=0.39$ sec, setul de valori 27. Se obține un coeficient dinamic de majorare a deplasărilor $C_d=D_{\text{dinamic}}/D_{\text{static}}=0.821\text{cm} / 0.475\text{cm}= 1,72$

Este prezentată în Fig.2.60, Planșa cu deplasările structurii la momentul de încărcare maximă $t=0.39$ sec, setul de valori 27.

-b.*Graficul Tensiunilor de compresiune* cele mai mari de pe fibrele comprimate ale elementelor, funcție de timp, pentru elementele relevante (El. 129, 130, barele $6\times 6\times 0,4\text{cm}$, suport baza stg.). Se comandă programului FEA să facă un grafic Eforturi Unitare= $F(\text{timp})$ (View / Select_XY vs. Set Value / XY Data) pentru aceste elemente relevante.(Fig.2.59)

Se obțin maximul Tensiunilor de compresiune cele mai mari de pe fibrele comprimate ale elementelor= $-1090,94$ daN/cm² în elementul 129 la momentul $t=0.39\text{sec}$, setul de valori 27. Se obține un coeficient dinamic de majorare a eforturilor unitare $C_{eu}=E_{\text{fort_unitar_dinamic}}/E_{\text{fort_unitar_static}}=1090,94/700,8=1.55$

S-a prezentat Planșa cu Tensiunile de compresiune cele mai mari de pe fibrele comprimate ale elementelor la momentul de încărcare maximă $t=0.39$ sec, setul de valori 27.

Concluzii la analiza dinamica modală cu răspuns în timp pentru structura de rezistență FG40:

Se confirmă previziunile teoretice, se produce transferul dintre energia potențială a elementelor elastice a sistemului (caracterizate de moduri proprii și frecvențe proprii de vibrație), cu energia cinetică a maselor în mișcare, rezultând o creștere semnificativa a încărcărilor (a rezultat un coeficient dinamic de majorare a deplasărilor $C_d=1.72$ și un coeficient dinamic de majorare a eforturilor unitare de compresiune $C_{eu}=1.55$), fapt care arată importanța considerării efectelor dinamice din timpul forajului la proiectarea, calculul și expertizarea tehnică a instalațiilor de foraj. Amortizarea structurii, a fost la analiza modală tranzientă, funcție de frecvențele proprii, obținându-se astfel un răspuns dinamic mai corect.

c. Analiza Dinamică cu răspuns în Frecvență:

c1. Analiza Dinamică Directă cu Răspuns în Frecvență

Scopul analizei dinamice directe cu răspuns în frecvență este acela de stabilire a frecvențelor periculoase de rezonanță, situația în care poate apărea un răspuns dramatic produs de perturbațiile dinamice date de sarcina la cârlig. Aceste frecvențe de rezonanță se caută într-un interval de frecvențe de [1..230Hz], acoperitor față de frecvențele proprii ale structurii FG40, interval care în cazul analizei directe este parcurs pas cu pas cu increment de frecvență $\Delta F=1\text{Hz}$.

În urma analizei dinamice directe cu răspuns în frecvență s-a obținut graficul deformațiilor pentru nodurile de la vârful mastului FG40, funcție de frecvențele posibile de rezonanță, având ca perturbație sarcina la cârlig. Intervalul de studiu de frecvențe [0...230Hz] a fost parcurs DIRECT cu un increment de frecvență $\Delta F=1\text{ Hz}$. Frecvențele și perioadele de rezonanță obținute în urma analizei sunt:

$F_1=11\text{ Hz}$ $T_1=0,09\text{ sec}$;

$F_2=53\text{ Hz}$ $T_2=0,018\text{ sec}$;

Concluzii la analiză dinamică directă cu răspuns în frecvență a structurii de rezistență FG40: poate apărea un răspuns dramatic de amplitudine mărită asupra structurii FG40 dacă sarcina la cârlig F_c variază brusc într-un ciclu de oscilație cu aceste frecvențe de rezonanță depistate.

Smulgerea garniturii de prăjini din prinderea la sapă nu prezintă pericolul de rezonanță, deoarece, în acest caz, factorul perturbator are frecvența $F_p=0.34\text{ Hz}$ și perioada factorului perturbator este $T_p=2.94\text{ sec}$.

c2. Analiza Dinamică Modală cu Răspuns în Frecvență

Scopul analizei dinamice modale cu răspuns în frecvență este de a găsi frecvențele periculoase de rezonanță unde poate apărea un răspuns dramatic amplificat obținut în urma perturbațiilor dinamice constituite de sarcina la cârlig. În cadrul analizei dinamice modale se execută mai întâi o analiză de moduri proprii și apoi se face o restartare a programului pentru a folosi frecvențele proprii în cadrul analizei dinamice.

În urma analizei dinamice modale cu răspuns în frecvență se obține graficul deformațiilor pentru nodurile de la vârful mastului FG40 (nodurile nr. 3987, 3975), funcție de frecvențele posibile de rezonanță, având ca perturbație sarcina la cârlig. Intervalul de studiu de frecvențe a fost realizat față de frecvențele proprii pivot pentru care s-a realizat câte o bandă de frecvență stânga-dreapta de intrare față de care se studiază rezonanța răspunsului. Avem de a face astfel cu o analiză mult mai eficientă în domeniul frecvenței pentru depistarea frecvențelor periculoase de rezonanță.

Frecvențele de rezonanță sunt:

$F_1=53\text{ Hz}$ $T_2=0,018\text{ sec}$;

$F_2=105\text{ Hz}$ $T_3=0,0095\text{ sec}$;

$F_3=140\text{ Hz}$ $T_4=0,0071\text{ sec}$.

Concluzii la analiza dinamică modală cu răspuns în frecvență a structurii de rezistență FG40: poate apărea un răspuns dramatic de amplitudine mărită asupra structurii FG40 dacă sarcina la cârlig F_c variază brusc într-un ciclu de oscilație cu aceste frecvențe de rezonanță depistate ($F_1=53\text{ Hz}$, $F_2=105\text{ Hz}$, $F_3=140\text{ Hz}$).

Smulgerea garniturii de prăjini din prinderea la sapă nu prezintă pericolul de rezonanță, deoarece, în acest caz, factorul perturbator are frecvența $F_p=0.34\text{ Hz}$ și perioada factorului perturbator este $T_p=2.94\text{ sec}$.

II. Documentația de Execuție DE pentru proiectarea capului de foraj FG40

A fost proiectat *capul de foraj* al instalației de foraj FG40 care realizează următoarele funcții:

- Rotirea și transmiterea momentului la garnitura de prăjini de foraj;
- Manevrarea secvențială pe verticală a garniturii de prăjini de foraj (introducere / scoatere pas cu pas, a unui pas de prăjină din garnitura de prăjini de foraj), prin intermediul mecanismului de avans și apăsare al mastului;
- Suspendarea garniturii de prăjini de foraj, prin intermediul mecanismului de avans și apăsare al mastului;
- Apăsarea pe sapă, prin intermediul mecanismului de avans și apăsare al mastului;
- Injectarea de fluid de foraj sub presiune în interiorul garniturii de prăjini de foraj,

Pentru Capul de foraj FG40 au fost proiectate următoarele subansamble componente:

- Cărucior cap foraj FG40;
- Motor hidraulic rotativ lent;
- Lăgăruire cap foraj FG40;
- Cap spălare FG40;

-Dispozitiv antirotație cap spălare.

Subansamblul „Cărucior cap foraj FG40” permite culisarea verticală a capului de foraj pe mastul FG40 prin intermediul unor role de ghidaj transversale și longitudinale care rulează pe șina de ghidaj a mastului, mișcarea verticală sus/jos fiind realizată prin intermediul mecanismului de manevră și avans al mastului cu lanț cu role și palan mobil, acționat de un cilindru hidraulic. Jocul rolor de ghidare pe ghidajul mastului este reglabil prin intermediul unui mecanism cu ax excentric pentru fiecare rolă.

Pentru subansamblul „Cărucior cap foraj FAS150” au fost proiectate următoarele subansamble principale componente:

- Suport cărucior FG40;
- Ansamblu role longitudinale;
- Ansamblu rola transversala.

Lăgăruirea capului de foraj realizează preluarea sarcinii axiale datorită greutateii garniturii de prăjini de foraj și datorită forței de apăsare pe sapă. În acest fel , sarcinile axiale nu sunt preluate de motorul hidraulic rotativ lent a cărui durată de utilizare crește astfel. Canelura motorului hidraulic lent se mișcă axial liber în canelura arborelui lăgăruirii, se preia astfel decât moment de torsiune prin canelură.

Capul de spălare realizează injectarea fluidului de foraj în garnitura de prăjini de foraj concomitent cu rotirea garniturii de prăjini.

Este de tip "țeavă de spălare" cu alimentare mediană, de la instalațiile de foraj clasice, demontabil, prins cu 2 bolțuri $d=16\text{mm}$ de axul de ieșire a capului de foraj.

Etanșarea se face în poziție superioară și inferioară față de gaura de intrare fluid foraj cu un pachet de 2 garnituri speciale din cauciuc PN70A, sub formă trapez, cu dimensiunea $\varnothing 70 \times \varnothing 86 \times 12$, cu 2 inele de ungere de bronz între ele (în total 4 garnituri de etanșare și 4 inele ungere).

Dispozitivul antirotație cap spălare asigură prevenirea rotației corpului capului de spălare cuplat la furtunul de noroi, concomitent cu rotirea axului capului de spălare

III. Realizarea Modelului Funcțional MF al instalației de acționare hidraulică pentru instalația de foraj FG40

Pentru realizarea acestui rezultat preconizat al fazei, au fost îndeplinite următoarele sarcini:

- au fost prezentate componentele instalației de acționare hidraulică FG40 și anume: Grup modular presiune hidraulică FG40, Ansamblu conducta evacuare 1-1/4", Ansamblu admisie pompa 1-1/4", Ansamblu conducta filtru refulare.
- a fost prezentat desenul Schemei hidraulice FG40 (Fig.1) și tabelul său de componență și Desenele Instalației de acționare hidraulică FG40 (Fig.3), începând cu Planșa cu conexiunile hidraulice ale instalației de acționare hidraulică FG40 (Fig.2) și tabelul lor de componență.

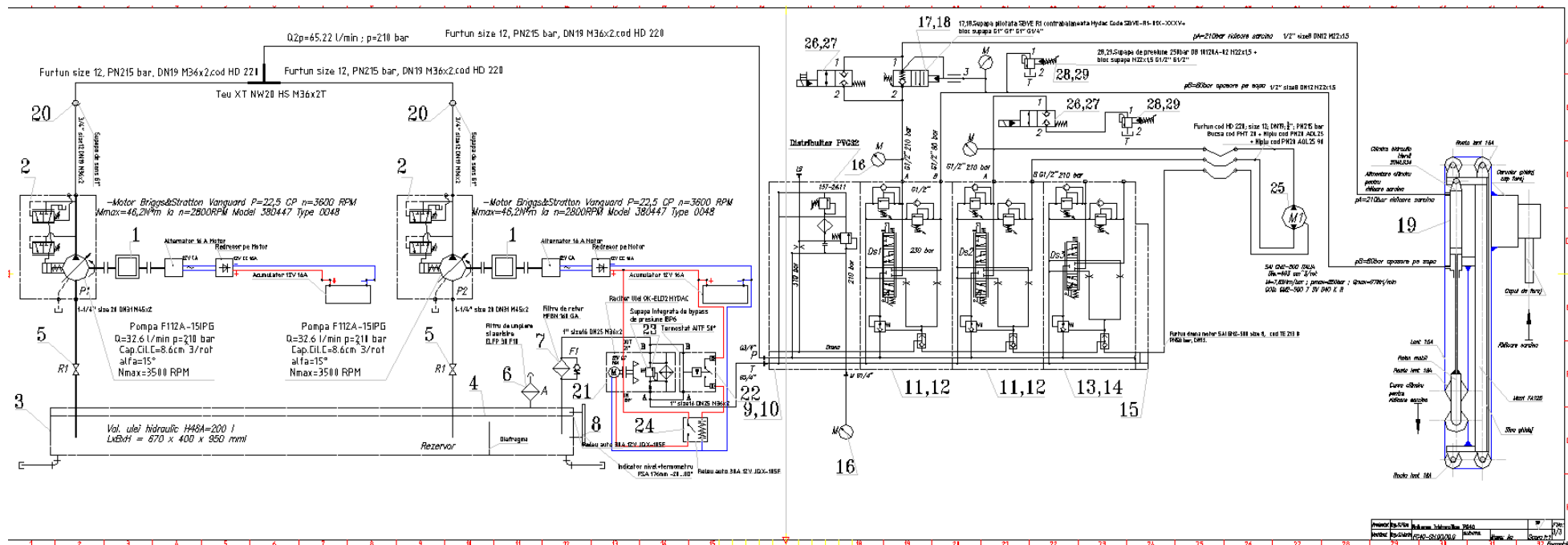
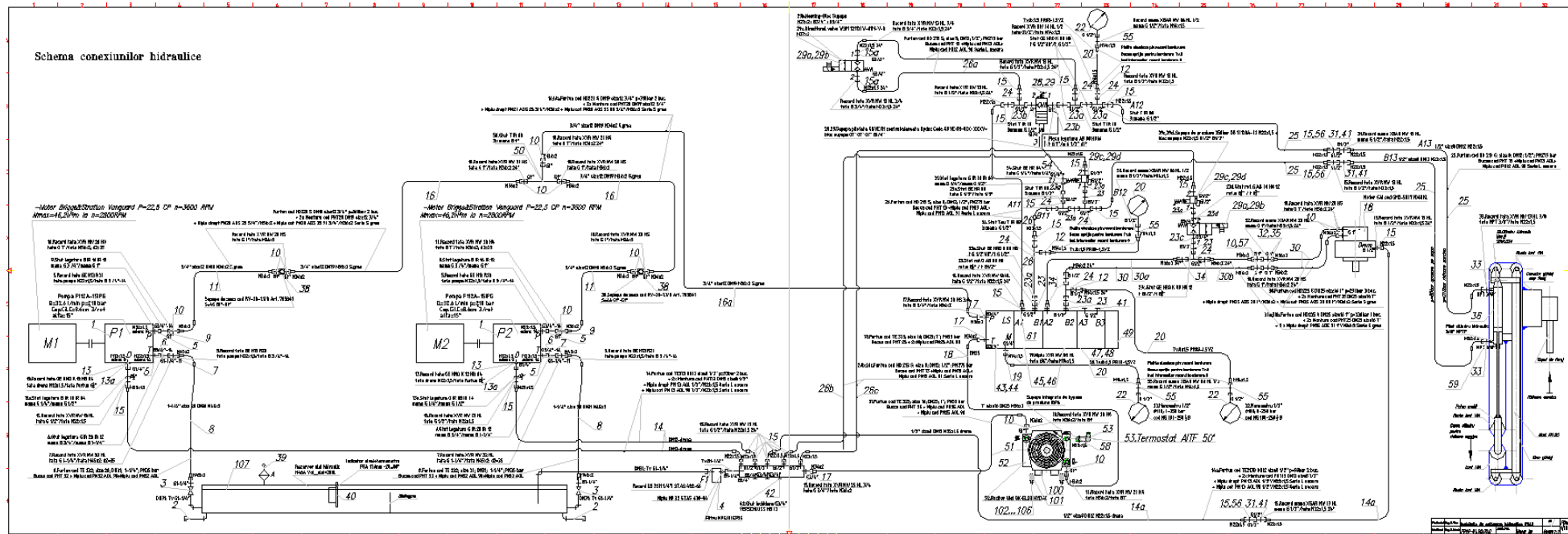


