

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 II-a / 2023

***Proiectarea și experimentarea componentelor tehnologiei de procesare
termomecanică: tratamentul termic final. Demonstrarea și validarea tehnologiei de
procesare termomecanică - partea I-a***

Decembrie 2023

CUPRINS

	Pag.
Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei a II-a / 2023	1
Rezumatul Etapei a II-a / 2023	2
Obiectivele Etapei a II-a / 2023	2
Rezultatele Etapei a II-a / 2023	2
I. Activități derulate	3
I.1. Proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final	3
I.2. Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final	3
I.3. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea I-a	14
I.4. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea I-a	16
I.5. Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate termomecanic - partea I-a	18
II. Diseminarea rezultatelor	20

Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei a II-a / 2023

În perioada de derulare a Etapei a II-a / 2023 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. *Proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final;*
2. *Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final;*
3. *Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410 procesat prin tratament termic final;*
4. *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea I-a;*
5. *Caracterizarea microstructurală avansată a probelor procesate prin deformare plastică la cald - partea I-a;*
6. *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea I-a;*
7. *Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate prin tratament termic final - partea I-a;*
8. *Diseminarea pe scară largă prin comunicarea și publicarea națională sau internațională a rezultatelor;*
9. *Diseminare și participare la manifestări tehnico-științifice.*

Obiectivul principal al Etapei a II-a / 2023 a fost reprezentat de proiectarea și experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final pentru aliajul UNS S32750 / F53 / 1.4410, astfel încât să se obțină un produs tratat termic cu proprietăți microstructurale și mecanice adecvate. Un obiectiv secundar al Etapei a II-a / 2023 a fost constituit de diseminarea și exploatarea rezultatelor științifice obținute pe parcursul derulării proiectului în anul 2023.

În urma derulării activităților științifice, s-a obținut varianta optimă de tehnologie de tratament termic final, pe baza căreia a rezultat un material cu o microstructură bifazică (δ și γ), omogenă, fără defecte microstructurale, având o dimensiune de grăunte de fază $\delta < 35\mu\text{m}$ și, respectiv, de fază γ între (15 - 20) μm , și care posedă următoarele caracteristici mecanice: limită maximă de rezistență $\sim (775 - 780)\text{MPa}$, limită de curgere $\sim (759 - 762)\text{MPa}$, alungire la rupere $\sim (43 - 45)\%$ și reziliență $\sim (144 - 147)\text{J}$, având următoarele caracteristici tehnologice:

- temperatura de tratament termic: $\sim 1120^\circ\text{C}$;
- durata de tratament termic: $\sim (10\text{min} - 30\text{min})$;
- mediu de răcire: apă.

Finalizarea demonstrării și validării componentelor tehnologiei de procesare termomecanică (prin deformare plastică și tratament termic final) se va realiza în urma derulării Etapei a III-a / 2024.

De asemenea, în cadrul Etapei a II-a / 2023 au fost realizate, integral, activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: trei lucrări științifice prezentate la trei conferințe științifice, internaționale (în domeniul proiectului), precum și o lucrare submitată spre publicare la o revistă cotate ISI.

Director proiect,



Rezumatul Etapei a II-a / 2023

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 II-a / 2023. Rezultatele științifice și tehnice obținute la execuția Etapei a II-a / 2023 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:

- Proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final;
- Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final;
- Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a aliajului UNS S32750 / F53 / 1.4410 procesat prin tratament termic final;
- Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea I-a;
- Caracterizarea microstructurală avansată a probelor procesate prin deformare plastică la cald - partea I-a;
- Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea I-a;
- Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate prin tratament termic final - partea I-a;
- Diseminarea pe scară largă prin comunicarea și publicarea națională sau internațională a rezultatelor;
- Diseminare și participare la manifestări tehnico-științifice.

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

Obiectivele Etapei a II-a / 2023

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 II-a a fost reprezentat de proiectarea și experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final pentru aliajul UNS S32750 / F53 / 1.4410, astfel încât să se obțină un produs tratat termic cu proprietăți microstructurale și mecanice adecvate. Un obiectiv secundar al Etapei a II-a / 2023 a fost constituit de diseminarea și exploatarea rezultatelor științifice obținute pe parcursul derulării proiectului în anul 2023.

