

Raport științific și tehnic

Proiect 593PED / 01.07.2022

Cod depunere: PN-III-P2-2.1-PED-2021-0723

***Model demonstrativ de tehnologie de procesare termomecanică a aliajului
inoxidabil super-duplex UNS S32750 / F53 / 1.4410***

Etapa a III-a / 2024

Demonstrarea și validarea tehnologiei de procesare termomecanică - partea a II-a

Iunie 2024

CUPRINS

	Pag.
Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei a III-a / 2024	1
Rezumatul Etapei a III-a / 2024	2
Obiectivele Etapei a III-a / 2024	2
Rezultatele Etapei a III-a / 2024	2
I. Activități derulate	3
I.1. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea a II-a	3
I.2. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea a II-a	5
I.3. Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate termomecanic - partea a II-a	9
II. Diseminarea rezultatelor	11

Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei a III-a / 2024

În perioada de derulare a Etapei a III-a / 2024 a proiectului: **PN-III-P2-2.1-PED-2021-0723**, Acronim: **SDSS-ThermProTech**, Contract nr. **593PED/01.07.2022** s-au derulat următoarele activități prevăzute în **Planul de realizare** a proiectului:

- *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea a II-a;*
- *Caracterizarea microstructurală avansată a probelor procesate prin deformare plastică la cald - partea a II-a;*
- *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea a II-a;*
- *Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate prin tratament termic final - partea a II-a;*
- *Diseminarea pe scară largă prin comunicarea și publicarea națională sau internațională a rezultatelor.*

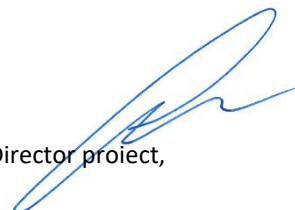
Obiectivul principal al Etapei a III-a / 2023 a fost reprezentat de demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică (prin deformare plastică la cald și tratament termic final) pentru aliajul UNS S32750 / F53 / 1.4410, astfel încât, să se obțină un cu proprietăți microstructurale și mecanice adecvate. Un obiectiv secundar al Etapei a III-a / 2024 a fost constituit de diseminarea și exploatarea rezultatelor științifice obținute pe parcursul derulării proiectului în anul 2024.

În urma derulării activităților științifice, s-a demonstrat și validat varianta componentelor tehnologiei de procesare termomecanică (prin deformare plastică la cald și tratament termic final), pe baza cărora rezultă un material cu o microstructură bifazică (δ și γ), omogenă, fără defecte microstructurale, având o dimensiune de grăunte de fază $\delta < 35\mu\text{m}$, respectiv, de fază γ între $(15 - 20)\mu\text{m}$, și care posedă următoarele caracteristici mecanice: limită maximă de rezistență $\sim (770 - 780)\text{MPa}$, limită de curgere $\sim (560 - 570)\text{MPa}$, alungire la rupere $\sim (42 - 45)\%$ și reziliență $\sim (141 - 148)\text{J}$, având următoarele caracteristici tehnologice:

- componenta tehnologică de deformare plastică la cald:
 - o temperatura de deformare plastică la cald: $\sim 1100^\circ\text{C}$;
 - o gradul total de deformare aplicat: $\sim 70\%$;
- componenta tehnologică de tratament termic final:
 - o temperatura de tratament termic: $\sim 1120^\circ\text{C}$;
 - o durata de tratament termic: $\sim (10\text{min} - 30\text{min})$;
 - o mediu de răcire: apă.

De asemenea, în cadrul Etapei a III-a / 2024 au fost realizate, integral, activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: trei lucrări științifice prezentate la două conferințe științifice internaționale și un workshop național (în domeniul proiectului), precum și o lucrare submitată spre publicare la o revistă cotate ISI.

Director proiect,



Rezumatul Etapei a III-a / 2024

Coordonatorul (CO) proiectului: **PN-III-P2-2.1-PED-2021-0723** / Acronim: **SDSS-ThermProTech** este UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN BUCUREȘTI. Managementul proiectului a asigurat respectarea planificării și realizarea activităților din planul de realizare a proiectului, care au condus la îndeplinirea în totalitate a obiectivelor științifice și tehnice ale Etapei a III-a / 2024. Rezultatele științifice și tehnice obținute la execuția Etapei a III-a / 2024 sunt incluse în raportul științific și tehnic al Contractorului. Pe tot parcursul derulării proiectului, Coordonatorul de proiect (CO) a gestionat/analizat/sintetizat datele științifice și financiare, care au fost stocate în format electronic și fizic, și au fost prelucrate la final, pentru întreaga etapă a proiectului.

Pentru atingerea obiectivelor din această etapă s-au derulat următoarele activități prevăzute în **Planul de realizare** a proiectului:

- *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea a II-a;*
- *Caracterizarea microstructurală avansată a probelor procesate prin deformare plastică la cald - partea a II-a;*
- *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea a II-a;*
- *Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate prin tratament termic final - partea a II-a;*
- *Diseminarea pe scară largă prin comunicarea și publicarea națională sau internațională a rezultatelor;*

Au fost realizate, integral, activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice:

- două lucrări prezentate la două conferințe științifice internaționale (în domeniul proiectului);
- o lucrare prezentată la un workshop științific național (în domeniul proiectului);
- o lucrare submitată spre publicare la o revistă cotate ISI.

Obiectivele Etapei a III-a / 2024

Obiectivul general al proiectului se referă la obținerea / realizarea unei tehnologii de procesare termomecanică pentru aliajul UNS S32750 / F53 / 1.4410.

Obiectivul principal al Etapei a III-a / 2024 a fost reprezentat de demonstrarea și validarea componentelor tehnologice de deformare plastică la cald și de tratament termic final pentru aliajul UNS S32750 / F53 / 1.4410, astfel încât să se obțină un produs final cu proprietăți microstructurale și mecanice adecvate. Un obiectiv secundar al Etapei a III-a / 2024 a fost constituit de diseminarea și exploatarea rezultatelor științifice obținute pe parcursul derulării proiectului în anul 2024.