Fig.1. Schema hidraulică FG40



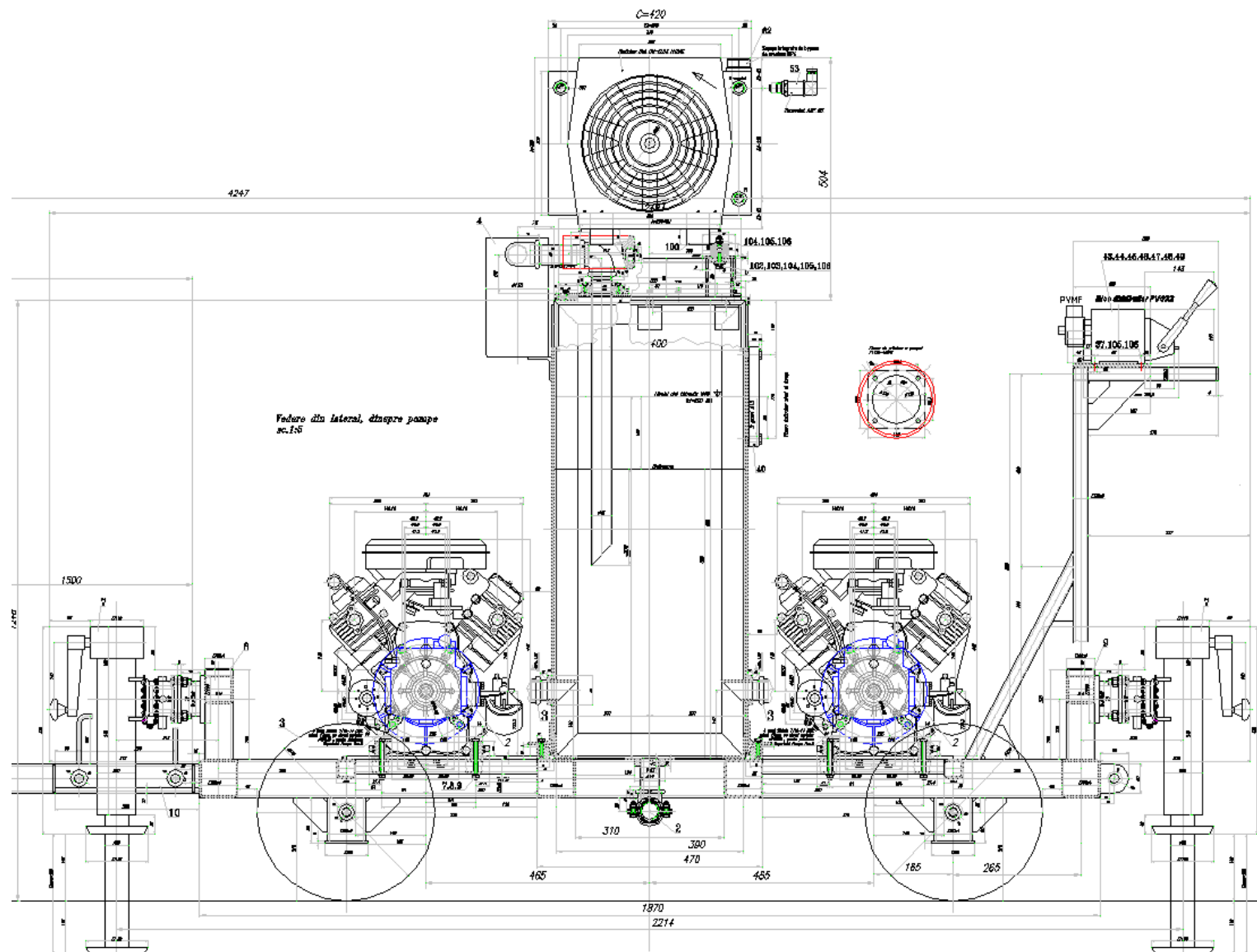


Fig.3. Desenul instalației de acționare hidraulică FG40, Grupul modular de presiune hidraulică FG40, vedere din lateral, dinspre pompe

- a fost prezentată planșa cu componentele furtunurilor hidraulice.
- a fost făcută descrierea instalației de acționare hidraulică FG40 cat si prezentate caracteristicile tehnice
- a fost fabricat și montat subansamblul „Grup modular presiune hidraulică”, a fost făcută prezentarea generală a acestuia cat si desenul acestui subansamblu si tabelul său de componență.
- au fost prezentate subansamblele componente ale subansamblului „Grup modular presiune hidraulică”, și anume: Grup motor-pompa hidraulică FG40, Șasiu grup presiune, Tren rulare grup presiune, Rezervor grup presiune, Suport bloc distribuitor, Suport radiator ulei hidraulic OK-ELD3.
- a fost fabricat și montat subansamblul ”Grup motor-pompa hidraulică FG40”, a fost făcută prezentarea generală a acestuia cat si desenul acestui subansamblu și tabelul său de componență.

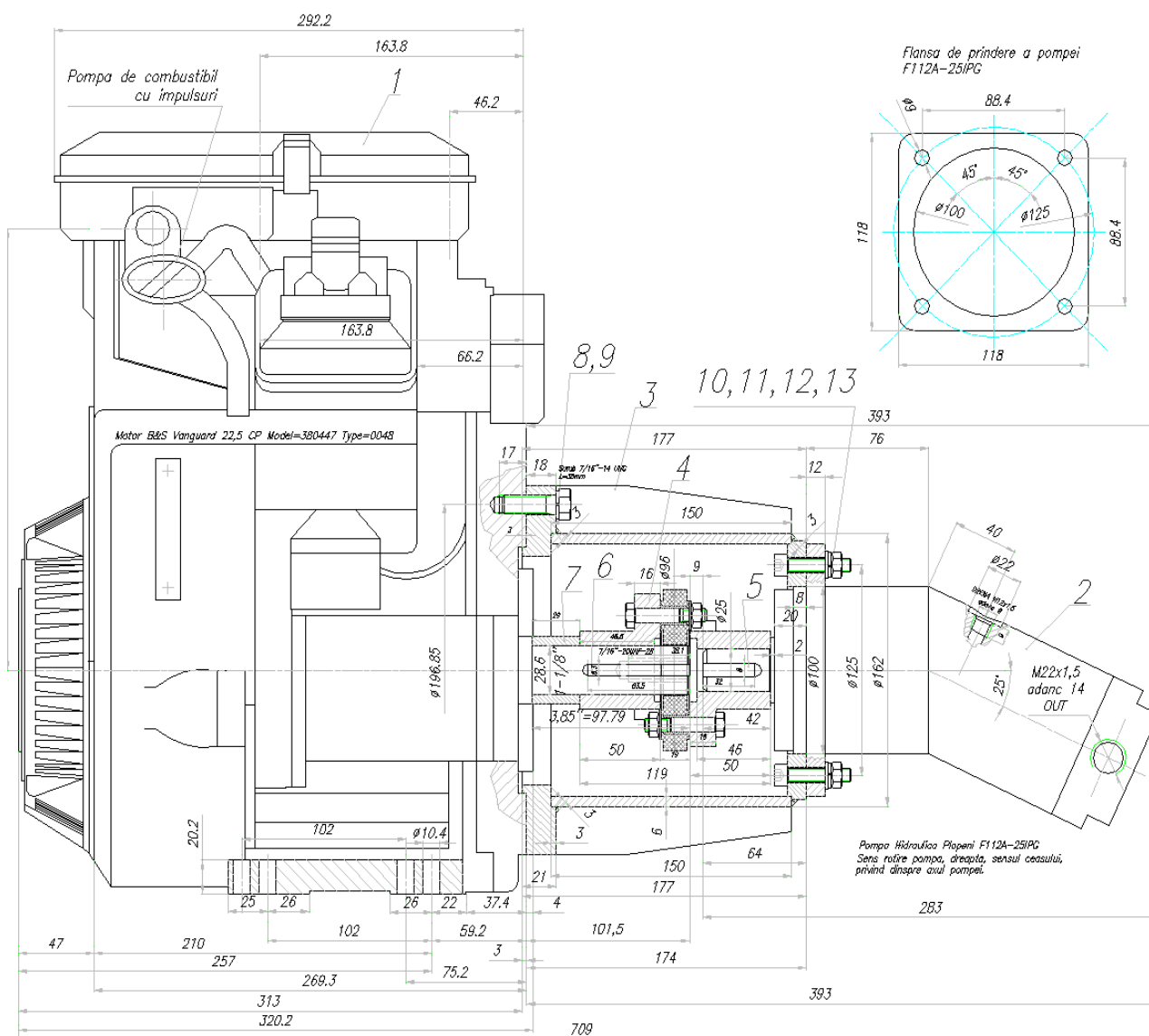


Fig.4. Desenul "Grup motor-pompa hidraulică FG40"

- au fost prezentate subansamblele principale componente ale subansamblului "Grup motor-pompa hidraulică FG40" și anume: Motor Briggs & Stratton Vanguard 22,5 HP, Pompa UM Plojeni F112A-15IPG, Suport pompa F112A-15IPG, Cuplaj elastic cu disc frontal.
- au fost achiziționate 2 motoare cu ardere internă cu ax orizontal Briggs & Stratton Vanguard 22,5 HP (Fig.4), pentru acționarea celor 2 grupuri de presiune hidraulică, a fost prezentată fișa de produs a acestui motor pe baza căreia s-a făcut achiziția.



Fig.4. Motorul Briggs & Stratton Vangurad 22,5 HP

- au fost achiziționate 2 buc Comutator cu 5 poziții Briggs & Stratton, pentru pornirea electrică de la alternator cu redresor și acumulator 12 V CC 16A, a celor 2 motoare cu ardere internă pe benzină cu ax orizontal Briggs & Stratton Vangurad 22,5 HP Model 380447 Type 0048 și pentru alimentarea electrică 12 V CC 16A a motorului electric CC 12 V al răcitorului de ulei hidraulic al instalației de foraj FG40.
- au fost achiziționate 2 pompe hidraulice cu pistonăse axiale pentru acționarea celor 2 grupuri de presiune hidraulică, tip UM Plopeni F112A-15IPG (Fig.5), a fost prezentată fișa de produs a acestora pe baza căreia s-a făcut achiziția.



Fig.5. Pompa hidraulică cu pistonăse axiale UM Plopeni F112A25IPG

- a fost fabricat subansamblul „Suport pompa F112A-25IPG” (Fig.6), a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență și tehnologia de fabricație a acestuia. Controlul cotelor funcționale principale ale subansamblului s-a făcut în conformitate cu Fișa de Măsurători pentru subansamblul „Suport pompa F112A-25IPG”. Controlul nedestructiv cu particule magnetice al cordoanelor de sudură s-a făcut în conformitate cu Buletinul de examinare cu particule magnetice pentru subansamblul „Suport pompa F112A-25IPG”.



Fig.6. Subansamblul fabricat „Suport pompa F112A-25IPG”

- a fost fabricat subansamblul „Cuplaj elastic cu disc frontal” (Fig.7÷9), a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență si tehnologia de fabricație a acestuia. Controlul cotelor funcționale principale ale reperelor subansamblului s-a făcut în conformitate cu Fișele de Măsurători pentru următoarele repere: Semicupla 1, Semicupla 2, Șurub de păsuire M8, Bucșa cu umăr.



Fig.7. Reperele fabricate „Semicupla 1” și „Semicupla 2”, subansamblul „Cuplaj elastic cu disc frontal”



Fig.8. Reperele fabricate „Șurub de păsuire M8” și „Bucșa cu umăr”, subansamblul „Cuplaj elastic cu disc frontal”



Fig.9. Reperul fabricat „Disc elastic”, subansamblul „Cuplaj elastic cu disc frontal”

-a fost făcută asamblarea fiecărui subansamblu (2 buc.) „Grup motor-pompă hidraulică FG40”.
 - a fost fabricat subansamblul „Șasiu grup presiune”(Fig.10), a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență si tehnologia de fabricație. Controlul cotelor funcționale principale ale subansamblului s-a făcut în conformitate cu Fișa de Măsurători pentru subansamblul „Șasiu grup presiune”. Controlul nedestructiv cu particule magnetice al cordoanelor de sudură s-a făcut în conformitate cu Buletinul de examinare cu particule magnetice pentru subansamblul „Șasiu grup presiune”.



Fig.10. Subansamblul fabricat „Șasiu grup presiune”

- a fost fabricat subansamblul „Tren rulare grup presiune”, a fost prezentat desenul acestui subansamblu și tabelul său de componență.
- au fost achiziționate 8 roți de roabă tip 3.00-8, cu sarcina maximă admisibilă pe roată $F_a = 360$ daN.
- a fost fabricat reperul „Osie” (Fig.11), a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență și tehnologia de fabricație a acestuia. Controlul cotelor funcționale principale ale reperelor și a subansamblului s-a făcut în conformitate cu Fișele de Măsurători pentru: Reperul „Osie”. Controlul nedestructiv cu particule magnetice al cordoanelor de sudură s-a făcut în conformitate cu Buletinul de examinare cu particule magnetice pentru subansamblele: „Osie”, „Tren rulare grup presiune”.



Fig.11. Subansamblul fabricat „Osie”

- a fost făcută Asamblarea subansamblului „Tren rulare grup presiune”.
- a fost fabricat subansamblul „Rezervor grup presiune”, a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență și tehnologia de fabricație a acestuia. Controlul cotelor funcționale principale ale reperelor și subansamblelor s-a făcut în conformitate cu Fișele de Măsurători pentru: Subansamblul „Cadru rezervor”, Subansamblul „Ramă capac vizitare”, Subansamblul „Capac vizitare”, Reperul „Pastilă fixare”, Reperul „Profil fixare”, Subansamblul „Rezervor grup presiune”. Controlul nedestructiv cu particule magnetice al cordoanelor de sudură s-a făcut în conformitate cu Buletinul de examinare cu particule magnetice pentru subansamblele: „Cadru rezervor”, „Ramă capac vizitare”, „Capac vizitare”, „Rezervor grup presiune”.
- a fost făcută Asamblarea subansamblului „Rezervor grup presiune” (Fig.12).



Fig.12. Subansamblul fabricat „Rezervor grup presiune”

- a fost fabricat subansamblul „Suport bloc distribuitor”, a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență si tehnologia de fabricație a subansamblului „Suport bloc distribuitor”.

Controlul cotelor funcționale principale ale subansamblului s-a făcut în conformitate cu Fișela de Măsurători pentru subansamblul „Suport bloc distribuitor”.

Controlul nedestructiv cu particule magnetice al cordoanelor de sudură s-a făcut în conformitate cu Buletinul de examinare cu particule magnetice pentru subansamblul „Suport bloc distribuitor”.



Fig.13. Subansamblul fabricat „Suport bloc distribuitor”

- a fost fabricat subansamblul „Suport răcitor ulei OK-ELD3”, a fost prezentat desenul acestui subansamblu, tabelul său de componență si tehnologia de fabricație a subansamblului „Suport răcitor ulei OK-ELD3”.

Controlul cotelor funcționale principale ale subansamblului s-a făcut în conformitate cu Fișela de Măsurători pentru subansamblul „Suport răcitor ulei OK-ELD2”.

