

# **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 aliajul  
inoxidabil super-duplex UNS S32750 / F53 / 1.4410***

**Etapa I / 2022**

***Proiectarea și experimentarea componentelor tehnologiei de procesare  
termomecanică: deformarea plastică la cald***

Decembrie 2022

# CUPRINS

	Pag.
Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei I / 2022	0
Rezumatul Etapei I / 2022	1
Obiectivele Etapei I / 2022	1
Rezultatele Etapei I / 2022	1
I. Activități derulate	2
1. Studiul deformabilității aliajului UNS S32750/EN 1.4410/F53	2
1.1. Studiul evoluției fazice la încălzire în cazul aliajului UNS S32750/EN 1.4410/F53	2
1.2. Determinarea plasticității aliajului UNS S32750/EN 1.4410/F53	7
1.3. Determinarea rezistenței la deformare plastică a aliajului UNS S32750/EN 1.4410/F53	11
2. Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald	14
3. Experimentarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald	15
4. Caracterizarea microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 procesat prin deformare plastică la cald	18
II. Diseminarea rezultatelor	20

## Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei I / 2022

În perioada de derulare a Etapei I / 2022 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:

1. *Studiul deformabilității aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410;*
2. *Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald;*
3. *Experimentarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald;*
4. *Caracterizarea microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410 procesat prin deformare plastică la cald;*
5. *Diseminare: publicarea națională / internațională a rezultatelor;*
6. *Diseminare: participare la manifestări tehnico-științifice.*

Obiectivul principal al Etapei I / 2022 a fost reprezentat de proiectarea și experimentarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald pentru aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410, astfel încât, să se obțină un produs deformat plastic fără defecte microstructurale (goluri interioare, microfisuri, fisuri, etc). Un obiectiv secundar al Etapei I / 2022 a fost constituit de diseminarea și exploatarea rezultatelor științifice obținute pe parcursul derulării proiectului în anul 2022.

În urma derulării activităților științifice derulate, s-a obținut varianta optimă de tehnologie de deformare plastică, în urma căreia s-a rezulat un material cu o microstructură bifazică ( $\delta$  și  $\gamma$ ), omogenă, fără defecte microstructurale, având o dimensiune de grăunte de fază  $\delta$  între (20 – 30) $\mu\text{m}$  și, respectiv, de fază  $\gamma$  între (15 - 25) $\mu\text{m}$ , având următoarele caracteristici:

- temperatura de început de deformare plastică:  $\sim 1150^{\circ}\text{C}$ ;
- temperatura de sfârșit de deformare plastică:  $\sim 1050^{\circ}\text{C}$ ;
- gradul total de deformare aplicat: până la 70% (sau chiar mai mare);
- reîncălziri de scurtă durată după fiecare etapă de deformare parțială.

Componenta tehnologică de tratament termic final a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53, în vederea obținerii unei combinații optime de proprietăți mecanice (de rezistență și de plasticitate), se va realiza în urma derulării Etapei II /2023.

De asemenea, în cadrul Etapei I / 2022 au fost realizate integral activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: trei lucrări științifice prezentate la două conferințe științifice internaționale în domeniul proiectului și o lucrare submisă spre publicare la revistă cotate ISI.

Director proiect,



## Rezumatul Etapei I / 2022

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 al proiectului care au condus la îndeplinirea în totalitate a obiectivelor științifice și tehnice ale Etapei I / 2022. Rezultatele științifice și tehnice obținute la execuția Etapei I / 2022 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 a derulării proiectului s-au efectuat următoarele activități științifice:

1. *Studiul deformabilității aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410;*
2. *Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastica la cald;*
3. *Experimentarea componentei tehnologice de deformare plastica la cald;*
4. *Caracterizarea microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410 procesat prin deformare plastica la cald;*
5. *Diseminare: publicarea națională sau internațională a rezultatelor;*
6. *Diseminare: participare la manifestări tehnico-științifice.*

Au fost realizate integral activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: trei lucrări științifice prezentate la două conferințe științifice internaționale în domeniul proiectului și o lucrare submisă spre publicare la revistă cotate ISI.

## Obiectivele Etapei I / 2022

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

Obiectivul principal al Etapei I a fost reprezentat de proiectarea și experimentarea componentei tehnologice de deformare plastica la cald pentru aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410, astfel încât, să se obțină un produs deformat plastic fără defecte microstructurale (goluri interioare, microfisuri, fisuri, etc). Un obiectiv secundar al Etapei I a fost constituit de diseminarea și exploatarea rezultatelor științifice obținute pe parcursul derulării proiectului în anul 2022.

## Rezultatele Etapei I / 2022

<b>Rezultat</b> <i>(conform Plan de realizare)</i>	<b>Grad de îndeplinire</b>
Studiul deformabilității aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410	100% (RST – pct. 1)
Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastica la cald	100% (RST – pct. 2)
Experimentarea componentei tehnologice de deformare plastica la cald	100% (RST – pct. 3)
Caracterizarea microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410 procesat prin deformare plastica la cald	100% (RST – pct. 4)
Diseminarea rezultatelor: - submisie articol științific pentru publicare în revistă ISI; - comunicări științifice la evenimente științifice internaționale.	100% (RST – pct. 2)

## I. Activități derulate

### 1. Studiul deformabilității aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53

Deformabilitatea este o caracteristică tehnologică complexă, care depinde atât de valoarea indicilor de plasticitate (gradul admisibil de deformare) și de rezistență la deformare plastică a materialului metalic analizat, cât și de modul de variație al acestor parametri în funcție de anumiți factori de material (ex. structura fazică) sau de anumite condiții de procesare termomecanică (cum ar fi temperatura de procesare).

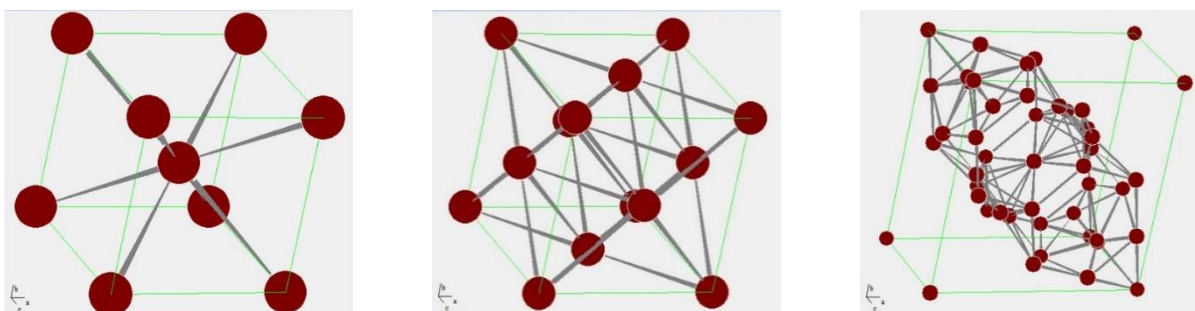
Obținerea unor produse deformate plastic, fără defecte interioare sau exterioare și cu proprietăți mecanice adecvate, se poate realiza prin aplicarea unor tehnologii corect stabilite, la proiectarea cărora trebuie să se țină cont de proprietățile ce caracterizează deformabilitatea materialului metalic considerat, respectiv, de plasticitatea și de rezistența la deformare.