Rezultatele Etapei a III-a / 2024

Rezultat (conform Planului de realizare)	Grad de îndeplinire
<i>Studiu de validare a componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald / Lot probe procesate prin deformare plastică la cald (partea a II-a)</i>	100% (RST – pct. I.1)
<i>Studiu de validare a componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final / Lot probe procesate prin tratament termic final (partea a II-a)</i>	100% (RST – pct. I.2)
<i>Diseminarea rezultatelor:</i> - <i>submisie articol științific pentru publicare în revistă ISI;</i> - <i>comunicări științifice la evenimente științifice internaționale / naționale.</i>	100% (RST – pct. II)

I. Activități derulate

I.1. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea a II-a

Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald – s-au realizat prin analiza repetabilității și reproductibilității parametrilor de procesare termomecanică aplicați aliajului UNS S32750 și, respectiv, a parametrilor microstructurali obținuți (*fracție masică faze componente și analiză câmp rezidual tensiune / deformare – dezorientare cristalografică maximă*). Pentru aceasta, s-a plecat de la 10 probe de aliaj UNS S32750, în aceeași stare structurală inițială (AR - *as-received*), care au fost deformate plastic la cald conform schemei de procesare stabilite în cadrul Etapei I / 2022 – Activitate 1.3: *Experimentarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald (conform Plan de realizare proiect)* și anume: temperatura de deformare: $T = 1100^{\circ}\text{C}$; gradul total de deformare aplicat: $\varepsilon = 70\%$.

Aliajul UNS S32750 în stare inițială - AR (*as-received*)

Caracterizarea microstructurală prin difracție de raze X a aliajului UNS S32750, aflat în stare inițială (AR - *as-received*) (figura I.1.1), a relevat faptul că microstructura este alcătuită din ferită (δ) și austenită (γ). De asemenea, analiza XRD a evidențiat că, faza δ este caracterizată de un sistem cristalin de tip CVC, având parametrul de rețea $a = 2,88(1)\text{\AA}$ și un nivel redus de microdeformație (la nivel de rețea cristalină), de $\varepsilon = 0,03(6)\%$, în timp ce, faza γ este caracterizată de un sistem cristalin de tip CFC, având parametrul de rețea $a = 3,61(5)\text{\AA}$ și un nivel de microdeformație de $\varepsilon = 0,03(7)\%$ (tabelul I.1.1). Nu au fost detectate alte faze secundare.

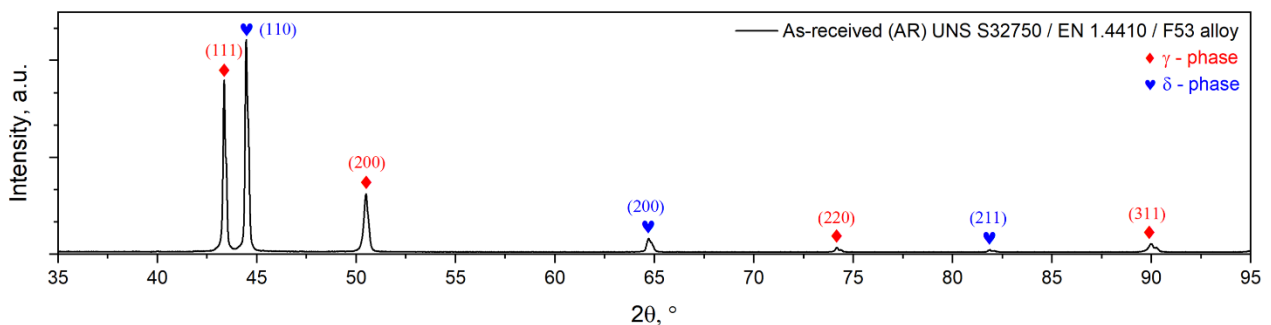


Fig. I.1.1. Spectrul XRD caracteristic pentru aliajul UNS S32750 în stare inițială (AR).

Tabel I.1.1. Parametrii microstructurali XRD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 în stare inițială (AR – *as-received*).

Parametrii caracteristici	Faza δ (ferita)	Faza γ (austenita)	Faza σ
Parametrul de rețea cristalină, a [$\text{\AA}$]	2,88(1)	3,61(5)	-
Microdeformația la nivel de rețea cristalină, ε [%]	0,03(6)	0,03(7)	-

Caracterizarea microstructurală avansată a probelor s-a realizat prin tehnica de investigare SEM-EBSD (*Scanning Electron Microscopy – Electron Backscatter Diffraction*), punându-se în evidență caracteristicile microstructurale ale fazelor constitutive δ (ferită) și γ (austenită). Pentru fiecare parametru microstructural analizat au fost efectuate 10 măsurători independente (câte o măsurătoare pe fiecare probă deformată plastic la cald). Datele măsurate au fost analizate statistic pentru a determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora.

Se poate observa că, în aliajul UNS S32750 aflat în stare inițială (AR – *as-received*), faza γ prezintă o morfologie sub formă de insule, având o dimensiune medie de grăunte de aprox. $6,9 \pm 1,9 \mu\text{m}$, în timp ce, masa de bază este reprezentată de faza δ , care prezintă o dimensiune medie de grăunte de aprox. $14,2 \pm 1,3 \mu\text{m}$ (figura I.1.2, tabelul I.1.2). Analiza SEM-EBSD a arătat că, fracția masică de fază δ este situată la aprox. $55,15 \pm 0,95\%$ și de aprox. $44,85 \pm 0,95\%$, în cazul fazei γ (figura I.1.2, tabelul I.1.2). De asemenea, analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constitutive, caracterizat de o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $9,1 \pm 0,7^{\circ}$, în principal la nivelul fazei δ .

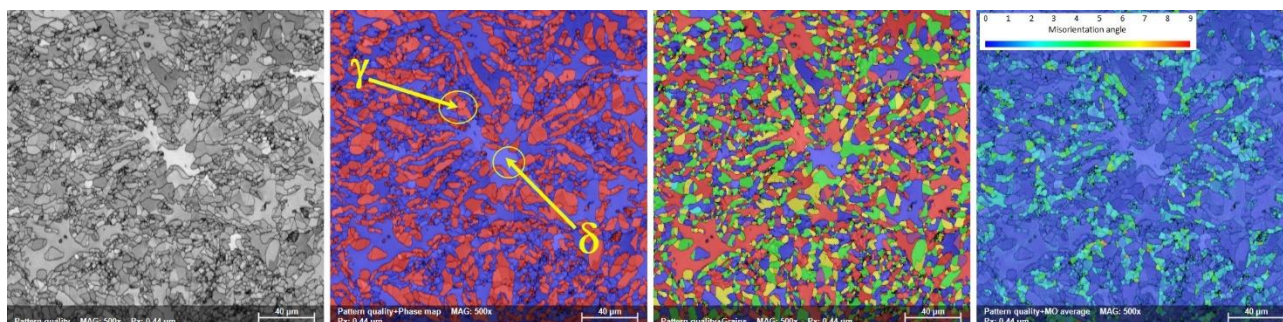


Fig. I.1.2. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare inițială (AR – as-received), ordin de mărire X500 (pattern quality; phase map; grains map; misorientation map).