Controlul nedestructiv cu particule magnetice al cordoanelor de sudură s-a făcut în conformitate cu Buletinul de examinare cu particule magnetice pentru subansamblul „Suport răcitor ulei OK-ELD2”.

- a fost făcută fabricarea, achiziționarea și montajul componentelor Instalației de acționare hidraulică FG40.

- a fost făcută prezentarea generală a componentelor instalației de acționare hidraulică (subansambluri hidraulice, echipamente hidraulice, aparatură hidraulică, furtunuri hidraulice și conexiuni hidraulice) care au fost fabricate, achiziționate și montate în această etapă în conformitate cu desenul Schemei hidraulice FG40 și tabelul său de componență și Desenele Instalației de acționare hidraulică FG40, începând cu Planșa cu conexiunile hidraulice ale instalației de acționare hidraulică FG40 și tabelul lor de componență.
- au fost fabricate și montate următoarele subansambluri hidraulice: Ansamblu conductă evacuare 1-1/4, Ansamblu admisie pompa 1-1/4, Ansamblu conductă filtru refulare (Fig.14÷16).



Fig.14. Conductele de instalație hidraulică, cu filet 1-1/4'' fabricate



Fig.15 „Robinet cu sferă G1-1/4''

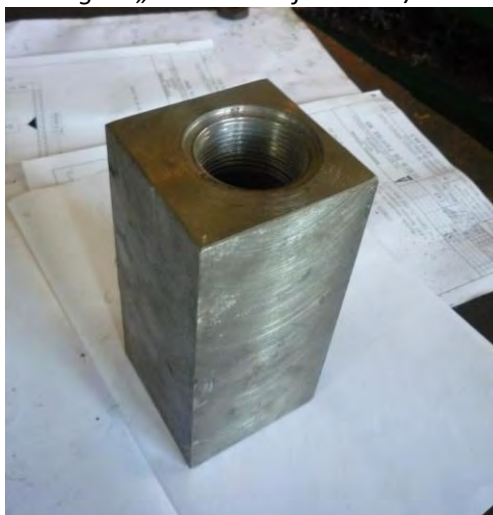


Fig.16. Subansamblul fabricat „Colector refulare” din „Ansamblu conductă filtru refulare”

- a fost făcută achiziționarea echipamentelor hidraulice și a aparaturii hidraulice pentru instalația de acționare hidraulică FG40 (Fig.17÷25) si anume:
 - o echipamentul hidraulic „Filtru de retur” cod HYDAC MFBN 160 GA 10 A 0.0; Art. 316485 (Fig.17);



Fig.17 „Filtru de retur Hydac”

- 3 buc. „Manometru Ø100, 1/2in, 250 bar”(Fig.18);



Fig.18. Manometru Ø100 ½” 250 bar

- 1 buc. „Supapa de presiune pilotata SBVE R1” și 1 buc. „Bloc supapa 277051” (Fig.19). A fost prezentată schema hidraulică a supapei de presiune pilotata SBVE R1 și funcționarea sa în instalația de acționare hidraulică FG40. Au fost date calculele de reglare a supapei de presiune pilotata SBVE R1.



Fig.19„Supapa pilotata SBVE R1” și „Bloc supapa 277051”

- echipamentul hidraulic „Directional Valve WSM121” (2buc).
- echipamentul hidraulic „Supapă de descărcare de presiune 250 bar” (1 buc).
- 1 buc. „Filtru de umplere și aerisire” (Fig.20).



Fig.20 „Filtru de umplere și aerisire Hydac”

- 1 buc. „Indicator nivel și temperatură FSA 176mm” (Fig.21).



Fig.21. „Indicator nivel și temperatură FSA 176mm”

- 1 buc. „Supapa de sens G1in” (Fig.22).



Fig.22. „Supapa de sens G1in”

- 1 buc. „Bloc distribuitor proporțional PVG32” (Fig.23). Au fost prezentate modulele Componente ale echipamentului hidraulic „Bloc distribuitor proporțional PVG32”, pozele și desenele echipamentului hidraulic „Bloc distribuitor proporțional PVG32” și a fost descrisă funcționarea acestuia.



Fig.23. Blocul distribuitor proporțional PVG32

- echipamentele hidraulice: „Răcitor ulei OK-ELD3”, „Termostat AITF 50°C” (Fig.24) și „Supapa integrată de by pass de presiune pentru răcitor ulei BP6”. Au fost prezentate desenele răcitorului de ulei OK-ELD3 și ale suportului acestuia, au fost prezentate calculele de alegere și de reglaj ale răcitorului de ulei.



Fig.24. Termostatul AITF50

- 1 buc. „Releu auto 30A 12V tip JQX-105F”, necesar pentru pornirea motorului electric 12 V CC 16 A al răcitorului termostatat de ulei hidraulic al instalației de foraj FG40.
- cilindrul hidraulic 20WLD34, necesar pentru acționarea mecanismului de manevră cu lanț și palan mobil al mastului instalației de foraj FG40.
- furtunurile hidraulice necesare realizării conexiunilor hidraulice dintre echipamentele hidraulice și elementele de aparatură hidraulică ale instalației de acționare hidraulică FG40. Au fost prezentate tabelar componența tuturor furtunurilor hidraulice, au fost prezentate tipurile de monturi și nipluri ale furtunurilor hidraulice, cu exemplificare cu fișele de produs din Catalogul de conexiuni hidraulice Hansaflex al acestora.
- conexiunile hidraulice necesare realizării legăturilor hidraulice dintre echipamentele hidraulice și elementele de aparatură hidraulică ale instalației de acționare hidraulică FG40 (Fig.25). Au exemplificate tipurile de conexiuni hidraulice Hansaflex folosite la instalația de acționare hidraulică FG40, cu acelea utilizate la admisia pompei hidraulice cu pistonase axiale UM Plopeni F112A25IPG. Au fost prezentate fișele de produs ale conexiunilor hidraulice, din Catalogul de conexiuni hidraulice Hansaflex al acestora.

GE HR

Ștuț cu filet exterior

Racord 1: Filet metric exterior cilindric
Racord 2: Filet cilindric etanșare BSP
Tip constructiv: Ștuț de flut prin infiltrație
Material: Oțel

Varianțe produs: GE HR VA, Ștuț cu filet exterior - Oțel superior

Formă de etanșare 1: Con Interior 60°
Formă de etanșare 2: Formă A
Forma constructivă: drept
Protecția suprafeței: acoperire galvanică

Denumire	G1	G2	Distidența cheii file
			mm
GE H 06 R	M 14 x 1,5	G 1/4" - 19	19
GE H 08 R 06	M 16 x 1,5	G 1/4" - 19	22
GE H 08 R 10	M 16 x 1,5	G 3/8" - 18	22
GE H 10 R	M 18 x 1,5	G 3/8" - 18	24
GE H 10 R 13	M 18 x 1,5	G 1/2" - 14	27
GE H 13 R	M 22 x 1,5	G 1/2" - 14	27
GE H 13 R 20	M 22 x 1,5	G 3/4" - 14	32
GE H 16 R 13	M 26 x 1,5	G 1/2" - 14	27
GE H 16 R 20	M 26 x 1,5	G 3/4" - 14	32
GE H 20 R	M 30 x 1,5	G 3/4" - 14	33
GE H 20 R 25	M 30 x 1,5	G 1" - 11	41
GE H 25 R	M 36 x 1,5	G 1" - 11	41
GE H 32 R	M 45 x 1,5	G 1 1/4" - 11	50
GE H 40 R	M 52 x 1,5	G 1 1/2" - 11	55
GE H 50 R	M 65 x 2	G 2" - 11	70
GE H 60 R	M 78 x 2	G 2 1/2" - 11	85

Fig.25. Conexiunile hidraulice Hansaflex achiziționate, exemplu de „Ștuț GE H R”

- a fost făcută asamblarea instalației de acționare hidraulică FG40, în conformitate cu desenul „Schema hidraulică FG40”, cu tabelul de componență al acestuia, cu desenul „Instalația de acționare hidraulică FG40 – schema conexiunilor hidraulice, cu tabelul de componență al acestuia și cu „Caietul de sarcini pentru Instalația de acționare hidraulică FG40”.
- a fost realizată punerea în funcțiune, prin probe de casă, a instalației de acționare hidraulică FG40, în conformitate cu desenul „Schema hidraulică FG40” (Fig.1), cu tabelul de componență al acestuia, cu desenul „Instalația de acționare hidraulică FG40 – schema conexiunilor hidraulice (Fig.2), cu tabelul de componență al acestuia și cu „Caietul de sarcini pentru Instalația de acționare hidraulică FG40”.

Probele de punere în funcțiune ale instalației de acționare hidraulică FG40, au fost probe de casă și au fost făcute cu modulul Instalației de acționare hidraulică FG40 în incintă deschisă, pentru a nu exista pericolul gazării și axfixierii operatorilor datorită emisiei de gaze de ardere de eșapament al motorului cu ardere internă pe benzină de acționare al instalației de acționare hidraulică FG40.

În timpul probelor de casă de punere în funcțiune ale instalației de acționare hidraulică FG40 au fost citite următoarele presiuni de pe manometrele instalației de acționare hidraulică FG40 și au fost reglate următoarele supape de presiune:

-1. Presiunea nominală din Modulul pompă PVG32, $P_n=210$ bar se reglează din supapa Poz.1 din Fig.CS2, a Modulului Pompa de baza PVP al Distribuitorului PVG32. S-a citit presiunea nominală $P_n=210$ bar pe Manometrul Poz.16 din Fig.CS1 și Tab.CS1, al Modulului Pompa de baza PVP al Distribuitorului PVG32. Maneta cilindrului hidraulic al distribuitorului PVG32 a fost în poziție neutră, nu au fost alimentate nici linia A1, nici linia B1 a cilindrului hidraulic și nici linia A2, nici linia B2 a motorului hidraulic rotativ lent SAI GM2-500, se lasă ambele motoare cu ardere internă $P=22,5$ CP să funcționeze o jumătate de oră, timp în care presiunea nominală $p=210$ bar trebuie să se mențină constantă

-2. Se reglează supapa pilotată contrabalansată SBVE-R1 (Poz.17 Fig.CS1 și Tab CS1), se reglează arcul supapei la presiunea $p_a=25,2$ MPa. Se reglează supapa de descărcare de presiune 250 bar de pe linia B1 a cilindrului hidraulic (Poz.28, Fig.CS1 și Tab.CS1), astfel încât presiunea hidraulică pe linia B1 de coborâre să fie $p=80$ bar, presiune care se citește pe manometrul de pe linia B1 a cilindrului hidraulic (Poz.16 din Fig.CS1 și Tab.CS1). Se acționează maneta Modulului cilindru hidraulic al Blocului distribuitor PVG 32 pe poziția „ridicare”,

manometrul de pe linia A1 a cilindrului hidraulic trebuie să indice $p=210$ bar și tija cilindrului trebuie să se extindă. Se acționează maneta Modulului cilindrului hidraulic al Blocului distribuitor PVG 32 pe poziția „coborâre” manometrul de pe linia B1 a cilindrului hidraulic trebuie să indice $p=80$ bar și tija cilindrului trebuie să intre în cilindru hidraulic. Se acționează cilindrul hidraulic cu „ridicări” și „coborâri” ale tijei, timp de 30 min. Aceste operații trebuie să se desfășoare indiferent de poziția „închis” sau „deschis” ale supapei Directional Valve WSM121 de pe linia hidraulică A1 a cilindrului hidraulic (Poz.26 Fig.CS1 și Tab.CS1);

-3. Se reglează supapa de descărcare de presiune 250 bar de pe linia A2 a motorului hidraulic rotativ lent SAI GM2-500 (Poz.28, Fig.CS1 și Tab.CS1), astfel încât presiunea hidraulică pe linia A2 de rotire „dreapta” să fie $p=100$ bar, presiune care se citește pe manometrul de pe linia A2 a motorului hidraulic SAI GM2-500 (Poz.16 din Fig.CS1 și Tab.CS1.). Se pune pe poziția „închis” supapa Directional Valve WSM121 de pe linia hidraulică A2 a motorului SAI GM2-500 (Poz.26 Fig.CS1 și Tab.CS1), se acționează maneta Modulului motorului SAI GM2-500 al Blocului distribuitor PVG 32 pe poziția „rotire dreapta”, manometrul de pe linia A2 a motorului hidraulic trebuie să indice $p=210$ bar și axul motorului SAI GM2-500 trebuie să se rotească dreapta. Se pune pe poziția „deschis” supapa Directional Valve WSM121 de pe linia hidraulică A2 a motorului SAI GM2-500 (Poz.26 Fig.CS1 și Tab.CS1), se acționează maneta Modulului motorului SAI GM2-500 al Blocului distribuitor PVG 32 pe poziția „rotire dreapta”, manometrul de pe linia A2 a motorului trebuie să indice $p=100$ bar și axul motorului SAI GM2-500 trebuie să se rotească dreapta. Se pune pe poziția „închis” supapa Directional Valve WSM121 de pe linia hidraulică A2 a motorului SAI GM2-500 (Poz.26 Fig.CS1 și Tab.CS1), se acționează maneta Modulului motorului SAI GM2-500 al Blocului distribuitor PVG 32 pe poziția „rotire stânga”, manometrul de pe linia A2 a motorului hidraulic trebuie să indice $p=210$ bar și axul motorului SAI GM2-500 trebuie să se rotească stânga. Se face timp de 30 min. astfel de rotații „stânga” – „dreapta” ale motorului rotativ hidraulic lent SAI GM2-500.

În timpul acestor probe de casă, de punere în funcțiune a instalației de acționare hidraulică FG40, nu au fost scurgeri de ulei hidraulic, nici măcar sub formă de lăcrimări.

A fost realizat Caietul de sarcini pentru instalația de acționare hidraulică FG40.

Instalația de foraj pentru prospecțiuni geotehnice FG40 propusă prezintă următoarele soluții tehnice noi :

-a. Forajul uscat netulburat cu garnitură de șnecuri de diametre 150mm până la adâncimea maximă de 40m, de foraj uscat cu carotieră.

-b. Acționarea capului de foraj de tip „top drive” de la un motor hidraulic rotativ lent de moment mare, față de soluțiile de acționare a capului de foraj de la un motor hidraulic rotativ rapid de putere mică în combinație cu un reductor sau de la un ansamblu reductor cu roată mare la care sunt angrenate simultan două motoare rotative hidraulice rapide, sau de acționarea de la un motor electric.

-c. Manevrarea și avansul garniturii de foraj cu mecanism cu lanț și palan mobil acționat de un cilindru hidraulic, față de manevrarea și avansul cu mecanism cu lanț acționat de motor hidraulic rotativ rapid în combinație cu un reductor, sau de sistemul de manevră cu cablu.

-d. Construcție modulară a instalației, care este compusă din trei module diferite (modulul de acționare, modulul de foraj și modulul grupului motopompă de foraj) față de soluțiile cunoscute de instalații de foraj nemodulare, masive, monobloc, montate pe remorcă monoax pentru transport rutier sau pe transportor cu șenile.

-e. Modulul instalației de acționare hidraulică de putere mare, compus din două grupuri de presiune montate în paralel, (aceeași presiune în circuit, se dublează debitul hidraulic) fiecare format dintr-un motor cu ardere internă pe benzină cu ax orizontal cu puterea de 22,5 CP și o pompă hidraulică cu pistonăse axiale cu debit fix, față de un singur grup de presiune hidraulică integrat în instalația de foraj monobloc.