#### 1.1. Studiul evoluției fazice la încălzire în cazul aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53

Pentru a stabili condițiile optime pentru procesarea și utilizarea corectă a oțelurilor inoxidabile de tip super-duplex (SDSS - *Super Duplex Stainless Steel*), astfel încât să fie evitate defectele sau distrugerile de orice fel, este foarte importantă cunoașterea proprietăților mecanice ale acestora (ex. rezistența mecanică, tenacitatea, rezistența la oboseală, tendința de fisurare, etc.), precum și legătura dintre acestea și structura/microstructura asociată. Cercetările efectuate până în prezent au pus în evidență o serie de aspecte care relevă dependența dintre microstructură și proprietățile mecanice, acestea vizând în primul rând efectul procesării termomecanice asupra precipitării de faze secundare și, implicit, asupra caracteristicilor mecanice asociate.

Compoziția chimică și ruta de procesare termomecanică aplicată oțelurilor inoxidabile de tip SDSS trebuie să fie alese astfel încât, în urma procesării, să se obțină fracții volumice de ferită (faza  $\delta$ ) și austenită (faza  $\gamma$ ) în proporții aproximativ egale. În afară de ferită și austenită, în timpul procesării termomecanice la temperaturi ridicate (de până la 1000°C – 1100°C), în microstructura aliajelor de tip SDSS se pot forma o serie de faze secundare, prin precipitare în volumul de ferită. Astfel, au fost observate următoarele faze:  $\sigma$ ,  $\gamma_2$  (austenita secundară),  $\chi$ , faza R, faza  $\pi$ , nitruri ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ,  $\text{CrN}$ ), carburi metalice ( $\text{M}_7\text{C}_3$ ,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ), etc.

Dintre toate fazele secundare enumerate mai sus, cea mai importantă este faza  $\sigma$ , ca urmare a influenței ei nefaste asupra tenacității și a rezistenței la coroziune. Ca atare, se impune ca procesarea termomecanică să se efectueze într-un domeniu de temperatură în care microstructura aliajului să nu conțină astfel de faze nedorite. Studiile efectuate până în prezent au arătat că, în cazul aliajelor de tip SDSS, cristalografia fazelor componente joacă un rol important în comportarea mecanică a acestora, deoarece tipul de rețea cristalină al fazelor constituente determină comportamentul acestora. Astfel, ferita (faza  $\delta$ ) este caracterizată de un sistem cristalin de tip CVC (cub cu volum centrat), austenita (faza  $\gamma$ ), de un sistem cristalin de tip CFC (cub cu fețe centrate), iar faza  $\sigma$ , de un sistem de tip T (tetragonal) (figura 1.1.1).



**Fig. 1.1.1.** Vedere schematică a sistemelor cristaline pentru principalele faze existente în aliajele de tip SDSS: faza  $\delta$  (cub cu volum centrat - CVC) – a; faza  $\gamma$  (cub cu fețe centrate - CFC) - b; faza  $\sigma$  (tetragonal - T) - c.

În cazul aliajului de tip SDSS UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 aflat în stare inițială (AR - *as-received*), caracterizarea microstructurală prin difracție de raze X (figura 1.1.2) a relevat faptul că microstructura este alcătuită din proporții masice aproximativ egale de ferită  $\delta$  (52,82%) și austenită  $\gamma$  (47,18%). De asemenea, analiza XRD a evidențiat că faza  $\delta$  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  $\epsilon = 0,03(6)\%$ , în timp ce faza  $\gamma$  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  $\epsilon = 0,03(7)\%$ . Nu au fost detectate alte faze secundare (tabelul 1.1.1).

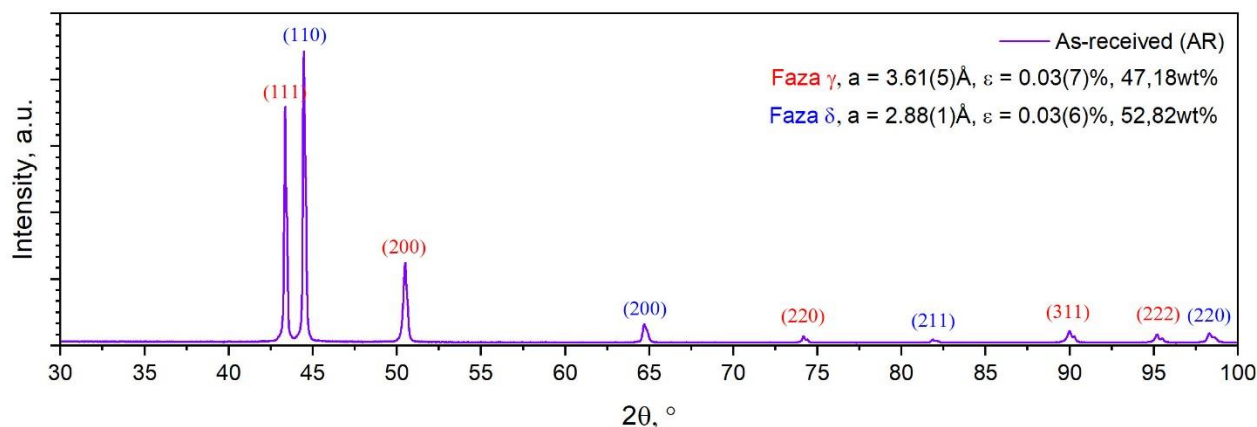


Fig. 1.1.2. Spectrul XRD pentru aliajul UNS S32750 în stare as-received (AR).

Tabel 1.1.1. Parametrii microstructurali XRD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 în stare as-received (AR)

Parametrii caracteristici	Faza $\delta$ (ferita)	Faza $\gamma$ (austenita)	Faza $\sigma$
Fracția masică [wt%]	52,82	47,18	-
Parametrul de rețea cristalină, $a$ [Å]	2,88(1)	3,61(5)	-
Microdeformația la nivel de rețea cristalină, $\epsilon$ [%]	0,03(6)	0,03(7)	-

Cu ajutorul datelor obținute în cadrul difracției XRD s-a realizat analiza microstructurală avansată SEM-EBSD (*Scanning Electron Microscopy – Electron Backscatter Diffraction*), pentru punerea în evidență a caracteristicilor microstructurale ale fazelor constituente  $\delta$  (ferită) și  $\gamma$  (austenită) (figura 1.1.3). Se poate observa că faza  $\gamma$  prezintă o morfologie sub formă de insule, având o dimensiune medie de grăunte de aprox.  $8,2 \pm 1,4 \mu\text{m}$ , în timp ce masa de bază este reprezentată de faza  $\delta$ , care prezintă o dimensiune medie de grăunte de aprox.  $13,4 \pm 1,8 \mu\text{m}$  (figura 1.1.3a, tabelul 1.1.2). Analiza SEM-EBSD a arătat că fracția masică de fază  $\delta$  este situată la aprox.  $55,06 \pm 3,2 \%$  și, respectiv,  $44,94 \pm 3,8 \%$  în cazul fazei  $\gamma$  (figura 1.1.3b, tabelul 1.1.2). De asemenea, analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constituente, care a produs o deorientare cristalografică maximă de aprox.  $10^\circ$ , în principal la nivelul fazei  $\delta$  (figura 1.1.3c).