Tabel I.1.2. Parametrii microstructurali SEM-EBSD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 în stare inițială (AR).

Parametrii caracteristici	Faza δ (ferită)	Faza γ (austenită)	Faza σ
Fracția masică [wt%]	$55,15 \pm 0,95$	$44,85 \pm 0,95$	-
Dimensiunea medie de grăunte [μm]	$14,2 \pm 1,3$	$6,9 \pm 1,9$	-
Dezorientare maximă [$^\circ$]	$9,1 \pm 0,7$		-

Aliajul UNS S32750 în stare deformată plastic la cald - HR (hot-rolled)

Caracterizarea microstructurală prin difracție de raze X a aliajului UNS S32750, aflat în stare deformată plastic la cald (HR - hot-rolled) (figura I.1.3), a relevat faptul că microstructura este alcătuită din ferită (δ) și austenită (γ). De asemenea, analiza XRD a evidențiat că, faza δ este caracterizată de un sistem cristalin de tip CVC, având parametrul de rețea $a = 2,88(6)\text{\AA}$ și un nivel al microdeformație (la nivel de rețea cristalină), de $\epsilon = 0,11(2)\%$, în timp ce, faza γ este caracterizată de un sistem cristalin de tip CFC, având parametrul de rețea $a = 3,61(5)\text{\AA}$ și un nivel al microdeformație de $\epsilon = 0,34(2)\%$ (tabelul I.1.3). Nu au fost detectate alte faze secundare.

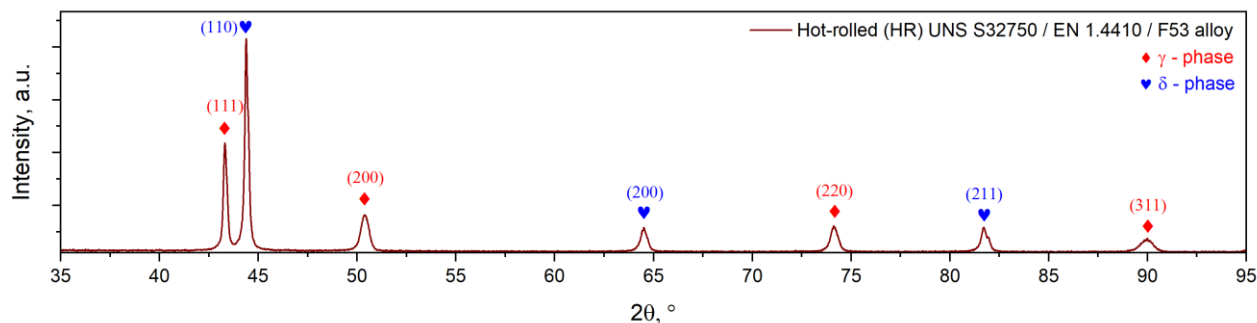


Fig. I.1.3. Spectrul XRD caracteristic pentru aliajul UNS S32750 deformată plastic la cald (HR).

Tabel I.1.3. Parametrii microstructurali XRD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 deformată plastic la cald (HR).

Parametrii caracteristici	Faza δ (ferită)	Faza γ (austenită)	Faza σ
Parametrul de rețea cristalină, a [$\text{\AA}$]	2,88(6)	3,61(9)	-
Microdeformația la nivel de rețea cristalină, ϵ [%]	0,11(2)	0,34(2)	-

Analiza microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 în stare deformată plastic la cald (HR – hot-rolled) arată că austenita (γ) prezintă o morfologie sub formă de insule alungite în lungul direcției de laminare, în masa de ferită (δ) (figura I.1.4). De asemenea, analiza SEM-EBSD a arătat că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma deformării plastice la cald, este situată la aprox. $53,5 \pm 0,8\%$, iar fracția masică de fază γ , la aprox. $46,5 \pm 0,8\%$ (tabelul I.1.4). Analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constituente, care a produs o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $24,1 \pm 1,6^\circ$, în principal la nivelul fazei δ , cauzat de gradul mare de deformare plastică aplicat ($\approx 70\%$) (figura I.1.4, tabelul I.1.4). O observație importantă este reprezentată de prezența grăunților de ferită (δ) recrystalizați dinamic (DRX) în timpul deformării plastice la cald, fapt ce arată că la această temperatură de deformare aliajul UNS S32750 posedă o capacitate de acomodare a deformației ridicată, ceea ce face ca

procesul de deformare să poată fi efectuat cu grade și mai mari de deformare ($> 70\%$), fără distrugerea integrității structurale a aliajului UNS S32750.

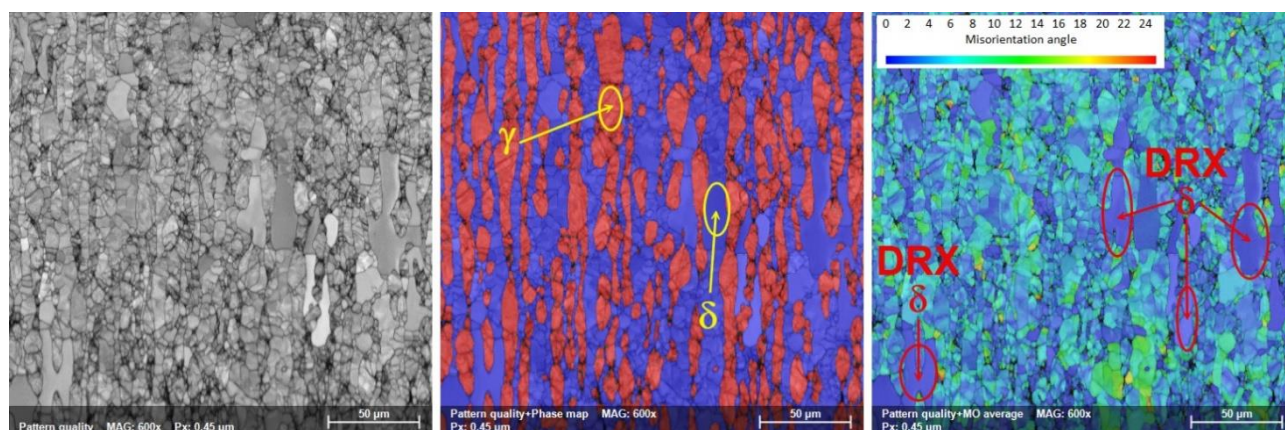


Fig. I.1.4. Imagini microstructurale SEM-EBSD pentru aliajul UNS S32750 deformat plastic la cald (HR) (pattern quality; phase map; misorientation map).