Rezultatele Etapei a II-a / 2023

Rezultat (conform Planului de realizare)	Grad de îndeplinire
Parametrii de procesare prin tratament termic final / Lot probe procesate prin tratament termic final	100% (RST – pct. I.1; pct. I.2)
Studiu privind caracteristicile microstructurale și mecanice ale aliajului procesat prin tratament termic final	100% (RST – pct. I.2)
Studiu de validare a componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald / Lot probe procesate prin deformare plastică la cald (partea I-a)	100% (RST – pct. I.3)
Studiu de validare a componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final / Lot probe procesate prin tratament termic final (partea I-a)	100% (RST – pct. I.4)
Diseminarea rezultatelor: - submisie articol științific pentru publicare în revistă ISI; - comunicări științifice la evenimente științifice, internaționale.	100% (RST – pct. II)

I. Activități derulate

I.1. Proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final

Proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final s-a efectuat având în vedere următoarele constrângeri (figura I.1.1):

- realizarea tratamentului termic final într-un interval optim de temperatură, care să asigure existența unei microstructuri interne fără faze secundare nedorite (în concordanță cu observațiile efectuate în cadrul Etapei I-a / 2022 - Capitolul: 1.1. Studiul evoluției fazice la încălzire în cazul aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53); s-a ales următorul interval al temperaturii de tratament termic final: **1080°C – 1180°C**;
- realizarea tratamentului termic final într-un interval optim de menținere la temperatura de tratament, care să asigure existența unei microstructuri interne cu grăunți cu dimensiune medie micrometrică, mai mică de 35μm pentru ambele faze, δ (firită) / γ (austenită), într-o dispersie strânsă de dimensiune și care să fie caracterizați de un nivel al câmpului rezidual tensiune / deformație minim; s-a ales următorul interval al duratei de menținere la temperatura de tratament termic final: **10min – 30min**;
- obținerea unui produs tratat termic final caracterizat de o microstructură internă adecvată (raportul fracției masice de faze δ / γ între 53/47 [%] și 58/42 [%]; distribuție strânsă a dimensiunii de grăunte pentru fazele δ / γ; dimensiune medie maximă de grăunte < 35μm, raportul dimensiunii medii de grăunte δ / γ mai mic de 1.5; fără defecte microstructurale: precipitate de faze secundare, carburi, nitruri, etc.);
- obținerea unui produs tratat termic final care să posede caracteristici mecanice adecvate¹ (limita maximă de rezistență, $\sigma_{UTS} > (730 - 750)$ [MPa], limita de curgere, $\sigma_{0.2} > (530 - 550)$ [MPa], alungirea la rupere, $\varepsilon > 25$ [%], reziliența, $KCV > 100$ [J]).

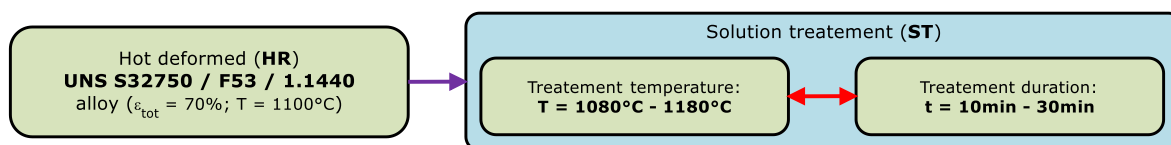


Fig. I.1.1. Schema de proiectare a ciclului de tratament termic final aplicat aliajului UNS S32750 deformat plastic la cald.

I.2. Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final

Ținându-se cont de cerințele privind tratamentul termic final (cerințe prezentate la pct. I.1: Proiectarea componentei tehnologice de tratament termic final), programul experimental aferent investigării/experimentării componentei tehnologice de tratament termic final aplicat aliajului UNS S32750 / EN 1.4410 / F53 deformat plastic la cald este prezentat în figura I.2.1.