Rezultatele obținute în cadrul proiectului PN19310302:

- Analiza și calcul element finit pentru arborele tobei de manevră din componența troliului de foraj cu sarcina maximă de 454 tf
- Analiza și calcul cu element finit pentru pereții laterali ai troliului de foraj cu sarcina maximă de 454 tf
- Analiza și calcul cu element finit pentru batiu - structura de bază a troliului de foraj cu sarcina maximă de 454 tf
- Analiza cu Element Finit FEA (Finite Element Analysis) a structurii de rezistență a instalației de foraj FG40
- Documentație de execuție DE pentru proiectarea capului de foraj
- Studiu privind integrarea unui sistem de recuperare a energiei la troliul de foraj de 454 tf

- Model functional MF al instalației de acționare hidraulică pentru instalația de foraj FG40;
- Au fost proiectate următoarele subansamble componente ale capului de foraj FG40:
 - Cărucior cap foraj FG40;
 - Motor hidraulic rotativ lent;
 - Lăgăruire cap foraj FG40;
 - Cap spălare FG40;
 - Dispozitiv antirotație cap spălare.
- Pentru realizarea Modelului Funcțional MF al instalației de acționare hidraulică pentru instalația de foraj FG40 au fost fabricate, achiziționate și montate următoarele:
 - Fabricare și montaj Grup de presiune hidraulică;
 - Fabricare și montaj Grup motor-pompă hidraulică;
 - Fabricare și montaj Șasiu grup presiune hidraulică;
 - Fabricare și montaj Tren rulare grup presiune hidraulică;
 - Fabricare și montaj Rezervor grup presiune hidraulică;
 - Fabricare Suport bloc distribuitor pentru grup presiune hidraulică;
 - Fabricare Suport răcitor ulei pentru grup presiune hidraulică;
 - Fabricarea, achiziționarea și montajul componentelor Instalației de acționare hidraulică FG40;
 - Montaj Instalația de acționare hidraulică FG40;
 - Punere în funcțiune prin probe de casă a Instalației de acționare hidraulică FG40;
 - Realizarea caietului de sarcini pentru instalația de acționare hidraulică a instalației de foraj FG40.

PN19310303- Generatori de campuri magnetice intense, cu geometrii diverse si interactiunea lor cu fascicule de particule incarcate electric, cu aplicatii in industrie, fizica nucleara si medicina.

Elaborare model conceptual de crioelectromagnet pulsat.

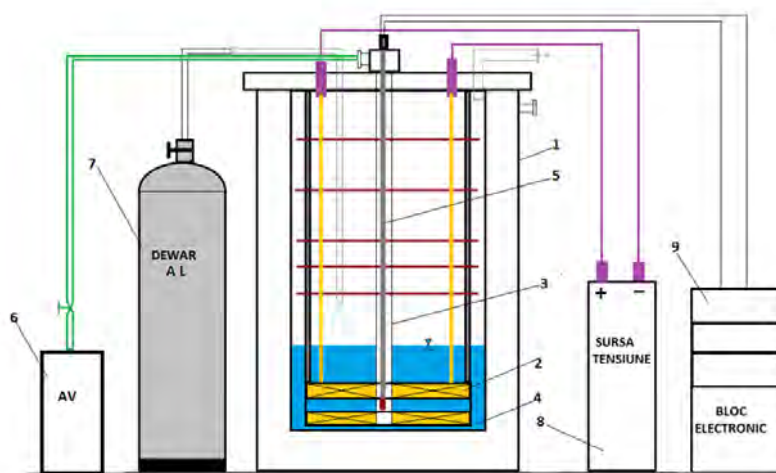


Fig.1.1. Modelul conceptual de crioelectromagnet pulsat de 5T

Modelul conceptual de crioelectromagnet este alcătuit din următoarele componente: 1. Criostatul magnetului, 2. Criomagnetul propriu-zis, 3. Canal central, 4. Baie azot lichid, 5. Sonda Hall, 6. Agregat de vid, 7. Dewar pentru azot lichid, 8. Sursa de tensiune în impuls, 9. Bloc electronic.

Proiectarea modelului experimental de crioelectromagnet pulsat.

In calculul de dimensionare a crioelectromagnetului s-au luat în considerare următoarele caracteristici de pornire.

Caracteristici conductor cupru: Latime: 6 mm; grosime: 0.4 mm

Caracteristici bobinaj:

- Diametru interior: 30mm
- Diametru exterior: 290mm
- Camp generat in centru: 5T
- Nr. Spire/galet simplu: 250
- Lungime conductor/galet simplu: 126m
- Lungime conductor/galet dublu: 252m
- Bobinaj: galet dublu.
- Geometrie: sistem Helmholtz.

Luand in calcul valorile de plecare mentionate mai sus, a rezultat o valoare $B_{total} = 5,014 \text{ T}$,

Desene de executie model experimental de crioelectromagnet pulsat (fig.1.2 si 1.3.)

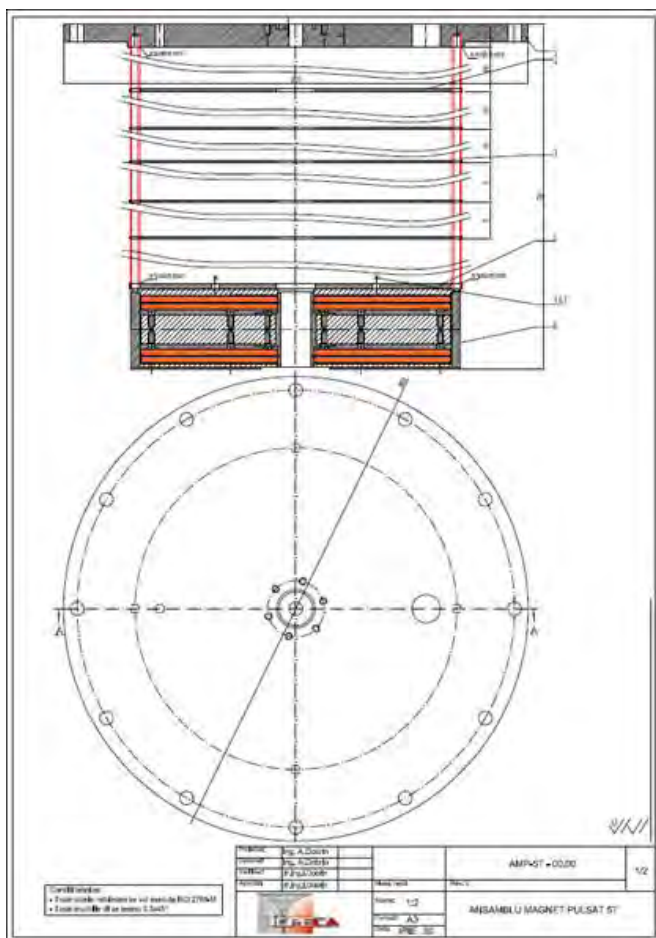


Fig. 1.2. Ansamblul crioelectromagnet.

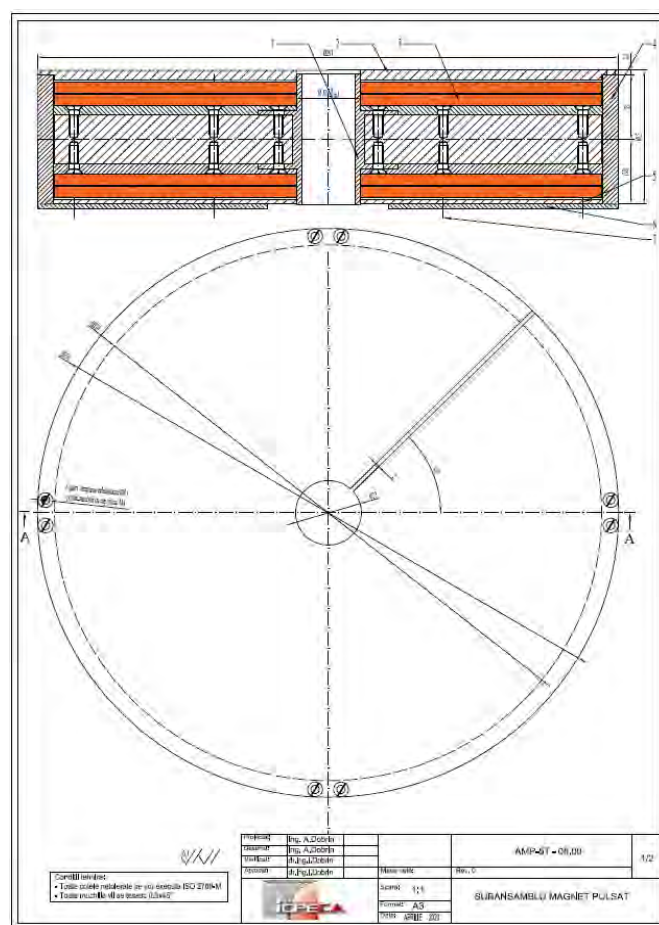


Fig. 1.3. Subansamblu Crioelectromagnet pulsat.

Elaborare modelul conceptual de lentila cvadripolara

Modelul conceptual al magnetului supraconductor cuadripolar are o structura complexa dupa cum este prezentat in schema din figura 2.1., cu urmatoarea structura: 1. Criostat , 2. Bobinaj supraconductor HTS, 3. Jug de fier, 4. Baie criogenica de racire a bobinajului HTS, 5. Canal central, 6. Dewar stocare azot lichid, 7. Sursa de alimentare electrica a magnetului, 8. Nivelmetru azot lichid, 9. Monitor de temperatura, 10. Gaussmetru, 11. Sonda Hall.

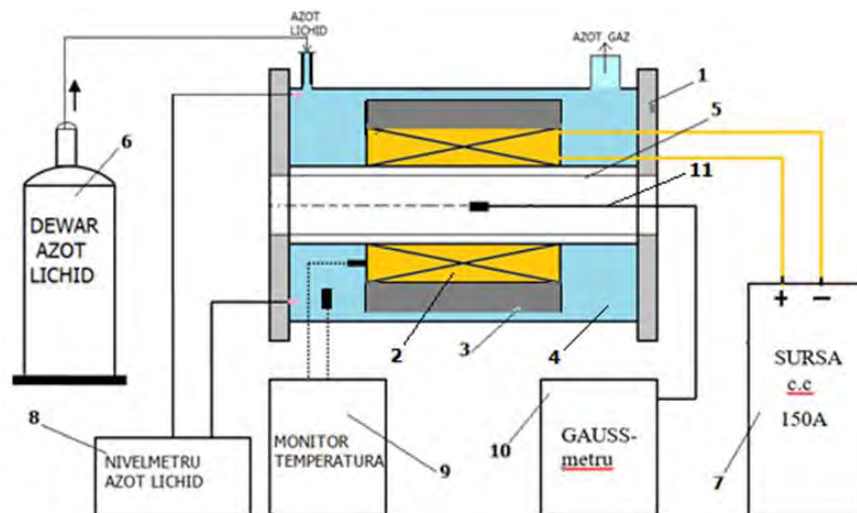


Fig. 2.1. Model conceptual de electromagnet supraconductor cuadripolar

Desene de executie lentila cvadripolara supraconductoare

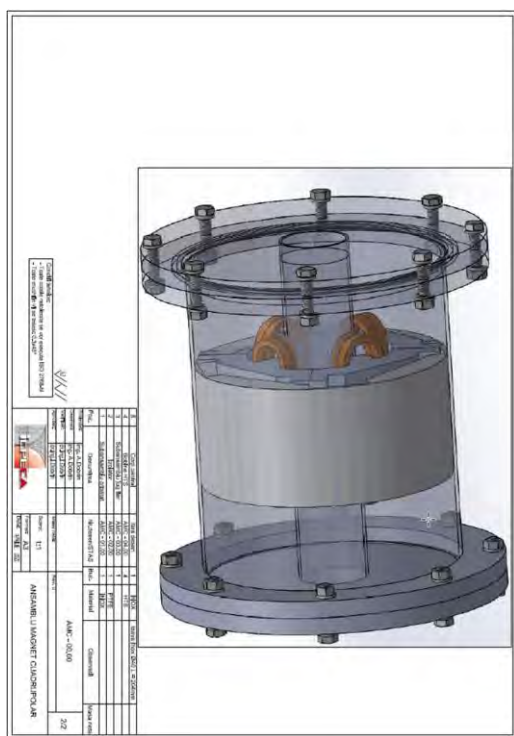


Fig. 2.2. Vedere CAD de ansamblu 3D.

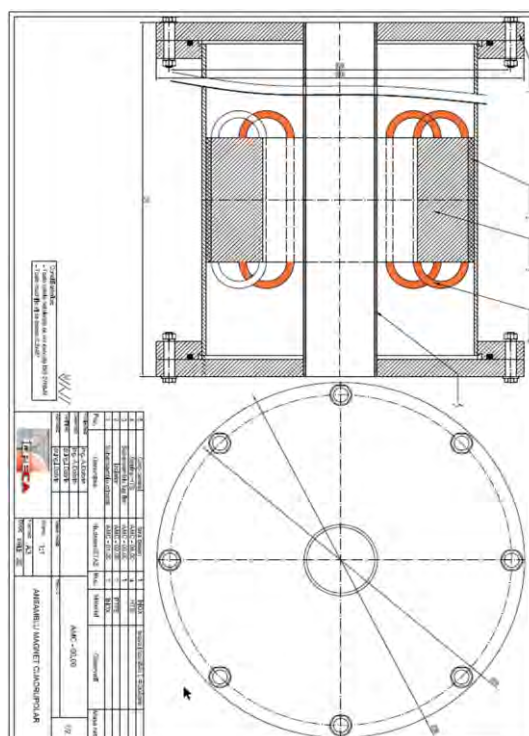


Fig. 2.3. Vedere in sectiune

In fig. 2.2. este redat ansamblul general al lentilei cvadripolare supraconductoare, iar in fig. 2.3., o vedere in sectiune a lentilei.

Proiectare model experimental de lentila cvadripolara supraconductoare

Calcul dimensionare.

Au fost utilizate urmatoarele date de proiectare:

- gradientul intre poli: max. 20T/m
- distanta dintre poli opusi: 42mm
- diametrul canalului interior (aer): 25mm
- diametrul canalului vidat: 40mm
- Curentul maxim prin bobinajul supraconductor $I = 120 \text{ A}$

A fost calculata solenatia necesara producerii campului magnetic cu gradientul de 20T/m, in conditiile initiale de mai sus, utilizand relatia:

$$N \cdot I = (\underline{B} \cdot h^2) / (2 \cdot \eta \cdot \mu_0)$$

unde,

N – nr de spire

I – curentul [A]

η – eficienta magnetului, $\eta < 1$, $1/\eta \sim 1.01$

$\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$ [H/m]

h – raza din centrul pana la pol [mm]

$\underline{B}$ – gradientul de camp [T/m]

A rezultat un numar de spire/pol de N = 30 spire.

Elaborare model conceptual de lentil cvadripolara n.c.