Tabel I.1.4. Parametrii microstructurali SEM-EBSD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 deformată plastic la cald (HR).

Parametrii caracteristici	Faza δ (ferita)	Faza γ (austenita)	Faza σ
Fracția masică [wt%]	$53,5 \pm 0,8$	$46,5 \pm 0,8$	-
Dimensiunea medie de grăunte [μm]	-	-	-
Dezorientare maximă [$^\circ$]	$24,1 \pm 1,6$		-

Analiza rezultatelor obținute arată următoarele:

Ținându-se cont de cerințele impuse în proiectarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53, precum și de rezultatele microstructurale obținute în cadrul cercetărilor experimentale, în urma căreia să rezulte un material cu o microstructură bifazică (δ și γ), omogenă și fără defecte microstructurale - cuprinde următoarele (figura I.1.5):

- temperatura de deformare plastică: $\sim 1100^\circ\text{C}$;
- gradul total de deformare aplicat: până la 70% (sau chiar mai mare);
- reîncălziri după fiecare etapă de deformare parțială.

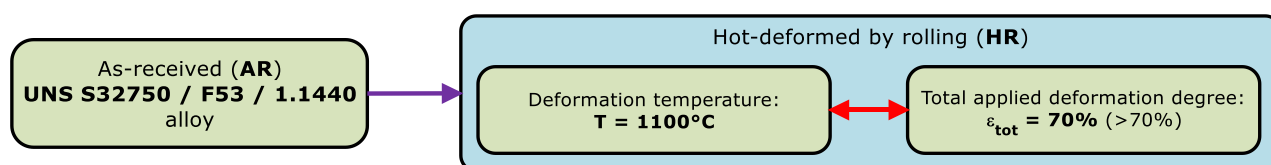


Fig. I.1.5. Schema finală de procesare prin deformare plastică la cald aplicată aliajului UNS S32750.

Finisarea microstructurii aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53, în vederea obținerii unei combinații optime de proprietăți mecanice (rezistență, plasticitate și reziliență), se realizează în urma etapei de tratament termic final.

I.2. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea a II-a

Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final – s-au realizat prin analiza repetabilității și reproductibilității parametrilor de procesare termomecanică aplicați aliajului UNS S32750 și, respectiv, a parametrilor microstructurali (fracție masică faze constitutive, dimensiune medie grăunți faze constitutive și analiză câmp rezidual tensiune / deformare – dezorientare cristalografică maximă) și mecanici (limită maximă de rezistență, limită de curgere, alungire la rupere și energie consumată la rupere/reziliență) obținuți. Pentru aceasta, s-a plecat de la probe de aliaj UNS S32750 deformat plastic la cald în aceleași condiții de procesare termomecanică (temperatura de deformare: $T = 1100^\circ\text{C}$ și gradul total de deformare aplicat: $\varepsilon = 70\%$), care au fost tratate termic final conform schemei de procesare stabilite în cadrul Etapei a II-a / 2023 – Activitate 2.3: Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final (conform Plan de realizare proiect) și anume:

- temperatura de tratament: 1120°C (ST 3);
- durata de menținere : t = 10 min (ST 1); 20min (ST 2); 30min (ST 3);
- răcire: apă.

Pentru fiecare parametru microstructural analizat au fost efectuate 10 măsurători, pe câmpuri de analiză alese aleatoriu, care au fost analizate statistic pentru a determina valoarea medie și, respectiv, dispersia datelor măsurate.

Analiza microstructurală XRD

Caracterizarea microstructurală prin difracție de raze X a aliajului UNS S32750, aflat în stare tratată termic final (ST – solution treated) (figura I.1.1), a relevat faptul că indiferent de durata de menținere (de t = 10 min - ST 1; t = 20min - ST 2; t = 30min - ST 3) la temperatura de tratament (de T = 1120°C), microstructura este alcătuită exclusiv din ferită (δ) și austenită (γ). De asemenea, analiza XRD a evidențiat că faza δ , caracterizată de un sistem cristalin de tip CVC, este caracterizată de parametrul de rețea cu valoarea medie de aprox. $a = 2,88\text{\AA}$ și un nivel al microdeformație de $\varepsilon = 0,02\%$, în timp ce, faza γ , caracterizată de un sistem cristalin de tip CFC, este caracterizată de parametrul de rețea cu valoarea medie de aprox. $a = 3,61\text{\AA}$ și un nivel al microdeformație de $\varepsilon = 0,02\%$.

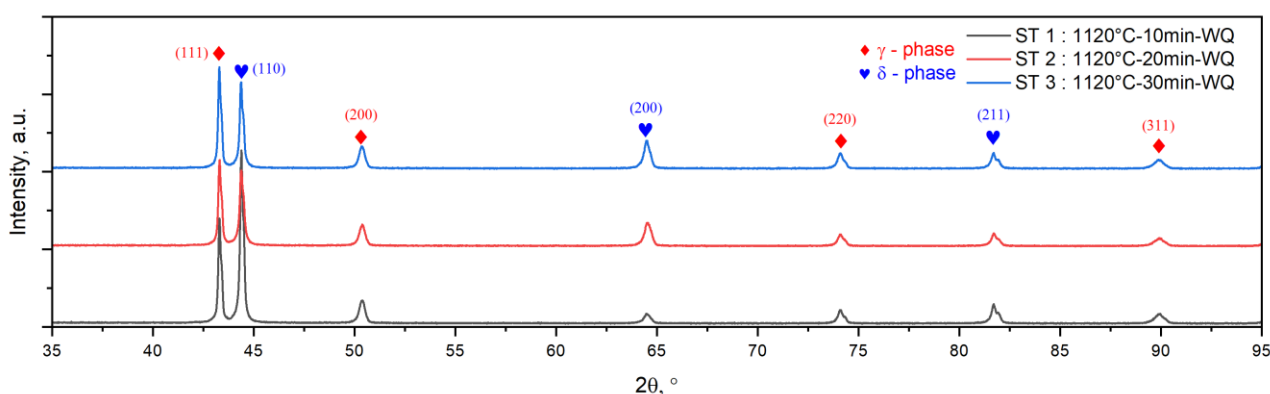


Fig. I.1.3. Spectre XRD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 tratat termic final (ST).