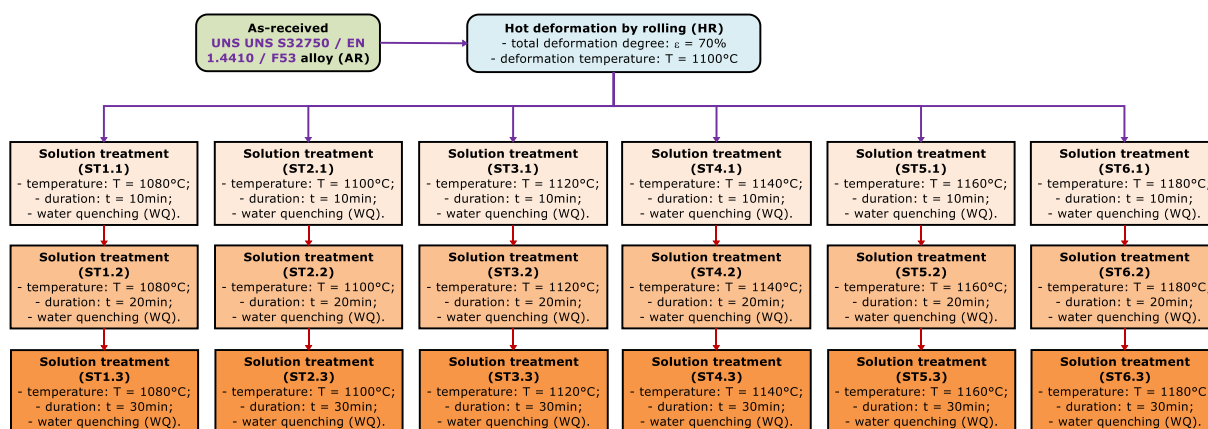


Fig. I.2.1. Schema etapelor ciclului de tratament termic final aplicată aliajului UNS S32750 deformat plastic la cald.

¹ <https://www.stainalloy.com/uns-s32750-super-duplex/>
<https://www.langleyalloys.com/en/products/alloy-32750/>
<https://www.materials.sandvik/en/materials-center/material-datasheets/tube-and-pipe-seamless/sandvik-saf-2507/>
<https://www.sverdrupsteel.com/products/alloy-1-4410-super-duplex-uns-s32750-f53-2507>

În vederea determinării caracteristicilor microstructurale pentru probele din aliaj UNS S32750 procesate termomecanic prin tratament termic final, au fost efectuate câte 3 măsurători SEM-EBSD, pe câmpuri de analiză alese aleatoriu, care au fost analizate statistic pentru a determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora. De asemenea, și în cazul determinării caracteristicilor mecanice au fost efectuate câte 3 teste independente, care au fost analizate statistic pentru a determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora.

1.2.1. Tratamentul termic efectuat la temperatura de 1080°C (ST 1)

În figura I.2.2 se prezintă evoluția microstructurii aliajului UNS S32750 după aplicarea tratamentului termic final (*ST - solution treatment*) la temperatura de 1080°C (ST 1) cu durata de menținere de 10min (ST 1.1), 20min (ST 1.2) și 30min (ST 1.3). Analiza microstructurală arată că, în toate cazurile, fazele constituate (ferita - δ și austenita - γ) sunt complet recrystalizate, prezentând grăunți cu dimensiune micrometrică și distribuție strânsă, dar care păstrează alinierea în lungul direcției de laminare (ca urmare a deformării prealabile intense, grad total de deformare aplicat $\epsilon = 70\%$).