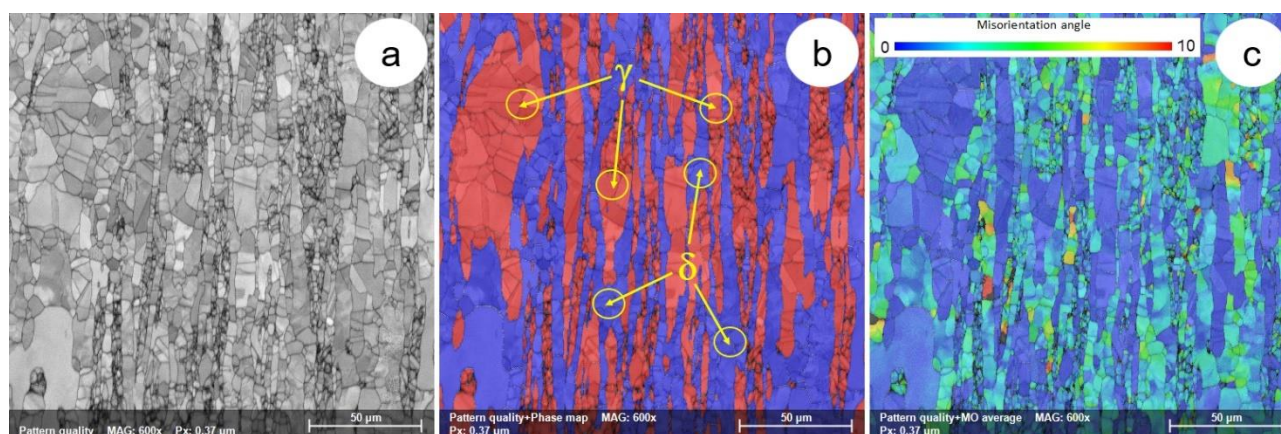


Fig. 1.1.3. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare as-received (AR): pattern quality – a; phase map – b; average misorientation – c.

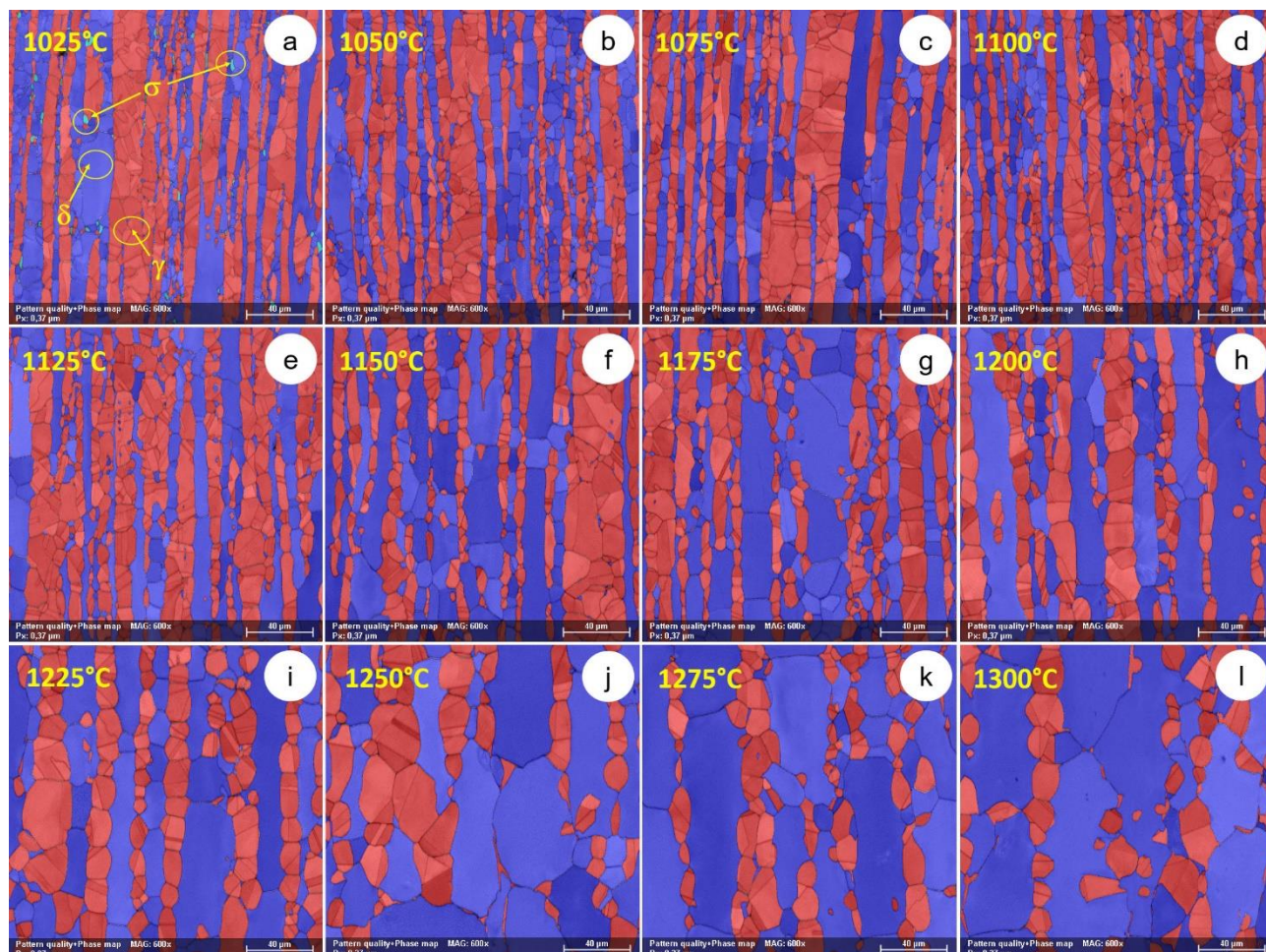
Tabel 1.1.2. Parametrii microstructurali SEM-EBSD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 în stare as-received (AR)

Parametrii caracteristici	Faza $\delta$ (ferita)	Faza $\gamma$ (austenita)	Faza $\sigma$
Fracția masică [wt%]	$55,06 \pm 3,2$	$44,94 \pm 3,8$	-
Dimensiunea medie de grăunte [ $\mu\text{m}$ ]	$13,4 \pm 1,8$	$8,2 \pm 1,4$	-

Analiza comparativă a datelor XRD și SEM-EBSD arată atât că ambele tehnici de investigare sunt complementare, cât și că datele obținute sunt relevante. Diferențele observate, în special în cazul proporției

descrescând cu creșterea temperaturii (observație confirmată de ambele analize XRD și SEM-EBSD, tabelul 1.1.5). Faza secundară  $\sigma$  este detectată în microstructură până la temperatura de 1025°C (figura 1.1.6f).