Tabel I.1.3. Parametrii microstructurali XRD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 tratat termic final (ST).

Parametrii caracteristici	Faza δ (ferita)	Faza γ (austenita)	Faza σ
Temperatura de tratament termic final, T = 1120°C / Durata de tratament, t = 10min (ST 1)			
Parametrul de rețea cristalină, a [$\text{\AA}$]	2,88(1)	3,61(2)	-
Microdeformația la nivel de rețea cristalină, ε [%]	0,02(1)	0,02(3)	-
Temperatura de tratament termic final, T = 1120°C / Durata de tratament, t = 20min (ST 2)			
Parametrul de rețea cristalină, a [$\text{\AA}$]	2,88(5)	3,61(7)	-
Microdeformația la nivel de rețea cristalină, ε [%]	0,02(6)	0,02(7)	-
Temperatura de tratament termic final, T = 1120°C / Durata de tratament, t = 30min (ST 3)			
Parametrul de rețea cristalină, a [$\text{\AA}$]	2,88(3)	3,61(4)	-
Microdeformația la nivel de rețea cristalină, ε [%]	0,02(6)	0,02(6)	-

Analiza microstructurală SEM

Analiza microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 (figura I.2.1), în stare tratată termic final la temperatura de 1120°C cu durata de menținere de 10min și răcire în apă (1120°C-10min-WQ - ST 1), arată că austenita (faza γ) prezintă o morfologie sub formă de insule alungite în lungul direcției de laminare, în masa de ferită (faza δ). Analiza SEM-EBSD (tabelul I.2.1) a arătat că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma tratamentului termic final cu durata de 10min (ST 1), este situată la aprox. $54,3 \pm 1,1\%$, iar fracția masică de fază γ , la aprox. $45,7 \pm 1,1\%$. Analiza dimensiunii medii de grăunte (tabelul I.2.1) a arătat că, pentru faza δ , rezultă o dimensiune medie de aprox. $28,3 \pm 0,9\ \mu\text{m}$, iar în cazul fazei γ , de aprox. $17,1 \pm 1,1\ \mu\text{m}$. De asemenea, analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constitutive, care a produs o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $6,8 \pm 0,7^\circ$, în principal la nivelul fazei δ (tabelul I.2.1).

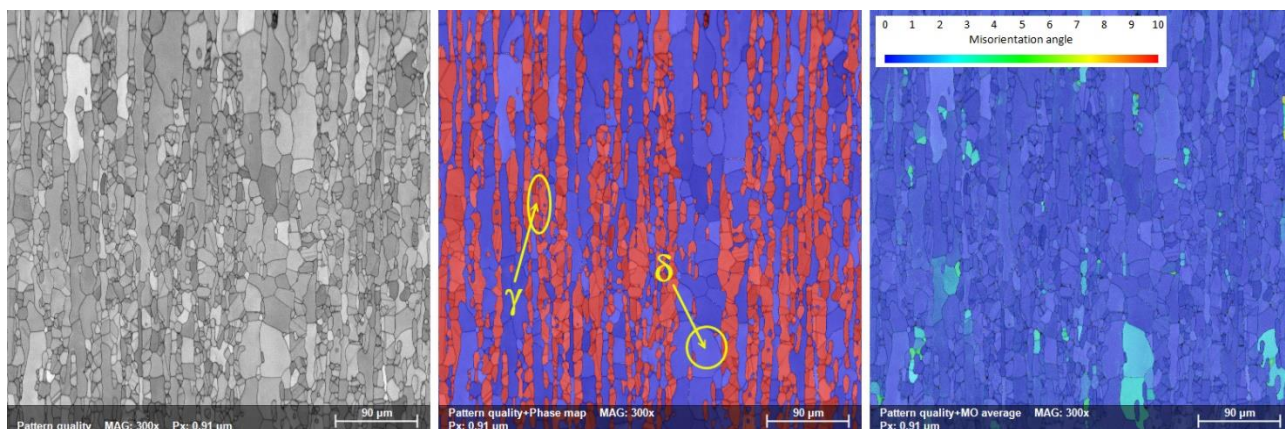


Fig. I.2.1. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la 1120°C-10min-WQ (ST 1) (pattern quality; phase map; misorientation map).

Analiza microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 (figura I.2.2), în stare tratată termic final la temperatura de 1120°C cu durata de menținere de 20min și răcire în apă (1120°C-20min-WQ - ST 2), arată că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma tratamentului termic final cu durata de 20min (ST 2), este situată la aprox. $56,2 \pm 0,9 \%$, iar fracția masică de fază γ , la aprox. $43,8 \pm 0,9 \%$ (tabelul I.2.2). Analiza dimensiunii medii de grăunte (tabelul I.2.2) a arătat că, pentru faza δ , rezultă o dimensiune medie de aprox. $28,9 \pm 1,4 \mu\text{m}$, iar în cazul fazei γ , de aprox. $18,1 \pm 1,5 \mu\text{m}$. De asemenea, analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constituente, care a produs o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $6,1 \pm 0,5^\circ$, în principal la nivelul fazei δ (tabelul I.2.2).

Tabel I.2.1. Evoluția caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1120°C-10min-WQ (ST 1).

Faza	Temperatura de tratament termic final, $T = 1120^\circ\text{C}$ / Durata de tratament, $t = 10\text{min}$ (ST 1)		
	Fracție masică, %	Dimensiune medie de grăunte, μm	Dezorientare maximă, $^\circ$
Faza δ (ferrită)	$54,3 \pm 1,1$	$28,3 \pm 0,9$	$6,8 \pm 0,7$
Faza γ (austenită)	$45,7 \pm 1,1$	$17,1 \pm 1,1$	