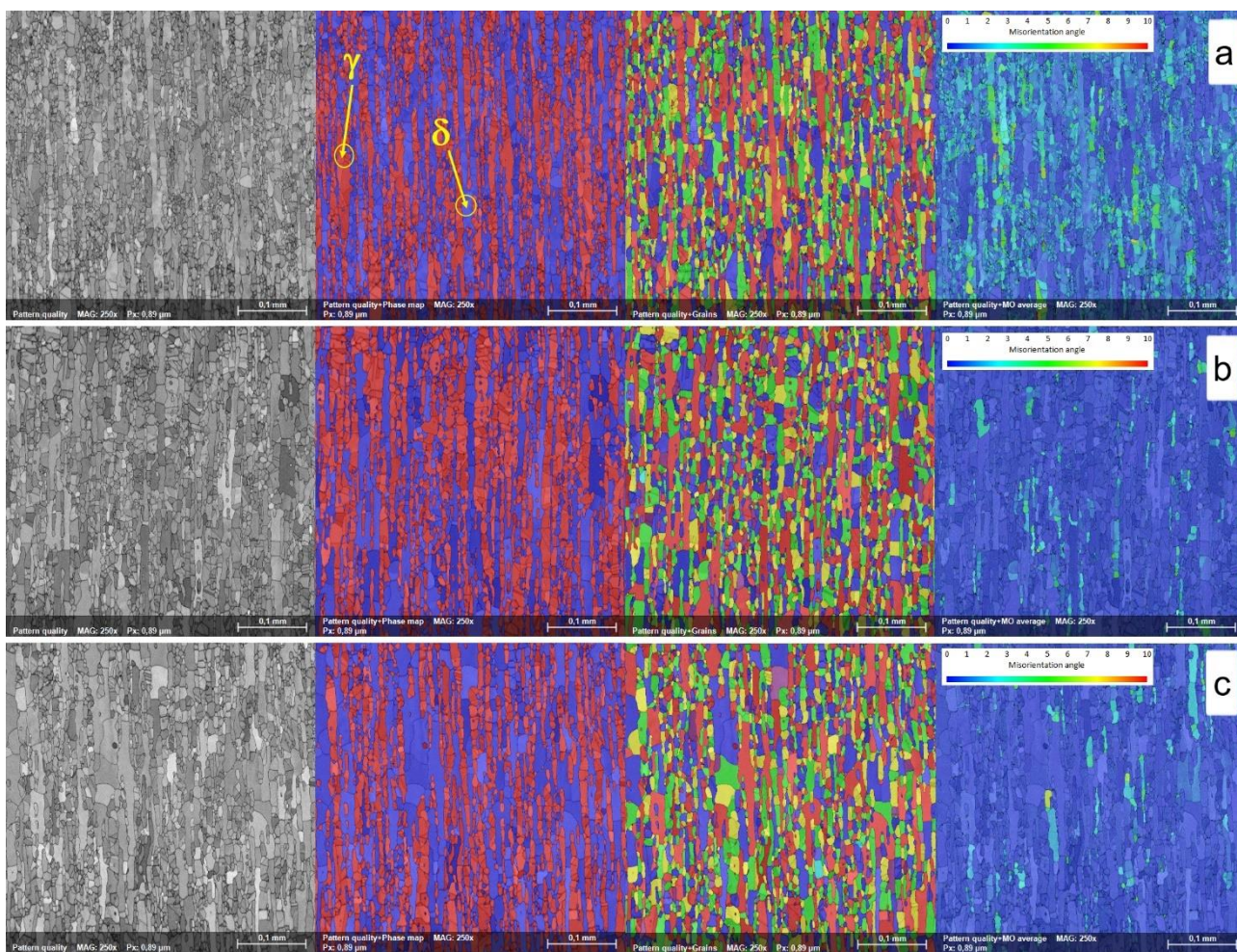


Fig. 1.2.2. Imagini microstructurale SEM-EBSD (morfologie - pattern quality; harta de distribuție a fazelor constituate - phase map; harta de distribuție a grăunților - grains map; harta de dezorientare - misorientation map) pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1080°C-10min-WQ (ST 1.1) – a; 1080°C-20min-WQ (ST 1.2) – b; 1080°C-30min-WQ (ST 1.3) – c.

Analiza microstructurală SEM-EBSD a aliajului UNS S32750 (figura I.2.2), aflat în stare tratată termic final la temperatura de 1080°C (ST 1) cu durata de menținere de 10min (ST 1.1), 20min (ST 1.2) și 30min (ST 1.3), arată prezența fazelor δ și γ . Pentru faza δ se înregistrează o fracție masică crescătoare (tabelul I.2.1), de la aprox. $52,9 \pm 0,9\%$ pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $53,6 \pm 0,4\%$ pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și, respectiv, la aprox. $54,6 \pm 0,8\%$ pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3). În cazul fazei γ se înregistrează o fracție masică descrescătoare (tabelul I.2.1), de la aprox. $47,1 \pm 0,9\%$

pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $46,5 \pm 0,4$ % pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și de aprox. $45,4 \pm 0,8$ % pentru durata de menținere de 30min (ST 3.1).

Analiza evoluției dimensiunii medii de grăunte (tabelul I.2.1) arată că faza δ prezintă o dimensiune medie crescătoare, de la aprox. $25,7 \pm 0,7$ μm pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $27,3 \pm 0,3$ μm pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și de aprox. $28,1 \pm 0,6$ μm pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3), în timp ce, faza γ prezintă, de asemenea, o dimensiune medie de grăunte crescătoare, de la aprox. $11,6 \pm 0,7$ μm pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $14,9 \pm 1,1$ μm pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și de aprox. $17,1 \pm 0,8$ μm pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3). Analiza evoluției dezorientării maxime (tabelul I.2.1) arată o descreștere (relaxare a câmpului intern rezidual tensiune/ deformație) odată cu creșterea duratei de menținere la temperatura de 1080°C (ST 1). Astfel, se înregistrează o dezorientare maximă de aprox. $9,8 \pm 0,2$ ° pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), de aprox. $8,9 \pm 0,3$ ° pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și de aprox. $8,3 \pm 0,5$ ° pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3).