Evoluția la încălzire în domeniul de temperatură cuprins între 1025°C – 1300°C este prezentată în figura 1.1.7. Analizele XRD și SEM-EBSD arată că, în acest domeniu de încălzire are loc o creștere continuă a fracției masice de fază  $\delta$ , concomitent cu scăderea fracției masice de fază  $\gamma$ , din cauza transformării de fază  $\delta \rightarrow \gamma$ . De asemenea, se observă că pentru ambele faze ( $\delta$  și  $\gamma$ ) se înregistrează o creștere a dimensiunii medii de grăunte, cea mai pronunțată creștere fiind observată în cazul fazei  $\delta$  (figura 1.1.7 și tabelul 1.1.5).



**Fig. 1.1.7.** Imagini microstructurale SEM-EBSD pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1025°C – a; 1050°C – b; 1075°C – c; 1100°C – d; 1125°C – e; 1150°C – f; 1175°C – g; 1200°C – h; 1225°C – i; 1250°C – j; 1275°C – k; 1300°C – l.

**Tabel 1.1.5.** Evoluția la încălzire a parametrilor microstructurali ai aliajul UNS S32750 (caracterizare XRD și SEM-EBSD)

Proba	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
T - 30min - WQ	900°C	925°C	950°C	975°C	1000°C	1025°C	1050°C	1075°C	1100°C	1125°C	1150°C	1175°C	1200°C	1225°C	1250°C	1275°C	1300°C
<b>Fracția masică [wt%] (XRD)</b>																	
Faza $\delta$	8,12	10,89	18,15	23,97	34,34	45,53	<b>46,22</b>	<b>48,11</b>	<b>50,61</b>	<b>53,08</b>	<b>54,76</b>	<b>56,14</b>	<b>58,94</b>	61,13	64,22	66,02	69,39
Faza $\gamma$	72,32	71,12	66,32	61,95	58,64	52,18	<b>53,78</b>	<b>51,89</b>	<b>49,39</b>	<b>46,92</b>	<b>45,24</b>	<b>43,86</b>	<b>41,06</b>	38,87	35,78	33,98	30,61
Faza $\sigma$	19,56	17,99	15,53	14,08	7,02	2,29	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<b>Fracția masică [wt%] (SEM-EBSD)</b>																	
Faza $\delta$	8,49	11,10	19,40	22,30	36,70	43,80	<b>44,41</b>	<b>46,83</b>	<b>48,08</b>	<b>50,88</b>	<b>52,76</b>	<b>54,10</b>	<b>57,21</b>	61,40	65,81	70,40	73,10
Faza $\gamma$	69,80	72,00	66,20	64,90	57,90	54,50	<b>55,59</b>	<b>53,17</b>	<b>51,92</b>	<b>49,12</b>	<b>47,24</b>	<b>45,90</b>	<b>42,79</b>	38,60	34,19	29,60	26,90
Faza $\sigma$	21,71	16,90	14,40	12,80	5,40	1,70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<b>Dimensiunea medie de grăunte [<math>\mu</math>m] (SEM-EBSD)</b>																	
Faza $\delta$	4,9	9,4	11,9	13,1	14,8	15,2	16,3	17,4	19,6	22,8	28,5	31,7	36,6	40,3	45,5	49,6	57,4
Faza $\gamma$	14,8	11,7	14,5	15,2	13,4	16,0	15,8	17,1	17,1	19,4	19,8	18,2	19,4	17,9	19,1	21,4	23,3
Faza $\sigma$	4,3	4,5	5,1	4,5	4,2	2,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

În interpretarea datelor obținute, trebuie să se țină cont de următoarele considerente generale legate de comportamentul mecanic:

- proprietățile mecanice sunt determinate de constituția fazică - raportul masic al fazelor constituente (*phase mixture law*); se cunoaște că, în cazul aliajelor de tip SDSS, faza  $\delta$  (ferita) este „răspunzătoare” de proprietățile de rezistență ale aliajului, în timp ce faza  $\gamma$  (austenita) este „răspunzătoare” de proprietățile de ductilitate ale aliajului; pentru o combinație adecvată de proprietăți de rezistență/plasticitate este de preferat existența unei microstructuri în care raportul fracțiilor masice de faze  $\delta / \gamma$  să fie aproximativ egal;
- comportamentul mecanic este determinat de dimensiunea medie a grăunților fazelor constituente; se cunoaște că, atât proprietățile de rezistență, cât și proprietățile de ductilitate sunt invers proporționale cu dimensiunea de grăunte (*Hall-Petch law*); din aceste considerente este de preferat existența unei microstructuri în care raportul dimensiunilor medii de grăunte ale fazelor  $\delta / \gamma$  să fie aproximativ egal.

**Concluzii.** *Având în vedere cele mai sus menționate, rezultă că intervalul de temperatură în care trebuie investigată deformabilitatea aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 este reprezentat de domeniul: 1050°C – 1300°C.*

### **1.2. Determinarea plasticității aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53**

Prin plasticitate se poate înțelege capacitatea materialelor metalice de a se deforma plastic, adică de a-și schimba forma inițială sub acțiunea unui câmp exterior de sollicitare, fără a-și distruge integritatea (fără apariția de defecte de integritate, cum ar fi: microfisuri, fisuri, crăpături, etc).

Printre principalii factori care influențează valoarea plasticității materialelor metalice fac parte: structura fazică și condițiile de procesare termomecanică (temperatura de deformare, viteza de deformare și schema de tensiune aplicată).

Având în vedere că procesele de deformare plastică sunt foarte diferite, din punct de vedere al schemei mecanice de deformare și al condițiilor în care diferiți factori influențează plasticitatea materialelor metalice supuse deformării, până în momentul de față nu s-a reușit să se găsească o metodă universal valabilă de determinare, și ca atare, nu există nicio mărime care să dea o valoare absolută și reală pentru plasticitate. Din acest motiv, plasticitatea se estimează folosind mai multe metode indirecte, mai mult sau mai puțin caracteristice condițiilor concrete ale proceselor de deformare plastică, cum ar fi: refularea, încercarea la tracțiune, încercarea la torsiune etc. Valorile astfel obținute pot fi folosite numai pentru compararea comportării la deformare a unor materiale metalice față de altele.