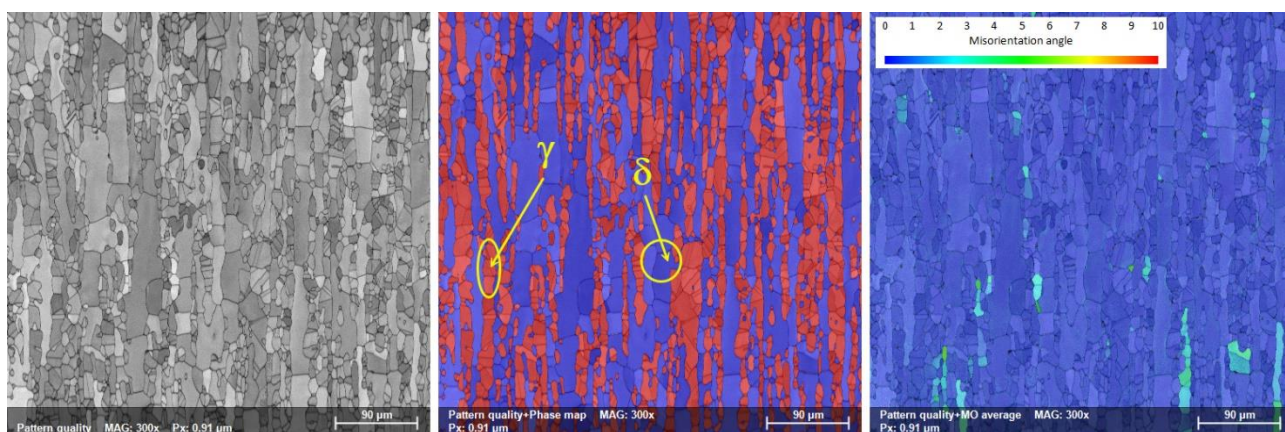


Fig. I.2.2. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la 1120°C-20min-WQ (ST 2) (pattern quality; phase map; misorientation map).

Tabel I.2.2. Evoluția caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1120°C-20min-WQ (ST 2).

Faza	Temperatura de tratament termic final, $T = 1120^\circ\text{C}$ / Durata de tratament, $t = 20\text{min}$ (ST 2)		
	Fracție masică, %	Dimensiune medie de grăunte, μm	Dezorientare maximă, $^\circ$
Faza δ (ferrită)	$56,2 \pm 0,9$	$28,9 \pm 1,4$	$6,1 \pm 0,5$
Faza γ (austenită)	$43,8 \pm 0,9$	$18,1 \pm 1,5$	

Analiza microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 (figura I.2.3), în stare tratată termic final la temperatura de 1120°C cu durata de menținere de 30min și răcire în apă (1120°C-30min-WQ - ST 3), arată că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma tratamentului termic final cu durata de 30min (ST 3), este situată la aprox. $58,5 \pm 1,2 \%$ și, respectiv, la aprox. $41,5 \pm 1,2 \%$, în cazul fazei γ (tabelul I.2.3). Analiza dimensiunii medii de grăunte (tabelul I.2.3), a arătat că, pentru fază δ , rezultă o dimensiune medie de aprox.

$31,1 \pm 1,4 \mu\text{m}$ și, respectiv, de aprox. $19,2 \pm 1,3 \mu\text{m}$, în cazul fazei γ . De asemenea, analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constituente, care a produs o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $6,2 \pm 0,5^\circ$, în principal la nivelul fazei δ (tabelul I.2.3).

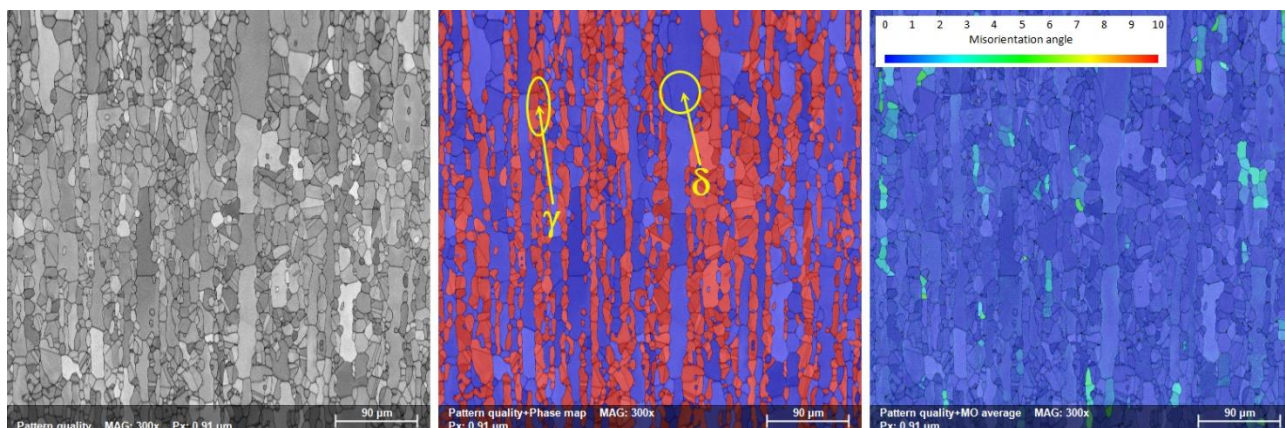


Fig. I.2.3. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la 1120°C -30min-WQ (ST 3) (pattern quality; phase map; misorientation map).

Tabel I.2.3. Evoluția caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1120°C -30min-WQ (ST 3).

Faza	Temperatura de tratament termic final, $T = 1120^\circ\text{C}$ / Durata de tratament, $t = 30\text{min}$ (ST 3)		
	Fracție masică, %	Dimensiune medie de grăunte, μm	Dezorientare maximă, $^\circ$
Faza δ (ferită)	$58,5 \pm 1,2$	$31,1 \pm 1,4$	$6,2 \pm 0,5$
Faza γ (austenită)	$41,5 \pm 1,2$	$19,2 \pm 1,3$	

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice

Pentru determinarea caracteristicilor / proprietăților mecanice au fost efectuate 10 testări de tracțiune și, respectiv, de reziliență, pe fiecare stare microstructurală analizată. Datele obținute au fost analizate statistic pentru a determina valoarea medie și, respectiv, dispersia datelor măsurate.

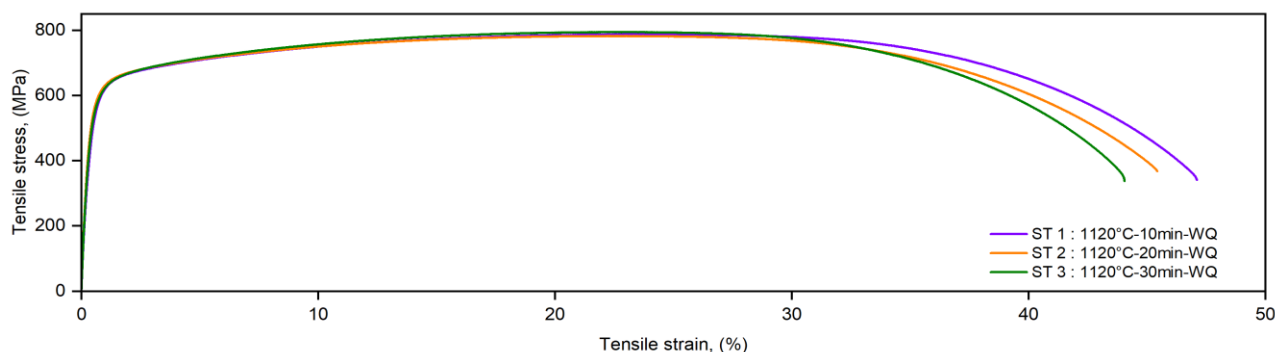


Fig. I.2.4. Curbe tensiune – deformație tipice pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la 1120°C și durate de menținere de 10min (ST 1), 20min (ST 2) și 30min (ST 3).