Tabel I.2.1. Evoluția caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1080°C-t-WQ ; $t = 10\text{min}$ (ST 1.1), 20min (ST 1.2) și 30min (ST 1.3).

Faza	Caracteristici microstructurale (SEM-EBSD)								
	Temperatura de tratament termic final, $T = 1080^\circ\text{C}$ (ST 1)								
	Durata de tratament, $t = 10\text{min}$ ST 1.1			Durata de tratament, $t = 20\text{min}$ ST 1.2			Durata de tratament, $t = 30\text{min}$ ST 1.3		
	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °
Faza δ	$52,9 \pm 0,9$	$25,7 \pm 0,7$	$9,8 \pm 0,2$	$53,6 \pm 0,4$	$27,3 \pm 0,3$	$8,9 \pm 0,3$	$54,6 \pm 0,8$	$28,1 \pm 0,6$	$8,3 \pm 0,5$
Faza γ	$47,1 \pm 0,9$	$11,6 \pm 0,7$		$46,5 \pm 0,4$	$14,9 \pm 1,1$		$45,4 \pm 0,8$	$17,1 \pm 0,8$	

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice obținute în urma testelor de tracțiune (tabelul I.2.2), pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la temperatura de 1080°C (ST 1) cu durata de menținere de 10min (ST 1.1), 20min (ST 1.2) și 30min (ST 1.3), arată o creștere ușoară a limitei maxime de rezistență, de la aprox. $767,05 \pm 6,07$ MPa pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $767,67 \pm 2,93$ MPa pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și, respectiv, la aprox. $773,89 \pm 5,43$ MPa pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3).

În cazul limitei de curgere, de asemenea, se înregistrează o creștere ușoară a acesteia, de la aprox. $553,03 \pm 0,51$ MPa pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $554,52 \pm 6,63$ MPa pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și, respectiv, la aprox. $555,54 \pm 5,13$ MPa pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3). În cazul alungirii la rupere se înregistrează o scădere ușoară a acesteia, de la aprox. $48,23 \pm 1,51$ % pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $47,17 \pm 2,14$ % pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și de aprox. $46,47 \pm 2,84$ % pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3). Se observă că, în toate cazurile, se obțin valori ale proprietăților mecanice superioare celor minime impuse pentru aliajul investigat.

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice obținute în urma testelor de reziliență (tabelul I.2.2), pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la temperatura de 1080°C (ST 1) cu durata de menținere de 10min (ST 1.1), 20min (ST 1.2) și 30min (ST 1.3), arată o creștere ușoară a energiei consumate la rupere / rezilienței, de la aprox. $134,23 \pm 0,4$ J pentru durata de menținere de 10min (ST 1.1), la aprox. $136,42 \pm 0,71$ J pentru durata de menținere de 20min (ST 1.2) și de aprox. $136,85 \pm 1,43$ J pentru durata de menținere de 30min (ST 1.3). Se observă că, în toate cazurile, se obțin valori ale proprietăților mecanice superioare celor minime impuse pentru aliajul investigat.

Tabelul I.2.2. Caracteristicile mecanice obținute în urma tratamentului termic final efectuat la 1080°C (ST 1).

Proba / 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 1.1	$767,05 \pm 6,07$	$553,03 \pm 0,51$	$48,23 \pm 1,51$	$134,23 \pm 0,40$
ST 1.2	$767,67 \pm 2,93$	$554,52 \pm 6,63$	$47,17 \pm 2,14$	$136,42 \pm 0,71$
ST 1.3	$773,89 \pm 5,43$	$555,54 \pm 5,13$	$46,47 \pm 2,84$	$136,85 \pm 1,43$