Metoda refulării este cea mai folosită metodă experimentală pentru determinarea indicilor de plasticitate (gradului admisibil de deformare), deoarece prezintă următoarele avantaje: simplitate în efectuarea operațiilor, schema stării de tensiune și viteza de deformare sunt practic aceleași ca cele obținute în cazurile reale de deformare plastică prin forjare/matrițare (forjarea și matrițarea fiind cele mai utilizate metode de deformare plastică aplicate la scară industrială în producerea de piese), se poate realiza la viteze de deformare impuse de cele care se practică în tehnologiile reale și, totodată, permite nu numai găsirea intervalului optim al temperaturilor de deformare plastică, ci și determinarea valorilor absolute ale indicilor de plasticitate (cel al gradului admisibil de deformare).

Programul experimental de determinare a indicilor de plasticitate (a gradului admisibil de deformare) a presupus realizarea de experimente de refulare la sonetă (ciocanul cu cădere liberă), cu patru energii de lovire constante. Experimentele de refulare s-au efectuat cu o masă căzătoare de 117kg și patru înălțimi diferite de cădere: 0,5, 1,0, 1,5 și 2,0m.

Energia de lovire a părții căzătoare a sonetei se poate exprima prin relația:

$$E^* = m \cdot g \cdot H \cdot \eta \quad [J, Nm] \quad (1.1)$$

în care:  $m$  – masa părții căzătoare a sonetei (berbecul) [kg];  $g$  – accelerația gravitațională [ $m/s^2$ ];  $H$  – înălțimea de cădere a părții căzătoare [m];  $\eta$  – randamentul sonetei pentru înălțimea de cădere  $H$  [/].

Randamentul sonetei utilizat în cadrul determinărilor experimentale, stabilit cu ajutorul metodei lui Heim, pentru înălțimile de cădere folosite în cadrul cercetărilor efectuate este prezentat în tabelul 1.2.1. Pentru determinarea randamentului sonetei s-au folosit probe cilindrice din plumb, cu raportul  $H/D = 1,5$ , având diametrul inițial de  $\varnothing 40\text{mm}$  și înălțimea de 60mm.



Rezultatele experimentale prezentate centralizat în tabelele 1.2.3 – 1.2.8 (pentru temperaturile de deformare de 1050°C, 1100°C, 1150°C, 1200°C, 1250°C și 1300°C), au fost prelucrate în vederea traserii graficului de variație a gradului de deformare obținut în funcție de temperatura de refulare (figura 1.2.1). Se observă că, pentru operații de deformare plastică executate pe echipamente care asigură viteze mici de deformație (de ex. prin laminare / grad de deformare între 16% – 38%), se obțin grade de deformare inferioare celor obținute pe echipamente care asigură viteze mari de deformație (de ex. prin forjare / grad de deformare între 48% - 73%).

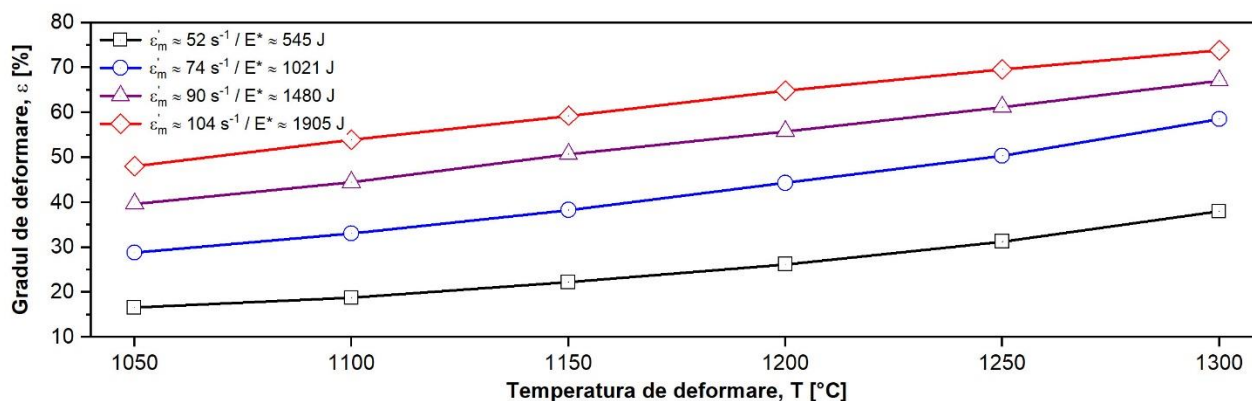


Fig. 1.2.1. Variația gradului admisibil de deformare plastică în funcție de temperatura de refulare în cazul aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53

**Concluzii.** Având în vedere cele mai sus menționate, rezultă că, în intervalul de temperatură analizat, se pot efectua operații de deformare plastică cu grade mari de deformare (până la 70%), fără tratamente termice intermediare, pe o gamă variată de echipamente / metode de deformare.

### 1.3. Determinarea rezistenței la deformare plastică a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53

Cunoașterea rezistenței la deformare plastică, în funcție de natura materialului metalic și de condițiile de procesare termomecanică, constituie una din principalele probleme de care trebuie ținut cont atât la alegerea utilajului pe care se va executa deformarea plastică cât și a intervalului temperaturilor de încălzire în vederea deformării. La rândul său, rezistența la deformare plastică se determină fie prin încercări la tracțiune, fie prin încercări la compresiune sau refulare.

Deoarece forța exterioară se transmite materialului metalic printr-o tensiune care acționează în aceeași direcție și același sens, uneori prin deformare plastică se înțelege tensiunea necesară pentru ca materialele metalice să treacă din stare elastică în stare plastică.

Întrucât, măsurarea directă a tensiunii de deformare este dificil de realizat, necesitând echipamente speciale, performante, pentru stabilirea intervalului optim al temperaturilor de deformare, rezistența la deformare a materialului la temperatura de încercare se determină plecând de la relația lui Siebel, care ține seama de influența frecării la refulare și în care se consideră că presiunea pe suprafața de contact cu scula se distribuie uniform:

$$L = \sigma'_c \cdot \left(1 + \frac{1}{3} \cdot \mu \cdot \frac{d_1}{h_1}\right) \cdot V_d \quad [J, Nm] \quad (1.5)$$

în care:  $\sigma'_c$  – rezistența la deformare a materialului la temperatura de încercare [ $N/m^2$ , Pa];  $\mu$  – coeficient de frecare exterioară [/];  $d_1$  – diametrul mediu al epruvetei deformate [m];  $h_1$  – înălțimea epruvetei deformate [m];  $V_d$  – volumul de material dislocat la o lovitură [ $m^3$ ].