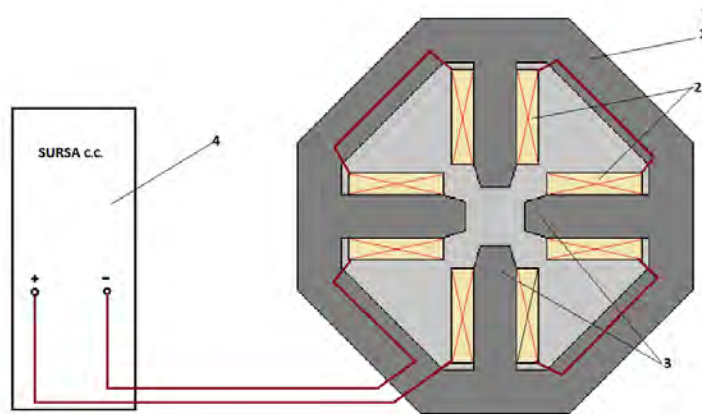


Fig.3.1. Modelul conceptual de magnet dipolar curbat.

Modelul conceptual de criomagnet este alcatuit din urmatoarele componente:

- Electromagnetul cvadripolar propriu-zis, alcatuit din: jug de fier (1); bobinele cvadripolare (2) si polii magnetici (4).
- Sursa de alimentare (4)

Proiectarea modelului experimental de lentila cvadripolara.

Calculul de dimensionare a lentilei cvadripolare.

Au fost folosite urmatoarele date de pornire:

- gradientul între poli: max. 12 T/m
- distanța dintre polii opuși: 40 mm

Pentru calculul solenatiei se utilizeaza relatia:

$$N \cdot I = \frac{b \cdot h^2}{2 \cdot \eta \cdot \mu_0}$$

Rezultatele calculului de dimensionare:

- Sectiune conductor: 16 mm²
- Numar de spire/bobina: 39
- Curent alimentare: I=50A
- Inaltime bobinaj: 58,5mm
- Grosime bobinaj: 13,5mm
- Rezistenta electrica bobinaj: $6.84 \cdot 10^{-2} \Omega$

Desene de executie model experimental de lentila cvadripolara.

Vedere CAD 3D a lentilei cvadripolare și a diverselor elemente componente

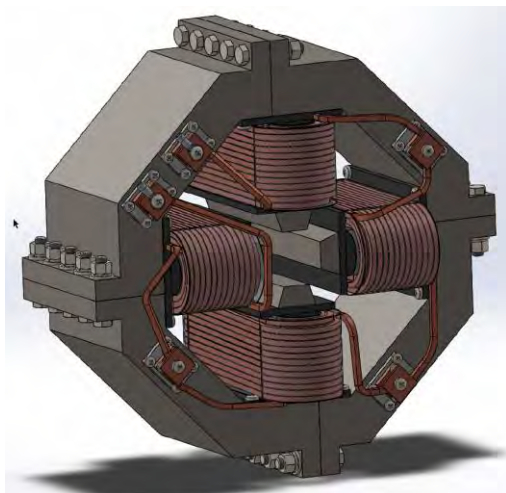


Fig. 3.2. Vedere CAD 3D a ansamblului lentilă cvadripolară.

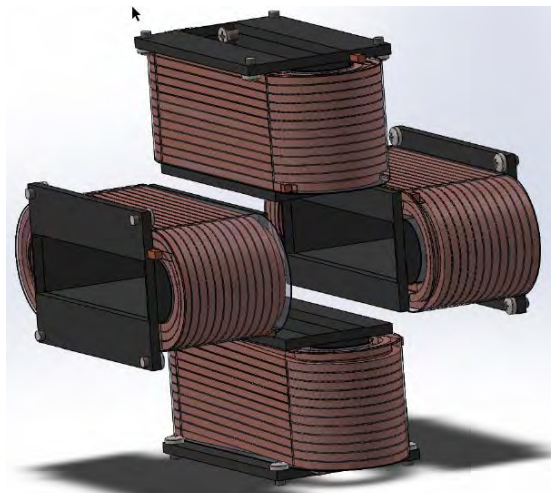


Fig.3.3. Vedere CAD 3D a ansamblului de bobine cvadripolare.

Desene de execuție ale magnetului cvadripolar normal conductor.
Desen ansamblul general lentilă cvadripolară.

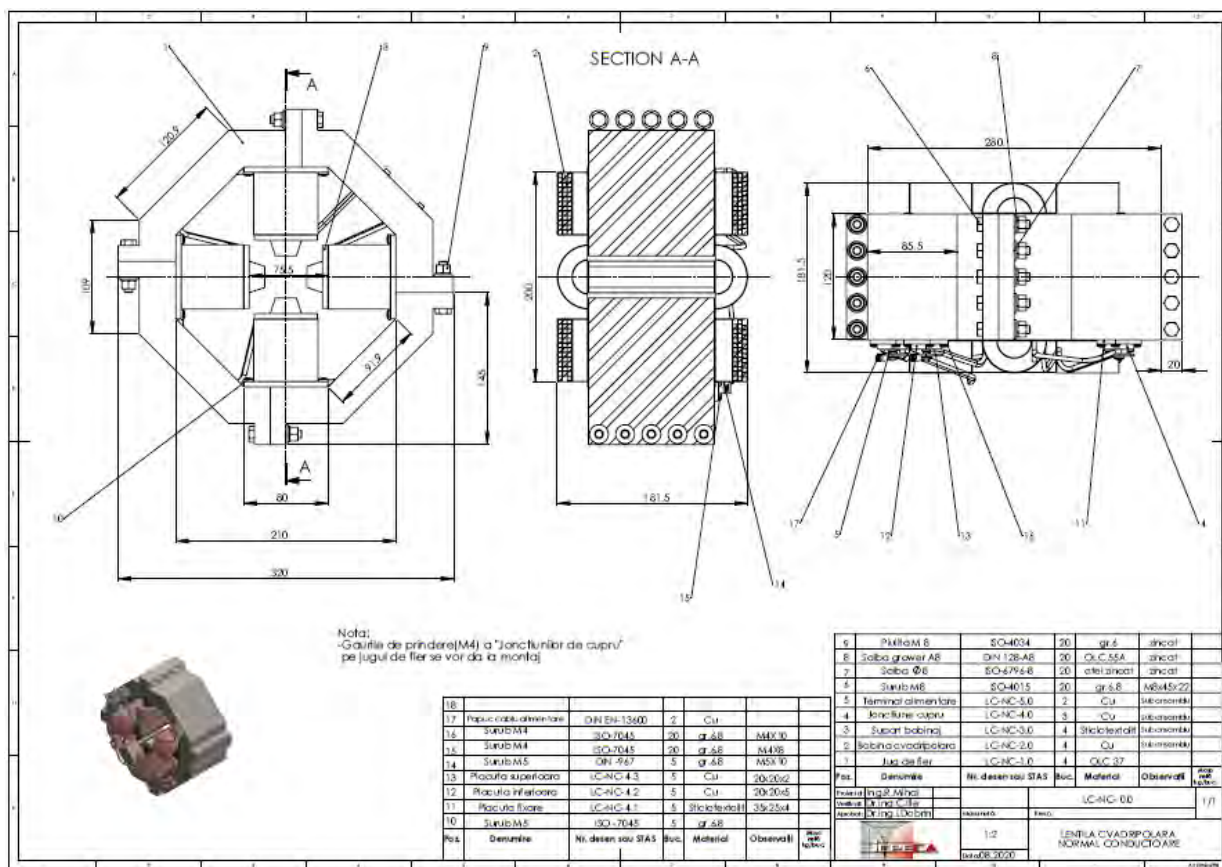


Fig.3.4.. Ansamblul general al lentilei cvadripolare.

Elaborare modelul conceptual de magnet dipolar curbat.

Modelul conceptual al magnetului dipolar curbat (fig. 4.1.).

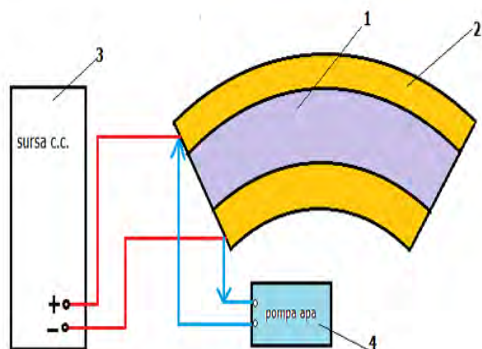
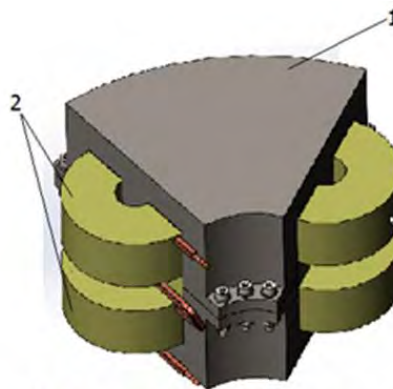


Fig. 4.1. Model conceptual de magnet dipolar curbat.



1- Jug de fier ; 2- Bobinaj electromagnet.

Fig. 4.2. Reprezentare CAD 3D a magnetului dipolar curbat.

Structura modelului conceptual de magnet dipolar curbat:

- Magnetul dipolar propriu-zis: jug de fier (1); bobinaj n.c. (2).
- Sursa de alimentare a magnetului in c.c(3).
- Pompa de apa (4).

Proiectare model experimental de lentila cvadripolara supraconductoare

Calcul dimensionare.

Au fost utilizate urmatoarele date de proiectare:

- gradientul intre poli: max. 12T/m
- distanta dintre poli opusi: 40 mm

A fost calculata solenatia necesara producerii campului magnetic cu gradientul de 12T/m, in conditiile initiale de mai sus, utilizand relatia:

$$N \cdot I = (\underline{B} \cdot h^2) / (2 \cdot \eta \cdot \mu_0)$$

unde,

N – nr de spire; I – curentul [A]; η – eficienta magnetului, $\eta < 1$, $1/\eta \sim 1.01$

$\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$ [H/m]; h – raza din centrul pana la pol [mm]

$\underline{B}$ – gradientul de camp [T/m]

A rezultat: -numar de spire/pol de $N = 49$ spire.

-curent necesar: 251 A.

Desene de executie magnet dipolar curbat.

Desen ansamblu magnet dipolar curbat

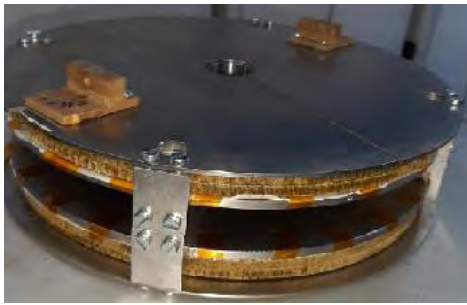


Fig. 5.3. Ansamblul de bobine montate pe suport.



Fig. 5.4. Ansamblul bobine + suport, vazut de sus.



Fig. 5.5. Ansamblul criostat – sistem de sus-ținere crio electromagnet



Fig. 5.6. Detaliu ansamblu criostat – sistem susținere și alimentare.



Fig. 5.7. Crio-electromagnet asamblat integral, alimentat de la sursa de c.c.

Au fost realizate urmatoarele obiective:

- ✓ *Elaborare modele conceptuale, modelari numerice:* elaborarea modelului conceptual de crio-electromagnet, elaborarea modelului conceptual de crio-electromagnet, lentila cvadripolara si de magnet dipolar curbat , modelarea numerica a campului magnetic generat de crio-electromagnet, modelarea numerica a campului magnetic generat de lentila cvadripolara normal conductoare si de electromagnet dipolar curbat.
- ✓ *Proiectare modele experimentale de:* crio-electromagnet, lentila cvadripolara supraconductoare, magnet dipolar curbat, si lentila cvadripolara normal conductoare. Modele de calcul pentru dimensionarea acestora in scopul obtinerii parametrilor functionali previzionati.
- ✓ *Realizarea desenelor de executie ale celor patru modele experimentale* de electromagneti.
- ✓ *Realizarea a unui model experimental* de crio-electromagnet generator de camp magnetic de 5T.

Rezultatele obtinute in cadrul proiectului PN19310303:

- 1 model experimental de crio-electromagnet pulsant;
- 4 proiecte de executie:
 - crio-electromagnet pulsant;
 - lentila cvadripolara supraconductoare;
 - magnet dipolar curbat.
 - Lentila cvdripolara normal conductoare.
- 1 Lucrare trimisa spre publicare: Design of a pulsed cryomagnet generating 5t peak magnetic field, Ion Dobrin, Dan Enache, George Dumitru, Andrei Dobrin, Radu Pinte, Stefania Zamfir, *Scientific Bulletin*, UPB, 2020 – trimisa spre publicare;

- 1 comunicare stiintifica: Electromagnet racit criogenic, pentru generarea unui camp magnetic de 5T in regim pulsatoriu, Ion Dobrin, Dan Enache, George Dumitru, Andrei Dobrin, Radu Pinte, Stefania Zamfir, *Simpozionul Actualitati Si Perspective In Domeniul Masinilor Electrice, Noiembrie 2020, UPB.*

PN19310304 - Sisteme mecatronice pentru control, poziționare și monitorizare, cu aplicații în domeniul spațial, al acceleratoarelor de particule și al automatizărilor industriale

În cadrul fazei cu titlul *‘Testarea regulatorului de presiune. Testarea standului de caracterizare a electromagneților. Analiza rezultatelor obținute și identificarea posibilităților de optimizare. Analiza soluțiilor utilizate în prezent pentru roboți de inspecție. Stabilirea soluției constructive pentru sistemele componente ale robotului și pentru ansamblul acestuia’* s-au realizat: analiza și testarea regulatorului de presiune, testarea standului de caracterizare a electromagneților, analiza rezultatelor, identificarea posibilităților de optimizare, analiza soluțiilor utilizate în prezent pentru roboți de inspecție, stabilirea soluției constructive pentru sistemele componente ale robotului și pentru ansamblul acestuia.

A fost realizat și asamblat un stand pentru caracterizarea comportamentului termic al electromagneților ce conține și regulatorul de presiune (Fig. 1). Secțiunea de curgere a acestuia este modificată prin intermediu unui motor pas cu pas comandat cu ajutorul unui controler dedicat de tip Leadshine DM856.



Fig. 1. Standul cu regulator de presiune, având montat un electromagnet de tip sextupol.

Realizarea unui stand pentru caracterizarea comportamentului termic al electromagneților a necesitat construcția unui regulator de presiune dedicat, controlabil, care să ofere atât posibilitatea controlului presiunii aplicată asupra instalației hidraulice a electromagneților cât și a debitului de lichid de răcire ce îi parcurge.

Pentru testarea termică și hidraulică a electromagneților, în afara standului de testare propriu-zis este necesar și un software care să permită reglarea diferiților parametri și înregistrarea datelor obținute. În acest scop, utilizând o placă de achiziție de date de uz general tip NI USB-6009, a fost realizat un program scris în LabView ce permite controlul deschiderii regulatorului și înregistrarea datelor privitoare la:

- presiunea generată de sistemul de pompare și aplicată regulatorului;
- presiunea de ieșire din regulator și intrare în electromagnet;
- presiunea de ieșire din electromagnet și de intrare în sistemul de pompare;
- temperatura fluidului la intrarea în electromagnet;
- temperatura fluidului la ieșirea din electromagnet;
- debitul stabilit prin sistem.

Programul permite o anumită flexibilitate a procesului de măsurare și înregistrare a datelor, putând lucra atât în mod manual cât și automat. În mod manual este posibilă schimbarea deschiderii regulatorului și

înregistrarea valorilor parametrilor standului. În mod automat sunt înregistrate valorile tuturor parametrilor, la intervale de timp prestabilite de către operator. Se poate modifica automat deschiderea regulatorului, cu un increment prestabilit, în sensul creșterii deschiderii acestuia, până la o poziție predefinită, moment în care testarea se oprește iar datele sunt salvate automat. În Fig. 2 se prezintă interfața acestui program.