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice statice obținute în urma testelor de tracțiune (figura I.2.4 și tabelul I.2.4), pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la temperatura de 1120°C cu durată de menținere de 10min (ST 1), 20min (ST 2) și 30min (ST 3), arată că, odată cu creșterea duratei de menținere, se obține o creștere ușoară atât a limitei maxime de rezistență, cât și a limitei de curgere, în cazul limitei maxime de rezistență, de la aprox. $771,8 \pm 4,3 \text{ MPa}$ pentru durată de menținere de 10min (ST 1), la aprox. $783,5 \pm 3,3 \text{ MPa}$ pentru durată de menținere de 30min (ST 3), iar în cazul limitei de curgere, de la aprox. $564,2 \pm 4,1 \text{ MPa}$ pentru durată de menținere de 10min (ST 1), la aprox. $566,9 \pm 6,1 \text{ MPa}$ pentru durată de menținere de 30min (ST 3). În cazul alungirii la rupere se observă o ușoară scădere a acesteia, de la aprox. $44,8 \pm 2,1 \%$ pentru durată de menținere de 10min (ST 1), la aprox. $41,3 \pm 2,4 \%$ pentru durată de menținere de 30min (ST 3). Se observă că, în toate cazurile, se obțin valori ale proprietăților mecanice superioare celor minime impuse pentru aliajul investigat.

Tabelul I.2.4. Caracteristicile mecanice obținute în urma tratamentului termic final efectuat la 1120°C (ST).

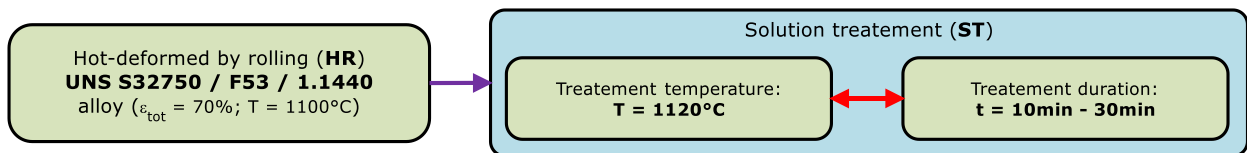
Stare structurală	Limita maximă de rezistență, σ_{UTS} [MPa]	Limita de curgere, $\sigma_{0.2}$ [MPa]	Alungire la rupere, ε [%]	Reziliența, KCV [J]
Cerințe minime	> (730 – 750)	> (530 – 550)	> 25	> 100
ST 1	771,8 ± 4,3	564,2 ± 4,1	44,8 ± 2,1	148,1 ± 1,7
ST 2	778,1 ± 3,1	565,1 ± 6,7	43,4 ± 2,6	145,1 ± 1,3
ST 3	783,5 ± 3,3	566,9 ± 6,1	41,3 ± 2,4	141,6 ± 2,5

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice dinamice obținute în urma testelor de reziliență (tabelul I.2.4), pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la temperatura de 1120°C cu durata de menținere de 10min (ST 1), 20min (ST 2) și 30min (ST 3), arată o descreștere ușoară a energiei consumate la rupere / rezilienței, de la aprox. 148,1 ± 1,7 J pentru durata de menținere de 10min (ST 1), la aprox. 141,6 ± 2,5 J pentru durata de menținere de 30min (ST 3). Se observă că, în toate cazurile, se obțin valori ale proprietăților mecanice superioare celor minime impuse pentru aliajul investigat.

Analiza rezultatelor obținute arată următoarele:

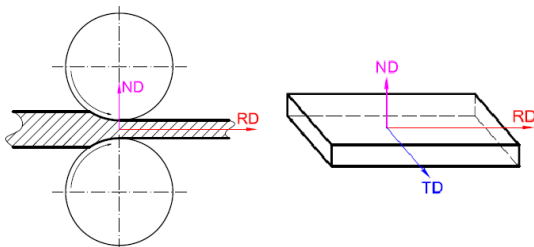
Ținându-se cont de cerințele impuse în proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53, precum și de rezultatele microstructurale și mecanice obținute în cadrul cercetărilor experimentale, în urma căreia să rezulte un material cu o microstructură bifazică (δ și γ), omogenă, fără defecte microstructurale și care să posede caracteristici mecanice optime (rezistență mecanică, plasticitate și reziliență ridicate) - cuprinde următoarele (figura I.2.5):

- temperatura de tratament termic final: ~ 1120°C;
- durata de menținere la temperatura de tratament termic final: ~ (10min – 30min);
- răcire în apă.

**Fig. I.2.5.** Schema finală a ciclului de tratament termic final aplicat aliajului UNS S32750 deformat plastic la cald.

I.3. Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate termomecanic - partea a II-a

În vederea determinării influenței condițiilor de procesare termomecanică (deformare plastică la cald și tratament termic final) asupra caracteristicilor microstructurale rezultate, a fost adoptat următorul sistem de referință al probelor în raport cu direcțiile principalele de procesare, și anume: RD (*rolling direction* – direcția de laminare), ND (*normal direction* – direcția normală) și TD (*transverse direction* – direcția transversală) (figura I.3.1). Toate probele procesate termomecanic au fost analizate avansat din punct de vedere microstructural. Analiza microstructurală a fost efectuată în planul definit de direcțiile de procesare RD-ND.

**Fig. I.3.1.** Reprezentarea schematică a sistemului de referință al probelor deformate prin laminare, în funcție de direcțiile de procesare RD (*rolling direction* – direcția de laminare), ND (*normal direction* – direcția normală) și TD (*transverse direction* – direcția transversală).