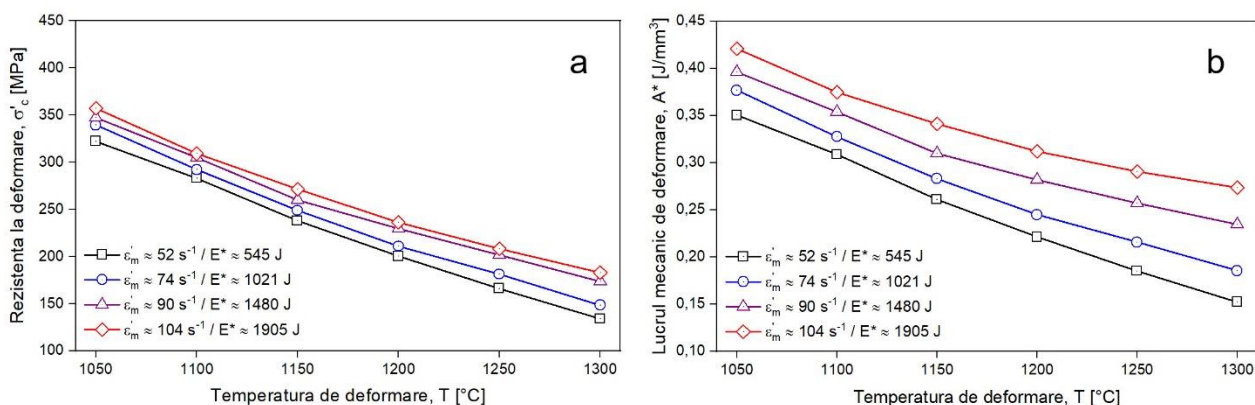
În cazul deformării prin refulare la cald, fără ungere, coeficientul de frecare exterioară poate lua valori între 0,25 – 0,35.

Volumul de material dislocat la o lovitură se poate exprima prin relația:

$$V_d = V \cdot \varepsilon \quad [m^3] \quad (1.6)$$

în care:  $V$  – volumul total de material al epruvetei [ $m^3$ ];  $\varepsilon$  – gradul de deformare (gradul de reducere pe înălțime) la o lovitură [/].

Diametrul mediu al epruvetei deformate se poate exprima prin relația:



**Fig. 1.3.1.** Variația rezistenței la deformare plastică (a) și a lucrului mecanic specific la deformare plastică (b) în funcție de temperatura de refulare a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53.

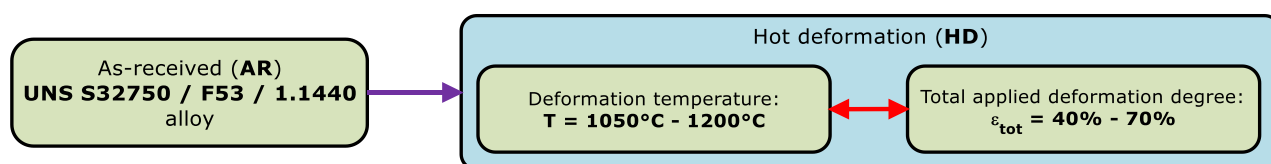
Ținând seama de constituția fazică a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53, acesta prezentând un amestec de faze  $\delta$  și  $\gamma$ , precum și de faptul că la temperaturi mai mari de 1200°C se înregistrează atât o fracție masică  $\delta / \gamma$  mai mare de 1,5, cât și un raport dintre dimensiunea medie de grăunte  $\delta / \gamma$  mai mare de 2,0, rezultă că domeniul de temperatură cuprins între 1050°C și 1200°C este optim pentru realizarea procesului de deformare plastică. De asemenea, trebuie să se țină cont și de faptul că la temperaturi mari ( $> 1250^\circ\text{C}$ ), oțelurile aliate cu Cr au o susceptibilitate mare la creșterea granulației, cu consecințe negative asupra proprietăților mecanice finale.

**Concluzii.** Având în vedere cele menționate mai sus, rezultă că intervalul de temperatură optim pentru realizarea procesului de deformare este situat în domeniul 1050°C – 1200°C, iar din punct de vedere energetic sunt preferate procesele / metodele de deformare plastică cu viteze de deformație mici (de ex. laminarea).

## 2. Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald

Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald s-a efectuat având în vedere următoarele constrângeri (figura 2.1):

- realizarea deformării plastice la cald într-un interval optim de temperatură, care să asigure existența unei microstructuri interne fără faze secundare nedorite (în concordanță cu observațiile efectuate în cadrul capitolului: 1.1. Studiul evoluției fazice la încălzire în cazul aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53); s-a ales următorul interval al temperaturii de deformare plastică la cald: **1050°C – 1200°C**;
- aplicarea unui grad total de deformare apropiat de capacitatea maximă de deformare a aliajului UNS S32750 (în concordanță cu observațiile efectuate în cadrul capitolului: 1.2. Determinarea plasticității aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53); s-a ales următorul interval al gradului total de deformare plastică aplicat: **40% – 70%**;
- aplicarea unei metode/proces de deformare plastică care să asigure un consum optim de energie (în concordanță cu observațiile efectuate în cadrul capitolului: 1.3. Determinarea rezistenței la deformare plastică a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53); s-a ales aplicarea metodei de deformare plastică prin laminare;
- obținerea unui produs deformat plastic la cald cu o microstructură internă adecvată (raportul fracției masice de faze  $\delta / \gamma$  între 0.80 ( $\cong 45/55$ ) și 1.20 ( $\cong 55/44$ ); distribuție strânsă a dimensiunii de grăunte pentru fazele  $\delta / \gamma$ ; raportul dimensiunii medii de grăunte  $\delta / \gamma$  mai mic de 1.5; fără defecte microstructurale: precipitate, incluziuni, goluri, microfisuri/fisuri, etc).



**Fig. 2.1.** Schema de proiectare a etapelor ciclului de procesare prin deformare plastică la cald aplicată aliajului UNS S32750.

În vederea executării operațiilor de deformare plastică la cald, s-a adoptat o schemă de reduceri cu grade de deformare parțiale (pe trecere) și totale crescătoare ( $\epsilon_{\text{treccere}}$  între 13 și 25%;  $\epsilon_{\text{total}}$  între 20 și 70%), alcătuită din șase etape parțiale de deformare și reîncălzire la temperatura de deformare după fiecare etapă parțială de deformare (figura 2.2).