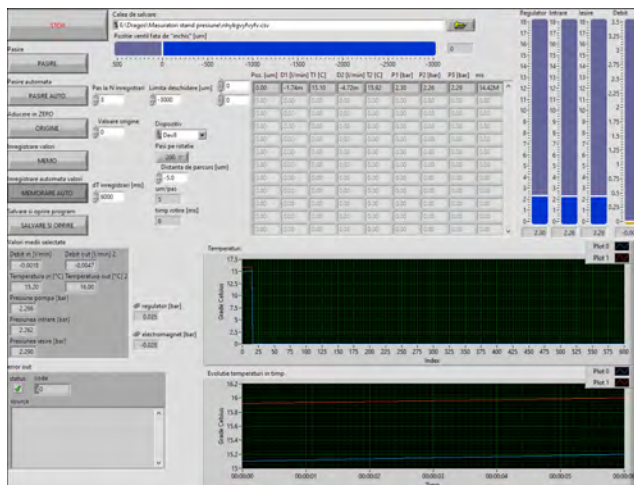


Fig. 2. Interfața programului pentru comanda standului de testare și înregistrarea mărimilor măsurate.

Pentru testarea regulatorului de presiune s-a plecat de la poziția “închis” (cu debit zero) către deschideri din ce în ce mai mari, în pași de 5 μm . În baza datelor înregistrate pot fi prezentate două grafice semnificative.

În Fig. 3 se poate observa relația dintre deschiderea regulatorului și debitul stabilit prin sistem. În Fig. 4 se poate observa caracteristica debit – cădere de presiune a regulatorului.

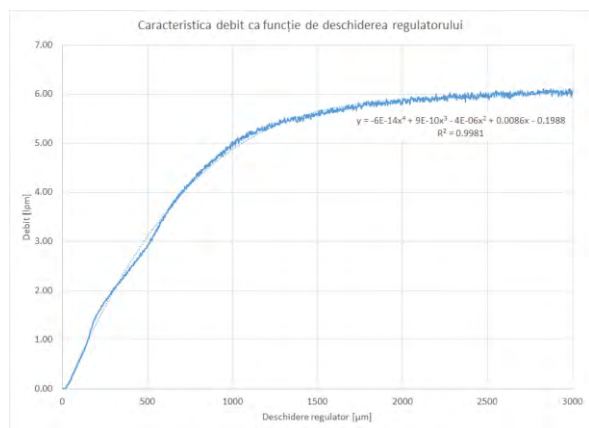


Fig. 3. Relația dintre deschiderea regulatorului și debitul stabilit.

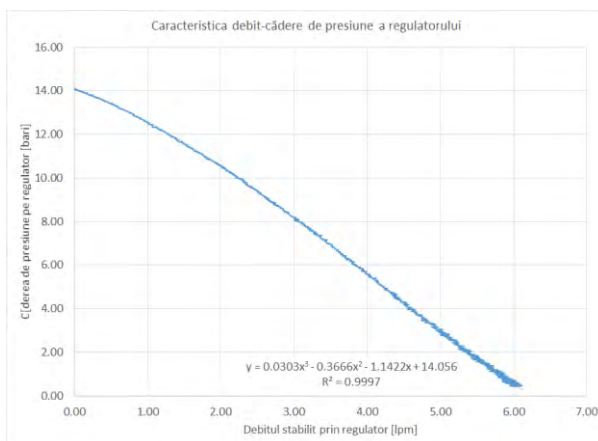


Fig. 4. Caracteristica debit-cădere de presiune a regulatorului hidraulic.

Se poate remarca faptul că odată cu deschiderea regulatorului de presiune, presiunea dată de pompă începe să scadă iar debitul să crească. Acesta este comportamentul tipic pentru astfel de echipamente.

Testarea standului pentru caracterizarea comportamentului termic al electromagneților s-a realizat în mod similar cu testarea regulatorului dar a fost introdus în circuit (în serie) un electromagnet de tip sextupol.

De asemenea, s-a plecat de la o presiune de aproximativ 17 bari și prin deschiderea treptată, de la zero către 3000 μm , s-au obținut date ce descriu caracteristicile sistemului. Ceea ce este considerat relevant aici este verificarea faptului că electromagnetul rezistă la presiunile aplicate, că la un anumit debit va prezenta o cădere de presiune specifică și diferențele de temperatură atinse la diferite debite ale lichidului de răcire.

În Fig. 5 se poate observa caracteristica debit – cădere de presiune a electromagnetului de tip sextupol testat.

Au fost de asemenea realizate teste privind comportamentul termic al electromagnetului. Au fost stabilite două debite diferite, de 3,18 l/min și 0,86 l/min și după o perioadă de stabilizare termică a fost pornită sursa de alimentare, fiind stabilit un curent nominal de 290 A. În cele două cazuri s-au obținut temperaturi

diferite, corespunzătoare capacității de răcire dată de debite. În Fig. 6 se poate observa variația în timp a temperaturii lichidului de răcire ce parcurge electromagnetul, la un debit de 3,18 l/min.

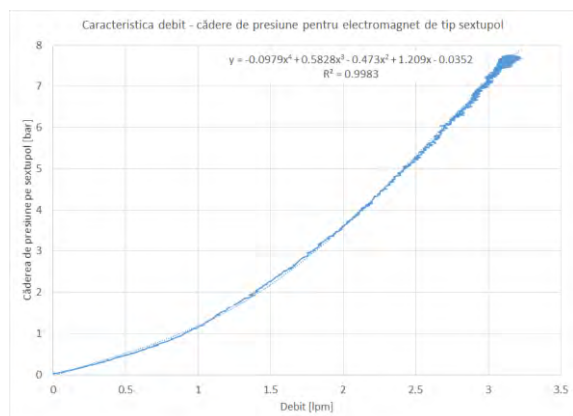


Fig. 5. Caracteristica debit – cădere de presiune a electromagnetului de tip sextupol testat.

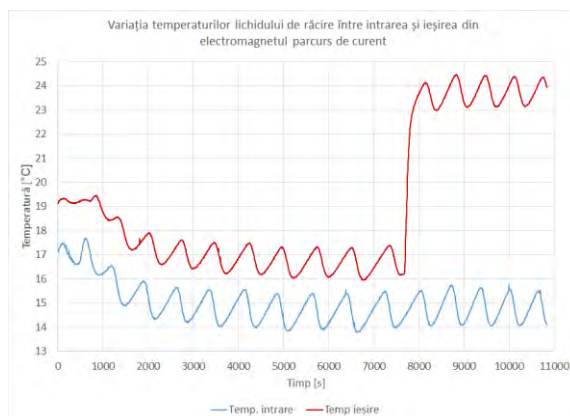


Fig. 6. Variația în timp a temperaturii lichidului de răcire care circulă prin electromagnet pentru un debit de 3,18 l/min și un curent de 290 A.

Din Fig. 5 se poate remarca faptul că spre deosebire de regulator care avea o pantă descrescătoare, panta electromagnetului este crescătoare, o creștere a debitului fiind corelată pozitiv cu o creștere a căderii de presiune pe acesta. Aceasta se întâmplă deoarece electromagnetul are o secțiune de curgere constantă, spre deosebire de regulator unde este variabilă.

Soluțiile utilizate în prezent pentru roboți de inspecție. Evoluția sistemelor de transport de conducte pentru apa dulce, gaz, petrol etc. a contribuit puternic la dezvoltarea societății moderne. Această dezvoltare a dus la construirea și extinderea unor vaste sisteme de conducte. Se estimează ca lungimea rețelei globale de conducte este de peste 2,5 milioane de km. Mediul de lucru specific face ca aceste țevi să fie ușor de erodat sau distrus ceea ce poate conduce la scurgeri și accidente. Astfel de sisteme sunt folosite în domeniul nuclear unde eventualele scurgeri de radiație pot avea consecințe catastrofale. Îmbătrânirea, coroziunea, crăpăturile, acumulările de material și distrugeri de natură mecanică pot cauza daune locale foarte costisitoare.

Câteva dintre cele mai întâlnite defecte sunt prezentate în Fig. 7.



Fig. 7. Defecte uzuale în țevi.

Sisteme de locomoție în conducte Roboții de inspecție în conductă pot să inspecteze starea acestora prin deplasarea în rețea. Astfel apare prima provocare cu care se confruntă proiectantul, asigurarea unei forțe de tracțiune în mediul respectiv. Au fost încercate diverse sisteme de tracțiune, toate acestea putându-se rezuma la cele din Fig. 8.

Aceste metode de tracțiune sunt bazate pe:

- Gravitație, (Fig. 8 A), cu dezavantajul că dependența numai de gravitație restricționează vehiculele numai la conductele orizontale și ușor înclinate.
- Presare pe pereți (Fig. 8 B), folosind forța de reacție din pereții închiși, de obicei în combinație cu mecanisme de adaptare la dimensiunile conductei.

- Aderența la perete (Fig. 8 C), utilizată pentru conducte feroase pentru a produce o forță magnetică de reacție.
- Curgerea fluidică (Fig. 8 D), utilizând mediul de transport pentru a se deplasa, de obicei, în combinație cu un dispozitiv PIG pasiv sau cu elice. Prin combinarea tuturor acestor metode de tracțiune prezentate în Fig. 8 pot fi create sisteme hibride specializate pentru inspecție în conducte.

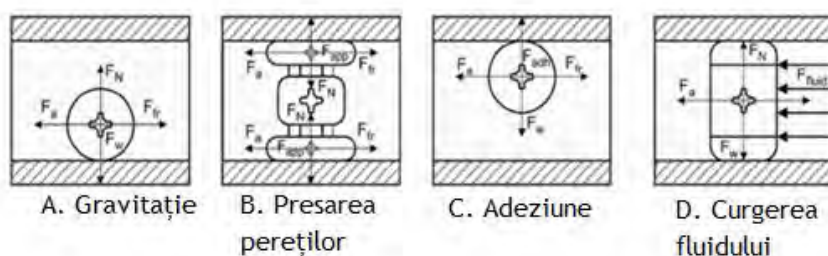


Fig. 8. Diagrame de corpuri libere cu metoda de tracțiune în conductă.

În ultimii 20 de ani, au fost proiectați și fabricați numeroși roboți de inspecție în țevi pe baza mai multor forme elementare, conform tipurilor de locomoție. După tipul mecanismului de locomoție din interiorul țevii, roboții pot fi clasificați în: A -de tip PIG (pasiv, condus de către presiunea fluidului); B -cu roți; C -cu șenile; D -tip șurub (deplasare elicoidală); E -tip șarpe; F -tip inchworm; G -cu elice; H -cu picioare (Fig. 9).

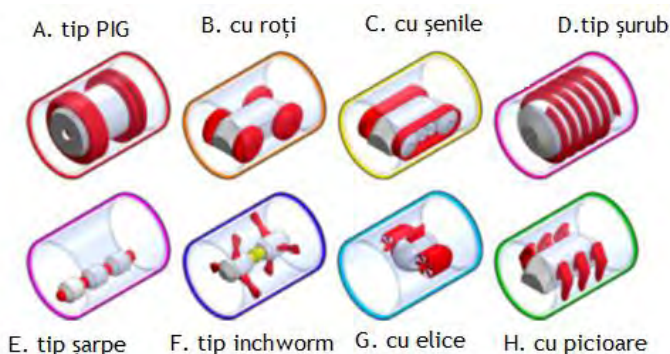


Fig. 9. Cele mai importante sisteme de locomoție pentru roboți de inspecție țevi.

Aceste sisteme de locomoție de bază, au fost dezvoltate inițial independent, însă în momentul de față întâlnim din ce în ce mai des sisteme hibride, apărute din combinația mai multor sisteme elementare.

Soluțiile constructive pentru sistemele componente ale robotului și pentru ansamblul acestuia acoperă un domeniu vast cu aplicații specifice, funcție de cerința concretă de inspecție. Având în vedere faptul că accesul la un anumit segment al unei conducte este de obicei limitat de configurația specifică a sistemului respectiv, sunt folosiți roboți mobili de inspecție în conductă care acoperă o largă varietate de soluții constructive. În continuare se prezintă soluția constructivă posibilă pentru un robot de inspecție echipat cu șenile, care se poate adapta la diverse tipodimensiuni de conducte.

Soluția constructivă a robotului de inspecție cu șenile se bazează pe două module tip șenilă cu motoare integrate, montate pe o structură de poziționare, comandată cu ajutorul a patru sisteme de acționare pe fiecare șenilă. Robotul poate funcționa în țevi și conducte cu secțiuni rotunde sau dreptunghiulare, orientate pe orizontală și pe verticală sau poate lucra pe suprafețe plane. Utilizarea unui sistem activ de poziționare a șenilelor reglabile permite modificări on-line ale structurii robotului. Robotul de inspecție cu șenile este construit și pentru traversarea suprafețelor neregulate, iar suprafața de contact care este considerabil mai mare comparativ cu soluțiile cu roți, prezintă un avantaj în ceea ce privește tracțiunea.

Sistemul ales folosește pentru deplasare două șenile care asigură stabilitatea și manevrabilitatea corespunzătoare. Se pot folosi module Inuktun Microtrac cu dimensiuni adaptate configurației concrete de conducte. Acestea sunt concepute în special pentru inspecția conductelor, cu accent pe platformele de inspecție reduse ca dimensiuni (max. 200...300 mm în diametru). Sistemul de poziționare al șenilelor are la

bază două inele rotative care se pot roti în mod independent, având centrul de rotație în axa corpului robotului, Fig. 10. Pe fiecare dintre aceste inele sunt atașate brațe articulate. Aceste brațe sunt montate în mod similar la fiecare capete ale senilelor. Se calculează dimensiunile brațelor astfel încât robotul să se poată adapta la tipodimensiunea cerută de țevă de inspecție.

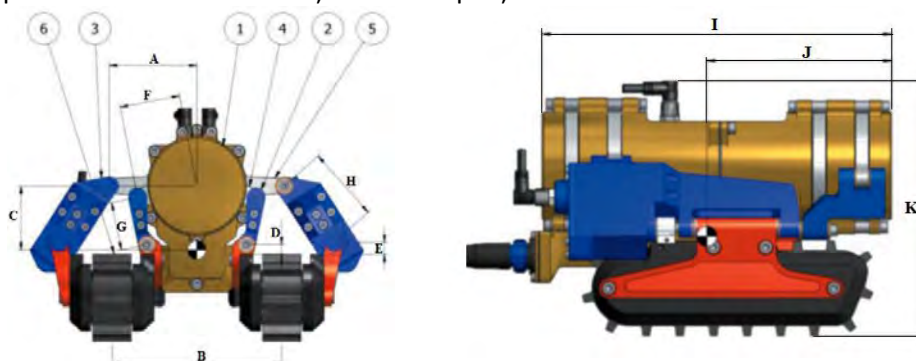


Fig. 10. Soluția constructivă cu șenile a robotului de inspecție model CAD: 1 – șasiu robot, 2 - braț față, 3 - braț spate, 4 - inel rotativ față, 5 - inel rotativ spate, 6 – modul de acționare șenile.