I.3.1. Caracterizarea microstructurală

Analiza microstructurală SEM-EBSD a probelor a fost realizată cu ajutorul unui microscop cu scanare de electroni (SEM), model TESCAN VEGA II – XMU, care poate lucra în modurile SEM-SE, SEM-BSE, SEM-EDS și SEM-EBSD (detector Bruker eFlash 1000). Cu ajutorul tehnicilor SEM-EBSD s-au analizat următoarele caracteristici: structura fazică, morfologia fazelor, distribuția dimensiunii de grăunte, dimensiunea medie a grăunților, orientarea cristalografică a grăunților, etc.

În vederea determinării caracteristicilor microstructurale pentru probele din aliaj UNS S32750, procesate termomecanic prin deformare plastică la cald și tratament termic final, au fost efectuate câte 3 măsurători SEM-EBSD, pe câmpuri de analiză alese aleatoriu, având drept condiții de măsurare următoarele:

- *ordinul de mărire:*
 - pentru punerea în evidență a microstructurii probelor procesate prin deformare plastică la cald: 600X;
 - pentru punerea în evidență a microstructurii probelor procesate prin tratament termic final: 300X;
- *rezoluția imaginilor SEM-EBSD:* 512 x 512 pixeli;
- *rezoluția detectorului EBSD:* 160 x 120 pixeli;
- *durata de expunere:* 2,50 ms/pixel.



Fig. I.3.2. Aspectul probelor înglobate / șlefuite-lustruite utilizate în analiza caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750.

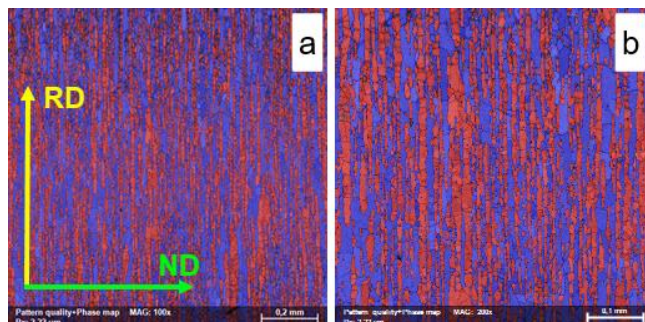


Fig. I.3.3. Imagini caracteristice SEM-EBSD pentru aliajul UNS S32750 procesat termomecanic, la ordinele de mărire de 100X - a și 200X - b.

Probele supuse caracterizării microstructurale au fost pregătite metalografic conform procedurii descrise în *Raportul Științific și Tehnic Etapa I-a / 2022 – 4. Caracterizarea microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53*. Aspectul probelor folosite în cadrul analizei caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 este prezentat în figura I.3.2. Pentru determinarea fracțiilor masice ale fazelor δ (ferită) și γ (austenită) au fost efectuate măsurători SEM-EBSD, la ordinele de mărire de 100X (figura I.3.3a) și 200X (figura I.3.3b), cu precizie de o zecimală. Datele măsurate au fost analizate statistic pentru a se determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora. Determinarea dimensiunii medii a grăunților fazelor δ (ferită) și γ (austenită) a fost efectuată pe baza de măsurători SEM-EBSD, la ordinele de mărire de 300X, cu precizie de o zecimală. Datele măsurate au fost analizate statistic pentru a se determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora.

I.5.2. Caracterizarea mecanică

Analiza proprietăților mecanice, în regim static, a probelor investigate, a fost realizată cu ajutorul unei mașini universale de testare mecanică, model INSTRON 3382, care poate lucra în modurile *tracțiune*, *compresiune* și *încovoiere*. S-au analizat următoarele caracteristici/proprietăți mecanice: *limita maximă de rezistență*, *limita de curgere* și *alungirea la rupere*. Analiza proprietăților mecanice, în regim dinamic, a probelor investigate, a fost realizată cu ajutorul unui ciocan de reziliență (Charpy), model INSTRON 450 MPX-v2-J1. S-au analizat următoarele caracteristici/proprietăți mecanice: *reziliența / energia consumată la rupere*.

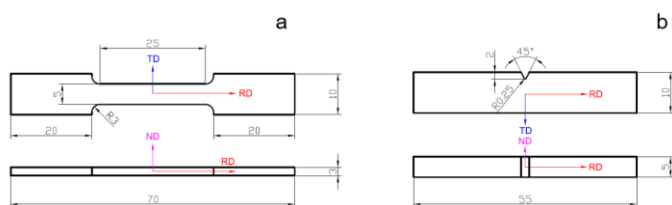


Fig. I.3.4. Reprezentarea schematică a configurației geometrice a probelor folosite în testarea mecanică RD, ND și TD.



Fig. I.3.5. Set de probe folosite în cadrul testelor de reziliență și tracțiune.

Configurația geometrică și aspectul probelor folosite în cadrul testării mecanice sunt prezentat în figura I.3.4 și figura I.3.5 (set de probe folosite în cadrul testării la tracțiune; set de probe folosite în cadrul

testării la impact/reziliență). În vederea determinării caracteristicilor mecanice pentru probele din aliaj UNS S32750, procesate termomecanic prin deformare plastică la cald și tratament termic final, au fost efectuate măsurători cu precizie de o zecimală. Datele măsurate au fost analizate statistic pentru a se determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora.

II. Diseminarea rezultatelor

Cercetările experimentale efectuate pe parcursul anului 2024 au condus la următoarea diseminare a rezultatelor științifice obținute:

1. prezentarea rezultatelor științifice la conferințe internaționale:

- V.D. Cojocaru, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru. *Effect of solution treatment on the microstructure and mechanical properties of UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; 4th Mediterranean Conference on Heat Treatment and Surface Engineering - MCHTSE 2024, 17 – 19.04.2024, Lecce, Italia;
- V.D. Cojocaru, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru. *Influence of solution treatment temperature on the microstructure and mechanical properties of UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; 33rd International Conference on Metallurgy and Materials - METAL 2024, 22 – 24.05.2023, Brno, Cehia;

2. prezentarea rezultatelor științifice la workshop-uri naționale:

- V.D. Cojocaru. *Effect of solution treatment on the microstructure and mechanical properties of UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; Tendințe Noi în Procesarea Materialelor Metalice – Ediția a V-a, 14.06.2024, București, România;

3. submitie articole științifice spre publicare în reviste cotate/indexate ISI:

- V.D. Cojocaru, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru. *Influence of solution treatment on the microstructure and mechanical properties of UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; submitis la revista JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH AND TECHNOLOGY (cotat ISI / FI 2023: 6,4)

Director proiect,
Vasile Dănuț COJOCARU