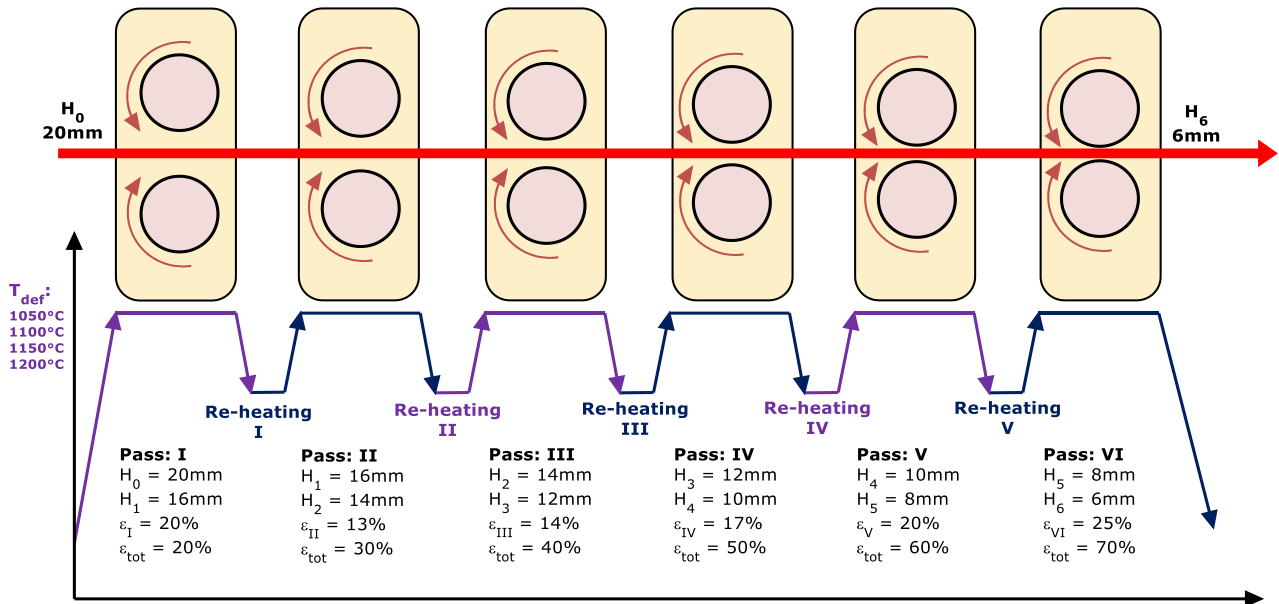


Fig. 2.2. Schema etapelor ciclului de procesare prin deformare plastică la cald aplicată aliajului UNS S32750.

### 3. Experimentarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald

Ținându-se cont de cerințele privind deformarea plastică la cald (cerințe prezentate în capitolul 2. *Proiectarea componentei tehnologice de deformare plastică la cald*), programul experimental aferent investigării/experimentării componentei tehnologice de deformare plastică la cald aplicat aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 este prezentat în figura 3.1.

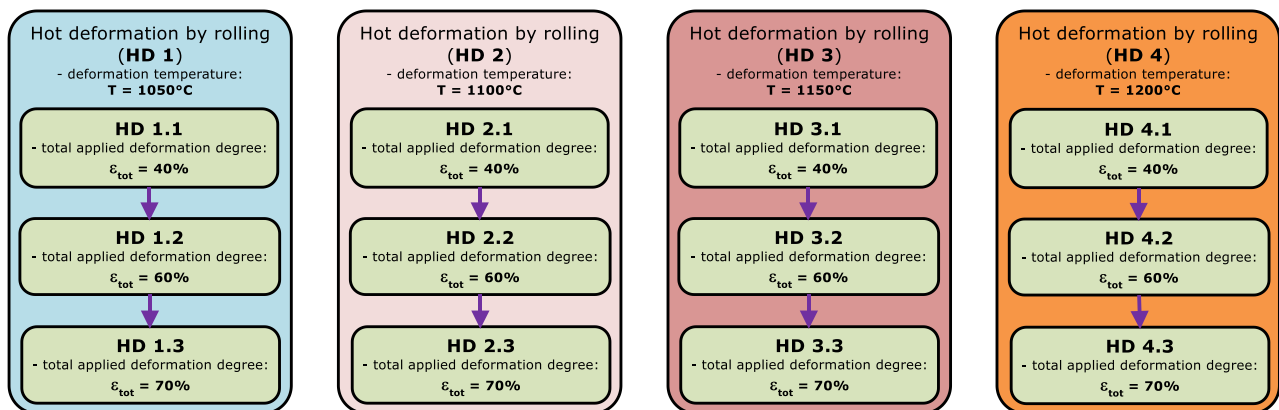


Fig. 3.1. Schema etapelor ciclului de procesare prin deformare plastică la cald aplicată aliajului UNS S32750.

În figura 3.2 se prezintă evoluția microstructurii aliajului UNS S32750 în timpul etapelor ciclului de procesare prin deformare plastică la cald. Analiza microstructurală arată, în toate cazurile, o morfologie caracteristică grăunților intens deformați, aliniați după direcția de laminare. De asemenea, se observă fragmentarea intensă a acestora, în special în cazul fazei  $\delta$ .

Analiza probelor deformate cu un grad total de deformare de 40% arată că, pe măsură ce temperatura de deformare crește, se înregistrează o creștere continuă a dimensiunii de grăunte aferente fazelor  $\delta$  și  $\gamma$  (figura 3.2a – 3.2d; tabelul 3.1), de la 19,4 $\mu\text{m}$  la 37,6 $\mu\text{m}$  în cazul fazei  $\delta$  și, respectiv, de la 12,6 $\mu\text{m}$  la 32,1 $\mu\text{m}$  în cazul fazei  $\gamma$ . Un comportament similar se observă și în cazul probelor deformate cu un grad total de deformare de 60% și de 70% (figura 3.2e – 3.2h; 3.2i – 3.2l; tabelul 3.1). De remarcat că, în cazul

Finisarea microstructurii aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53, în vederea obținerii unei combinații optime de proprietăți mecanice (de rezistență și de plasticitate), se va realiza în urma derulării etapei de tratament termic final (prevăzută a se derula pe parcursul anilor 2023 și 2024).

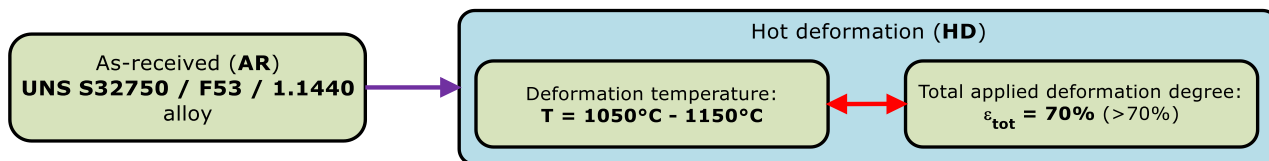


Fig. 3.4. Schema finală de procesare prin deformare plastică la cald aplicată aliajului UNS S32750.

#### 4. Caracterizarea microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 procesat prin deformare plastică la cald

În vederea determinării influenței condițiilor de deformare plastică la cald asupra caracteristicilor microstructurale rezultate, a fost adoptat următorul sistem de referință al probelor în raport cu direcțiile principale de procesare, și anume: RD (*rolling direction* – direcția de laminare), ND (*normal direction* – direcția normală) și TD (*transverse direction* – direcția transversală) (figura 4.1). Toate probele deformate plastic la cald au fost analizate avansat din punct de vedere microstructural. *Analiza microstructurală a fost efectuată în planul definit de direcțiile de procesare RD-ND.*

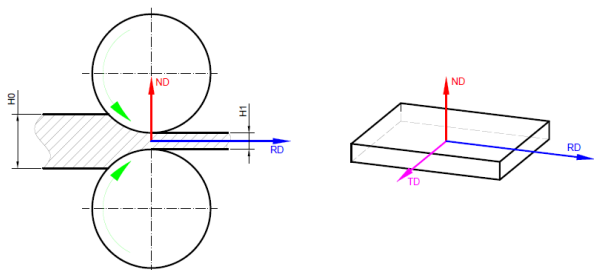


Fig. 4.1. Reprezentarea schematică a sistemului de referință al probelor deformate prin laminare, în funcție de direcțiile de procesare RD (*rolling direction* – direcția de laminare), ND (*normal direction* – direcția normală) și TD (*transverse direction* – direcția transversală).