Soluția constructivă cu roți a robotului de inspecție Robotul de inspecție cu roți V1 este compus din trei mecanisme cu pârghii articulate echidistante dispuse la 120° în jurul axei longitudinale. În Fig. 11 este prezentat modelul CAD 3D al robotului de inspecție. Forța exercitată de către mecanismele robotului de inspecție cu roți V1 pe suprafața interioară a țevii este exercitată de un arc elicoidal extensibil. Arcul elicoidal extensibil dispus pe axul central asigură revenirea structurii robotului de inspecție cu roți V1 în cazul variațiilor diametrului țevii inspectate.

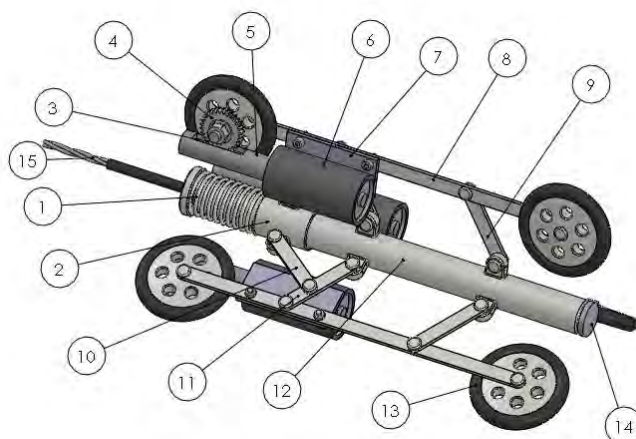


Fig. 11. Soluția constructivă a robotului de inspecție cu roți V1:

a) Modelul CAD 3D al robotului de inspecție care este compus din: 1- arc elicoidal, 2- element culisant, 3- melc, 4- roată melcată, 5- suport de conectare, 6- motor+reductor, 7- suport motor, 8-11 – elemente ale mecanismului, 12 ax central, 13- roți, 14- cameră video, 15- cabluri de alimentare; b) mecanismul dintr-un plan.

Varianta 2, (Fig. 12) utilizează doar un singur motor de acționare pentru toate cele 3 roți motoare, motor poziționat pe axul central. Robotul de inspecție cu roți V2 are în componența sa 3 mecanisme articulate echidistante dispuse la 120° în jurul axei centrale.



Fig. 12. Soluția constructivă a robotului de inspecție cu roți V2: a) Modelul CAD 3D al robotului de inspecție cu roți V2; b) Schema cinematică.

Robotul de inspecție cu roți V3 (Fig. 13) are în componența sa șase mecanisme de tip manivelă-culisor dispuse câte două echidistante la 120° în jurul axului central. Propulsia este realizată prin intermediul unui singur motor cu reductor poziționat pe axul central, cu transmiterea mișcării la roata motoare efectuată prin intermediul a trei mecanisme cu roți dințate. Mecanismele din componența robotului de inspecție cu roți V3 conțin două elemente de glisare și două arcuri elicoidale care generează forța de apăsare a roților pe suprafața interioară a țevii.

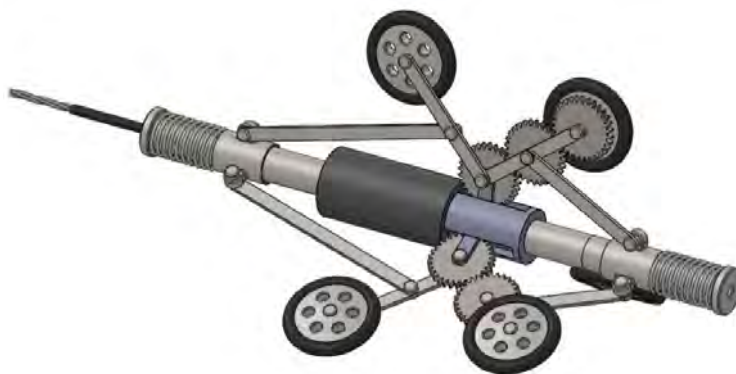


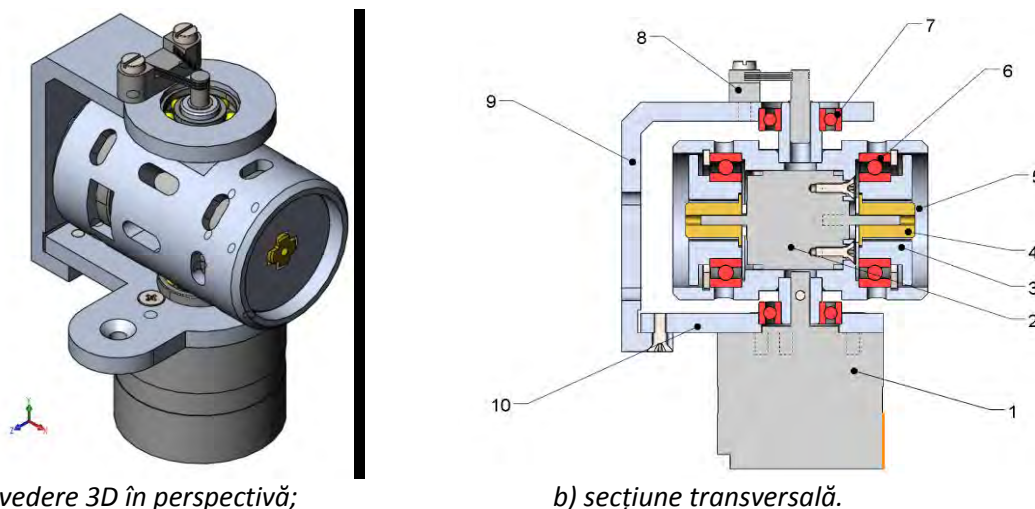
Fig. 13. Soluția constructivă a robotului de inspecție cu roți V3: a) Modelul CAD 3D al robotului de inspecție cu roți V3; b) Schema cinematică.

Comanda și controlul roboților de inspecție cu roți varianta 2 și varianta 3 este mai simplă, având de controlat un singur motor de acționare sau controlând identic mai multe motoare în cazul în care se cuplează mai multe module active (tren) pentru creșterea sarcinii utile și a autonomiei. În ceea ce privește achiziția video nu există diferențe față de varianta 1. Motorul este controlat utilizând tehnica PWM. Comunicarea dintre calculatorul de comandă și microcontrolerul din robotul de inspecție se face prin fir, folosind un convertor serial sau wireless – în funcție de distanța parcursă prin conductă și timpul de operare estimat. În cadrul fazei 5/2020 cu titlul ‘Modelarea 3D a principalelor componente ale CMG și a ansamblului acestuia. Modelări și optimizări utilizând FEA pe soluția adoptată. Realizarea documentației de execuție pentru sistemul CMG. Diseminarea rezultatelor obținute prin realizarea și testarea standului de caracterizare a electromagneților’ s-au realizat: modelarea 3D a principalelor componente ale sistemului CMG și a ansamblului acestuia, modelări și optimizări utilizând FEA (Finite Element Analysis) pentru soluția CMG, documentația de execuție, documentație ce conține detaliile tehnice și dimensionale pentru realizarea sistemului CMG.

Modelarea 3D a giroscopului de control al momentului CMG

Giroscopul de control al momentului CMG este un mecanism care produce moment unghiular printr-o combinație de două mișcări - rotirea unui volant în jurul unei axe numită axa volantului și rotirea volantului pe o axă perpendiculară pe axa volantului numită axa giroscopului. Cele două componente principale ale unui

sistem CMG sunt volantul și giroscopul. Modelul 3D al giroscopului de control al momentului CMG elaborat este prezentat în Fig. 14.



a) vedere 3D în perspectivă; b) secțiune transversală.
Fig. 14. Giroscop de control al momentului CMG model 3D: 1- motorul giroscopului; 2- motorul de acționare al volantei; 3- volanta (roata inercială); 4- cuplaj; 5- carcasă motor; 6,7- rulmenți hibridi cu bile ceramice; 8- slip-ring; 9,10 – suport motor giroscop.

Pentru elaborarea desenelor de execuție ale giroscopului de control al momentului CMG a fost necesar să se creeze mai întâi modelul 3D al acestuia. S-a procedat la elaborarea modelelor 3D ale tuturor elementelor componente, a subansamblului carcasă motor-volant, precum și la crearea ansamblului general al giroscopului de control al momentului CMG. Modelele 3D au fost elaborate cu ajutorul software-ului CAD specializat SolidWorks 2020 Premium, program care permite evidențierea dimensiunilor reperelor componente, a materialelor din care acestea se vor executa, precum și evidențierea tuturor componentelor standardizate care trebuie achiziționate. Modelarea 3D a permis, înainte de execuția propriu-zisă a produselor, să se verifice corectitudinea soluțiilor constructive adoptate. Pe baza modelelor 3D realizate s-a procedat la elaborarea desenelor de execuție care să permită lansarea ulterioară în fabricație a giroscopului de control al momentului CMG.

În ceea ce privește **modelările și optimizările utilizând FEA pentru soluția adoptată** se prezintă modelul matematic specific calculului CMG, pe baza acestuia făcându-se simulări numerice cu ajutorul FEA (*Finite Element Analysis*) pentru CMG. CMG produce cuplu prin redistribuirea impulsului unghiular, acesta este un dispozitiv care stochează impulsul unghiular în volantele sale și produce un cuplu prin schimbarea direcției axei volanului sau a vectorului momentului unghiular. Ecuația de mișcare care stă la baza acestei caracteristici este prezentată în cele ce urmează.

Momentul cinetic total al CMG este dat de relația:

$$\vec{H}_{CMG} = \vec{H}_F + \vec{H}_G = I_F \cdot \vec{\omega}_F + I_G \cdot \vec{\delta}_G \quad (1)$$

$\vec{T}_{CMG}$ - cuplul total care acționează asupra CMG;

$\vec{H}_{CMG}$ - momentul cinetic total al CMG în raport cu centrul de masă al vehiculului spațial;

$\vec{H}_F$ - momentul cinetic al masei inerțiale (*Flywheel* - F), în raport cu centrul de masă al vehiculului spațial;

$\vec{H}_G$ - momentul cinetic al axei giroscopice (*Gimbal* - G), în raport cu centrul de masă al vehiculului spațial;

I_F - momentul de inerție al volantei;

I_G - momentul de inerție al axei giroscopice;

$\vec{\omega}_F$ - viteza unghiulară a masei inerțiale;

$\vec{\omega}_F$ - accelerația unghiulară a masei inerțiale;

- δ_G - unghiul de rotație al axei giroscopice;
- $\dot{\delta}_G$ - viteza unghiulară a axei giroscopice;
- $\ddot{\delta}_G$ - accelerația unghiulară a axei giroscopice;

Optimizarea volantei CMG utilizând capacitățile de modelare și simulare SolidWorks

Volantul poate fi considerat elementul principal al unui CMG. Denumit și roată inerțială, volantul poate avea diverse forme și dimensiuni, acesta putând fi realizat din diverse materiale.

Au fost definiți parametrii care definesc geometria roții (Fig. 15) și au o influență semnificativă asupra comportamentului volantei: D_v - diametrul volantei; D_b – diametrul butucului; g_v – grosimea volantei; H_v – înălțimea volantei.

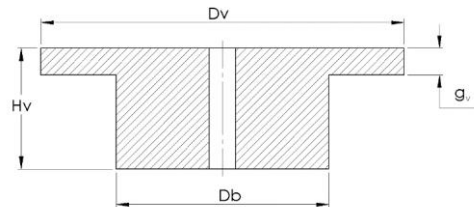


Fig. 15. Desen 2D volant (vedere în secțiune).

Volantul se rotește la o viteză de 8.000 rpm, care corespunde unei viteze unghiulare de 837,75804 rad/s, energia cinetică (E_c) stocată în volant și energia specifică (E_{spec}) au fost determinate cu relațiile:

$$E_c = 0.5 \cdot I \cdot \omega^2, \quad (2)$$

$$E_{spec} = E_c / m. \quad (3)$$

Datele volantei, masei, momentului de inerție al masei, al energiei cinetice și al energiei specifice au fost calculate pentru variația celor patru parametri geometrici (D_v ; D_b ; g_v ; H_v), iar în Fig. 16 și Fig. 17 este prezentată variația energiei specifice E_{spec} funcție de parametrii geometrici. Ca material pentru volant a fost luat în calcul aliajul de titan Ti-6Al-4V.

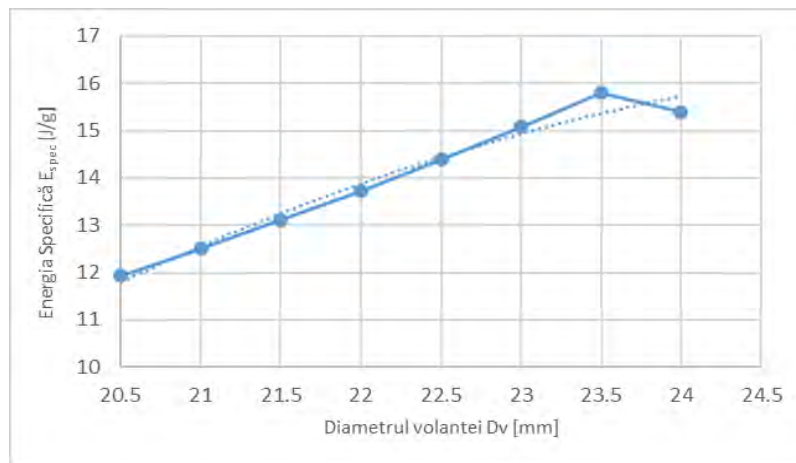


Fig. 16. Energia specifică vs. diametrul volantei D_v .

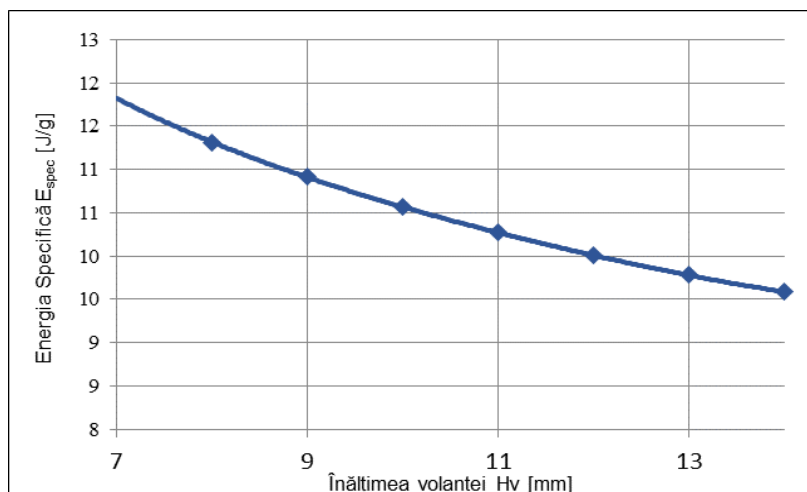


Fig. 17. Energia specifică vs. înălțimea volantei H_v .

Având în vedere rezultatele obținute pentru variația energiei specifice E_{spec} funcție de parametrii geometrici (D_v ; D_b ; g_v ; H_v), s-a ales o geometrie optimizată ($D_v=20,5$ mm; $D_b = 12$ mm; $g_v=1,5$ mm; $H_v=6,8$ mm) astfel încât să se poată obține o energie specifică maximă necesară aplicației CMG, dar și o greutate cât mai mică, având în vedere destinația finală a CMG.