#### Procedura de pregătire a probelor pentru caracterizarea microstructurală

Fiecare etapă de caracterizare microstructurală a pornit cu debitarea de probe de material. În acest scop a fost folosită o mașină de tăiere de precizie cu disc diamantat, **Metkon MICRACUT 202** (figura 4.2).



Fig. 4.2. Mașină de tăiere de precizie cu disc diamantat Metkon MICRACUT 202.



Fig. 4.3. Mașină de înglobat Buehler SimpliMet 2.



Fig. 4.4. Mașină automată de șlefuire și lustruire Metkon Digiprep ACCURA.



Fig. 4.5. Mașină vibropolșare Buehler VibroMet 2.

După debitare, probele au fost pregătite în vederea analizei structurale, fiind acordată o atenție deosebită operației de înglobare, cu scopul de a evita pe cât posibil supraîncălzirea probelor. Probele metalice au fost înglobate la cald, folosind o mașină de înglobat **Buehler SimpliMet 2** (figura 4.3). Probele înglobate au fost supuse ulterior șlefuirii - lustruirii. Această operație a fost efectuată pe un echipament **Metkon Digiprep ACCURA** (figura 4.4). În vederea efectuării analizelor structurale, probele înglobate au fost pregătite prin șlefuire - lustruire conform parametrilor prezentați în tabelul 4.1. Operația de șlefuire - lustruire s-a terminat cu o etapă finală de superlustruire, etapă efectuată pe o mașină de vibropolșare **Buehler VibroMet 2** (figura 4.5). Aspectul probelor pregătite metalografic este prezentat în figurile 4.6 și 4.7.



**Fig. 4.2.** Mașină de tăiere de precizie cu disc diamantat Metkon MICRACUT 202.



**Fig. 4.3.** Mașină de înglobat Buehler SimpliMet 2.



**Fig. 4.4.** Mașină automată de șlefuire și lustruire Metkon Digiprep ACCURA.



**Fig. 4.5.** Mașină vibropolizare Buehler VibroMet 2.

**Tabelul 4.1.** Procedura de șlefuire – lustruire aplicată aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53

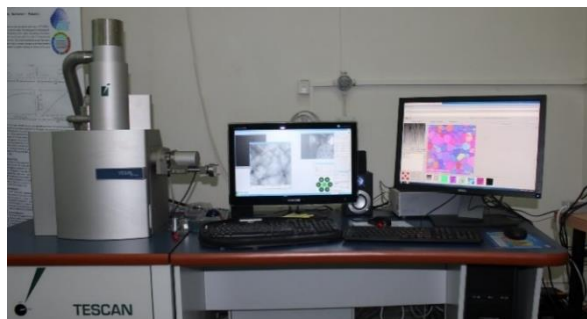
Etapa	Disc folosit	Mediu de lucru	Timp, min	Viteza rotație, rpm	Forța, N
1	<b>NX-MET XPAC SIC - P180</b>	Apă	~ 0,5	CCW 300/150	25
2	<b>NX-MET XPAC SIC - P320</b>	Apă	~ 0,5	CCW 300/150	25
3	<b>NX-MET XPAC SIC - P600</b>	Apă	~ 0,5	CCW 300/150	25
4	<b>NX-MET XPAC SIC - P1000</b>	Apă	~ 0,5	CCW 300/150	25
5	<b>NX-MET XPAC SIC - P2500</b>	Apă	~ 0,5	CCW 300/150	25
6	<b>NX-MET X240 Flocked Soft</b>	<b>NX-MET XP15 - 6<math>\mu</math>m</b>	5 - 6	CCW 150/50	25
7	<b>NX-MET X220 Flocked Soft</b>	<b>NX-MET XP15 - 3<math>\mu</math>m</b>	4 - 5	CCW 150/50	25
8	<b>NX-MET X200 Flocked Soft</b>	<b>NX-MET XP15 - 1<math>\mu</math>m</b>	3 - 4	CCW 150/50	25
9	<b>NX-MET X100 Microporous</b>	<b>NX-MET XA05 - 0.05<math>\mu</math>m</b>	5	CCW 150/50	22



**Fig. 4.6.** Aspectul probelor înglobate / șlefuite-lustruite utilizate pentru punerea în evidență a evoluției faze, la încălzire, a aliajul UNS S32750.



**Fig. 4.7.** Aspectul probelor înglobate / șlefuite-lustruite utilizate pentru punerea în evidență a microstructurii în timpul etapelor de deformare plastică la cald.



**Fig. 4.8.** Microscopul electronic SEM – TESCAN VEGA II – XMU.



**Fig. 4.9.** Difractometru RIGAKU Benchtop MiniFlex600.

#### Procedura de caracterizarea microstructurală

Analiza microstructurală SEM-EBSD a probelor pregătite metalografic (figurile 4.6 și 4.7) a fost realizată cu ajutorul unui microscop cu scanare de electroni (SEM), model **TESCAN VEGA II – XMU** (figura

4.8), care poate lucra în modurile *SEM-SE*, *SEM-BSE*, *SEM-EDS* (detector **Bruker xFlash 6/30**) și *SEM-EBSD* (detector **Bruker eFlash 1000**). Analiza microstructurală a fost completată și de investigații XRD (X-ray diffraction), efectuate cu un difractometru model **RIGAKU MiniFlex 600** (figura 4.9). Cu ajutorul tehnicilor SEM-EBSD și XRD s-au analizat următoarele caracteristici: structura fazică, morfologia fazelor, distribuția dimensiunii de grăunte, dimensiunea medie a grăunților, orientarea cristalografică grăunți, etc.

## II. Diseminarea rezultatelor

Cercetările experimentale efectuate pe parcursul anului 2022 au condus la următoarea diseminare a rezultatelor științifice obținute:

### 1. prezentarea rezultatelor științifice la conferințe internaționale:

- N. Șerban, E.M. Cojocaru, I. Cinca, D. Șerban, V.D. Cojocaru.  *$\sigma$ -phase precipitation influence on microstructural and mechanical properties of UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; NuMat2022: The Nuclear Materials Conference, 24 – 28.10.2022, Ghent, Belgia;
- V.D. Cojocaru, N. Șerban, N. Zărnescu-Ivan, I. Balkan, E.M. Cojocaru. *Deformability study of UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; ROMAT 2022: 9th International Conference on Materials Science and Technologies, 24 – 25.11.2022, București, România;

### 2. submisie articole științifice spre publicare în reviste cotate/indexate ISI:

- E.M. Cojocaru, D. Răducanu, N. Șerban, V.D. Cojocaru. *Deformation behaviour at high temperature of UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; submis la revista MATERIALS (cotat ISI / FI 2021: 3,748)

Director proiect,  
Vasile Dănuț COJOCARU