În ceea ce privește rezistența admisibilă la întindere a volantei, pentru dimensiunile alese, s-a realizat o simulare utilizând softul SolidWorks 2020 Simulation Premium. S-au impus ca date de intrare o viteză a roții inerțiale de $n = 8.000$ rpm, care corespunde unei viteze unghiulare de $\omega = 837,75804$ rad/s, temperatura de lucru în condiții de laborator $T = 25$ °C, număr de elemente tetraedrice 50,784. După efectuarea calculului numeric a rezultat harta de culori pentru rezistența admisibilă la întindere prezentată în Fig. 6.

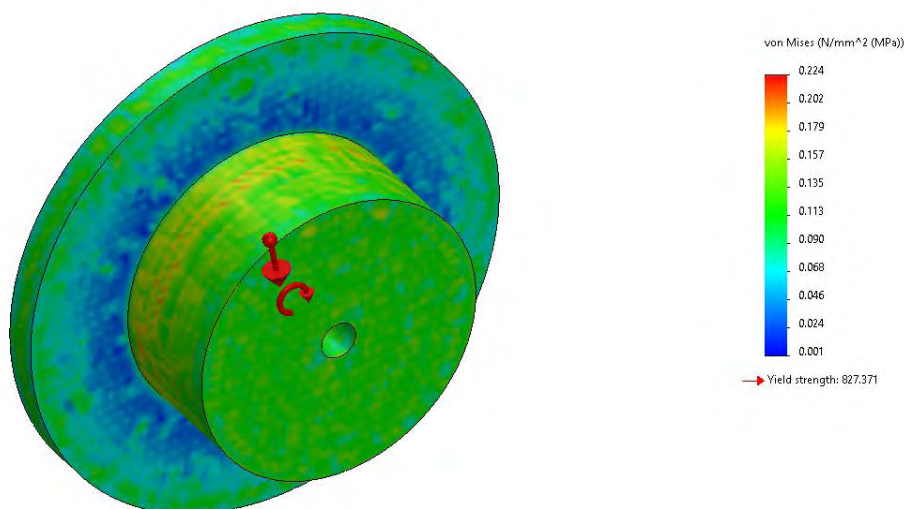
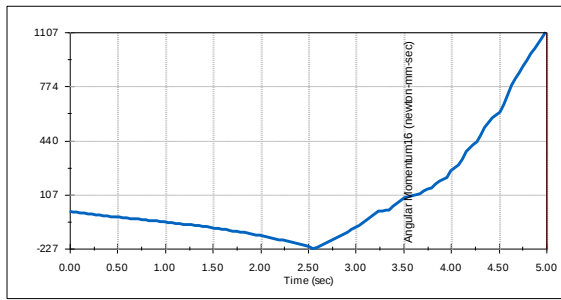


Fig. 18. Rezistența admisibilă la întindere a volantei la 8000 rpm.

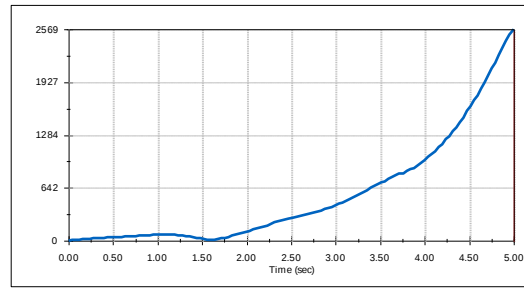
Se observă că rezistența admisibilă la întindere a roții inerțiale, rezultată în urma simulării, este de $0,224$ N/mm², nesemnificativă față de 827.37 N/mm².

Rezultatele simulării numerice utilizând FEA a CMG În vederea realizării modelării numerice cu ajutorul softului SolidWorks 2020 s-a realizat un model 3D simplificat al CMG. Pentru simulare s-a utilizat modulul Motion Analysis cu elemente finite din SolidWorks 2020 și nu s-au luat în calcul frecările din lagăre precum și perturbațiile exterioare care apar în funcționarea CMG, întreg ansamblul având o greutate de ~ 50 g.

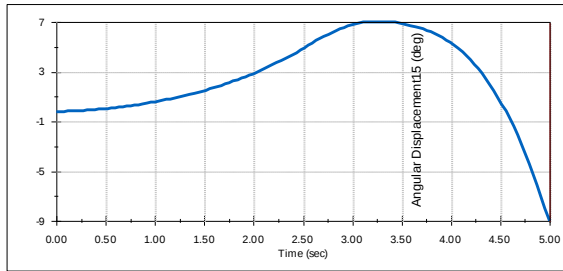
În Fig. 19 sunt prezentate rezultatele simulării pentru momentul unghiular și deplasarea unghiulară pentru mai multe deplasări unghiulare la diverse turații ale roților inerțiale timp de 5s, folosind modulul de Motion Analysis din SolidWorks 2020.



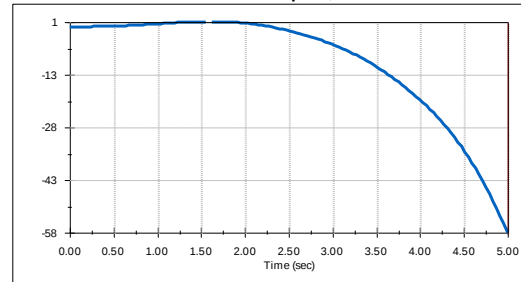
a) Momentul unghiular al CMG la $n=3000$ rpm, rot. 40° .



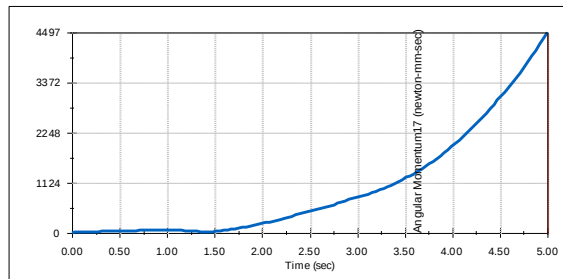
b) Momentul unghiular al CMG la $n=5000$ rpm, rot. 40° .



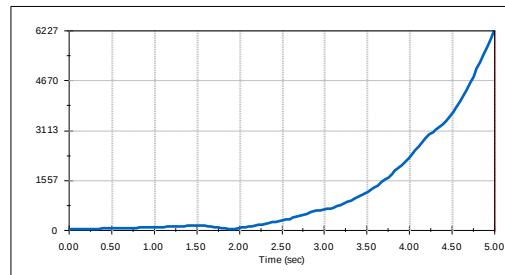
c) Deplasarea unghiulară $n=3000$ rpm, rot. 40° .



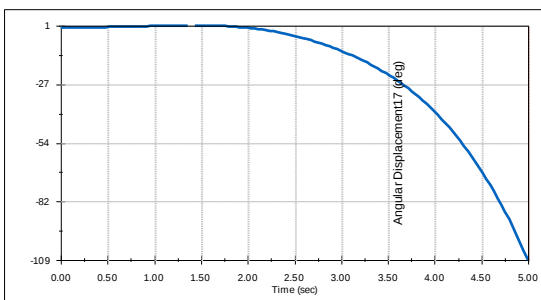
d) Deplasarea unghiulară $n=5000$ rpm, rot. 40° .



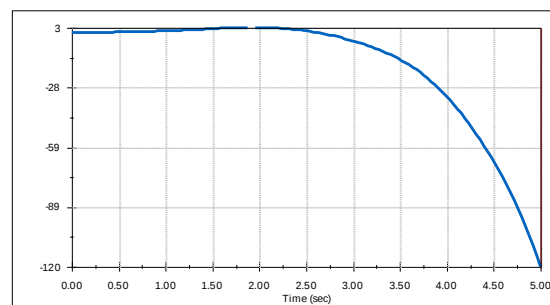
e) Momentul unghiular al CMG la $n=3000$ rpm, rot. 60° .



f) Momentul unghiular al CMG la $n=5000$ rpm, rot. 60° .



g) Deplasarea unghiulară $n=3000$ rpm, rot. 60° .



h) Deplasarea unghiulară $n=5000$ rpm, rot. 60° .

Fig. 19. Rezultatele simulării numerice pentru CMG.

Odată cu modificarea turației a roților inerțiale crește momentul unghiular și unghiul de inclinare al CMG, astfel pentru o turație a roților inerțiale de $n = 3000$ rpm și o deplasare unghiulară a axei giroscopului de 40° s-a obținut un moment unghiular de $T_{CMG} = 1107 \text{ Nmm}\cdot\text{s}$ (deplasarea unghiulară a CMG fiind de -9°), respectiv la o turație de $n = 5000$ rpm și aceeași deplasare unghiulară a axei giroscopului de 40° s-a obținut $T_{CMG} = 2569 \text{ Nmm}\cdot\text{s}$ (deplasarea unghiulară a CMG în acest caz fiind de -58°), ceea ce reprezintă o mișcare amplificată a CMG.

Documentația de execuție sistem CMG conține desenele tuturor reperelor și subansamblelor care intră în componența giroscopului de control al momentului CMG și anume:

- desenul de ansamblu "Giroscop de control al momentului" cod GCM – 00;
- subansamblu "Carcasă motor-volant" cod GCM – 01.0;

- 9 desene de execuție ale reperelor care intră în componența ansamblului general menționat, repere ce necesită realizarea integrală prin diverse procedee de prelucrare sau necesită efectuarea unor anumite operațiuni de prelucrare mecanică asupra unor semifabricate sau componente standardizate.

Documentația de execuție elaborată conține toate informațiile tehnice și tehnologice necesare pentru ca giroscopul de control al momentului CMG care face obiectul proiectului să fie realizat în conformitate cu cerințele impuse. Aceste informații includ dimensiunile de gabarit și de montaj ale ansamblului general, toate cotele necesare pentru execuția reperelor componente, toleranțele dimensionale, de formă și de poziție, materialele care trebuie utilizate și calitatea suprafețelor reperelor componente. Desenul de ansamblu "Giroscop de control al momentului" cod GCM – 00 este prezentat în Fig. 20.

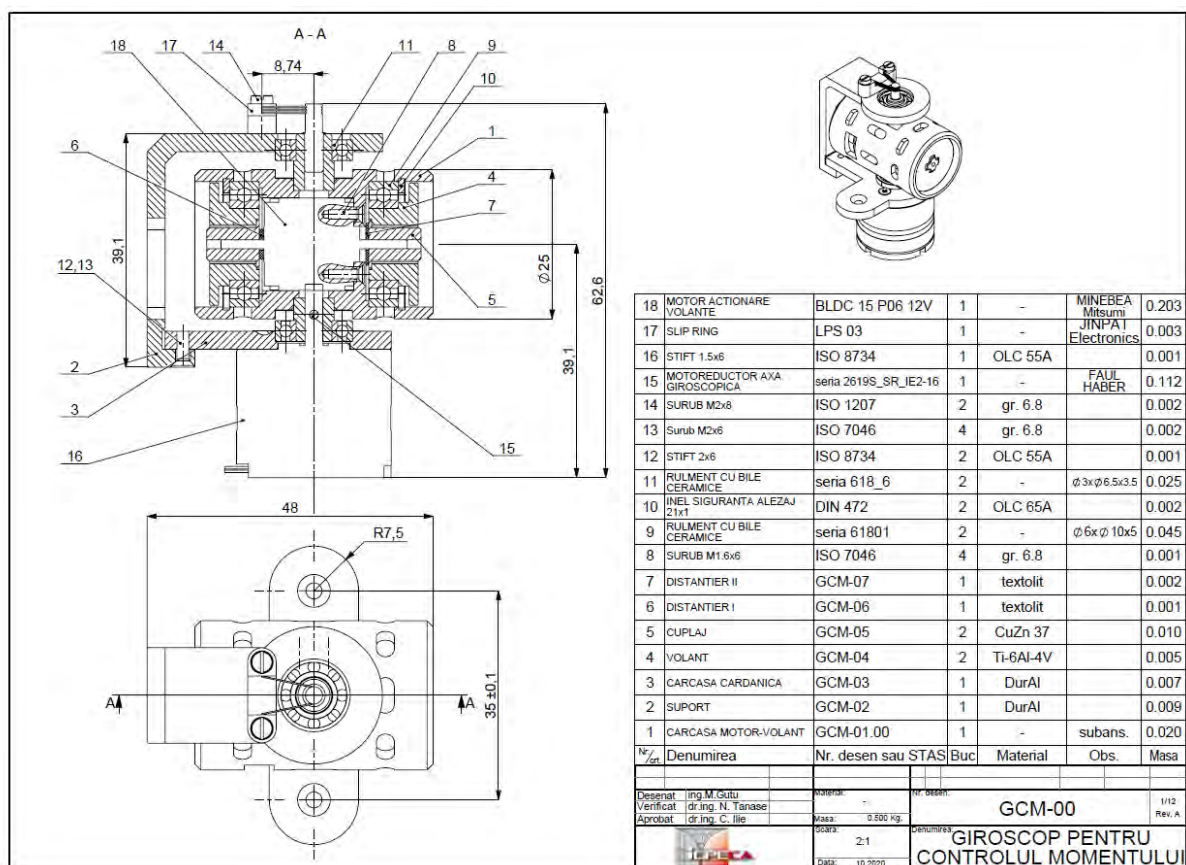


Fig. 20. Desenul de ansamblu "Giroscop de control al momentului" cod GCM – 00.

Rezultatele obtinute in cadrul proiectului PN19310304:

- un raport de testare a regulatorului de presiune,
- un raport de testare a standului pentru caracterizarea comportamentului termic al electromagneților și de analiză a rezultatelor obținute,
- un regulator hidraulic de presiune ce poate fi comandat cu ajutorul unui program pe un PC,
- un stand ce permite caracterizarea electromagneților cu răcire forțată atât din punct de vedere termic cât și hidraulic.
- o analiză a soluțiilor utilizate pentru roboții de inspecție,
- identificarea soluției pentru dezvoltarea de roboți de mici dimensiuni care nu își bazează deplasarea pe forța de tracțiune pe pereți,
- analiza soluțiilor constructive posibile pentru sistemele componente ale robotului și pentru ansamblu (varianta cu șenile și varianta cu roți).

- stabilirea soluției constructivă ce va fi utilizată, cu structură adaptabilă pasivă pe bază de arcuri elicoidale extensibile, cu un singur motor central de acționare.
- a fost efectuată modelarea 3D a elementelor componente pentru giroscopul de control al momentului CMG și a ansamblului care integrează motorul BLDC de acționare și motoreductorul cu encoder integrat pentru axa giroscopică,
- au fost realizate modelări și optimizări utilizând FEA (*Finite Element Analysis*) pe soluția adoptată,
- a fost realizată documentația tehnică de execuție a giroscopului de control al momentului CMG,
- a fost elaborat și trimis spre publicare un articol cu titlul: *Fluidic and Thermal Characterization of a Sextupol Magnet for the Storage Ring of the FAIR Project*, trimisă spre publicare, Noiembrie 2020, în revista Rev. Roum. Sci. Techn.– Électrotechn. et Énerg., ISSN: 0035-4066,
- a fost elaborată și depusă la OSIM o cerere de brevet de invenție cu titlul: *Echipament pentru reglarea continuă a debitului lichidelor, cu acționare electrică directă a elementului care realizează modificarea secțiunii de curgere*. Autori: Ionel CHIRIȚĂ, Dragoș OVEZEA, Nicolae TĂNASE, Cristinel ILIE, Marius POPA. Cererea a fost înregistrată la OSIM cu numărul: A/00694 din 03.11.2020.