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice obținute în urma testelor de tracțiune (tabelul I.2.12), pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la temperatura de 1180°C (ST 6) cu durata de menținere de 10min (ST 6.1), 20min (ST 6.2) și 30min (ST 6.3), arată că, odată cu creșterea duratei de menținere la temperatura de tratament, se obține o creștere ușoară atât pentru limita maximă de rezistență, cât și pentru limita de curgere. Astfel, la durata de tratament de 30 min (ST 6.3), limita maximă de rezistență atinge valoarea de aprox. 803,62 ± 7,21 MPa, în timp ce limita de curgere atinge valoarea de aprox. 585,39 ± 3,01 MPa. În cazul alungirii la rupere se observă o ușoară scădere a acesteia, de la aprox. 41,21 ± 2,69 % pentru durata de menținere de 10min (ST 6.1), la aprox. 40,36 ± 3,77 % pentru durata de menținere de 20min (ST 6.2) și de aprox. 39,11 ± 0,74 % pentru durata de menținere de 30min (ST 6.3). Se observă că, în toate cazurile, se obțin valori ale proprietăților mecanice superioare celor minime impuse.

Tabel I.2.11. Evoluția caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1180°C-t-WQ; t = 10min (ST 6.1), 20min (ST 6.2) și 30min (ST 6.3).

Faza	Caracteristici microstructurale (SEM-EBSD)								
	Temperatura de tratament termic final, T = 1180°C (ST 6)								
	Durata de tratament, t = 10min ST 6.1			Durata de tratament, t = 20min ST 6.2			Durata de tratament, t = 30min ST 6.3		
	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °
Faza δ	59,4±0,4	34,3±1,0	7,8±0,3	60,7±0,3	36,2±0,7	6,6±0,7	62,5±1,4	38,6±1,1	5,3±0,5
Faza γ	40,6±0,4	21,8±0,8		39,3±0,30	20,1±1,0		37,5±1,4	18,7±0,6	

Analiza caracteristicilor / proprietăților mecanice obținute în urma testelor de reziliență (tabelul I.2.12), pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la temperatura de 1180°C (ST 6) cu durata de menținere de 10min (ST 6.1), 20min (ST 6.2) și 30min (ST 6.3), arată o descreștere ușoară a energiei consumate la rupere / rezilienței, de la aprox. 125,53 ± 1,47 J pentru durata de menținere de 10min (ST 6.1), la aprox. 130,82 ± 0,29 J pentru durata de menținere de 30min (ST 6.3). Se observă că, în toate cazurile, se obțin valori ale proprietăților mecanice superioare celor minime impuse pentru aliajul investigat.

Tabelul I.2.12. Caracteristicile mecanice obținute în urma tratamentului termic final efectuat la 1180°C (ST 6).

Proba / 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 6.1	791,40± 4,74	578,00± 2,60	41,21± 2,69	125,53± 1,47
ST 6.2	800,22± 2,43	580,22± 5,64	40,36± 3,77	126,39± 1,81
ST 6.3	803,62± 7,21	585,39± 3,01	39,11± 0,74	130,82± 0,29

Analiza rezultatelor obținute arată următoarele:

- odată cu creșterea temperaturii (de la 1080°C la 1180°C) și a duratei de menținere la temperatura tratamentului termic final (de la 10min la 30min), se observă o creștere continuă a fracției masice de ferită (δ), însoțită de o descreștere proporțională a fracției masice de austenită (γ);
- odată cu creșterea temperaturii și duratei de menținere la temperatura tratamentului termic final se observă o creștere continuă a dimensiunii medii a grăunților de ferită (δ). În ceea ce privește dimensiunea medie de grăunte a fazei de austenită (γ), aceasta crește odată cu creșterea temperaturii și duratei de menținere până la temperatura de aprox. 1120°C - 1140°C, după care, la creșterea temperaturii, aceasta scade odată cu creșterea duratei de menținere la temperatura tratamentului termic final;
- odată cu creșterea temperaturii (de la 1080°C la 1180°C) și a duratei de menținere la temperatura tratamentului termic final (de la 10min la 30min), se observă o creștere a limitei maxime de rezistență și a limitei de curgere și, respectiv, o descreșterea a alungirii la rupere;
- tenacitatea / reziliența maximă se obține pentru temperatura de tratament termic final de 1120°C (ST 3).

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, varianta optimă de tehnologie de tratament termic final cuprinde următoarele (figura I.2.8): temperatura de tratament termic final: ~ 1120°C (ST 3) și durata de menținere la temperatura de tratament termic final: ~ (10min – 30min).

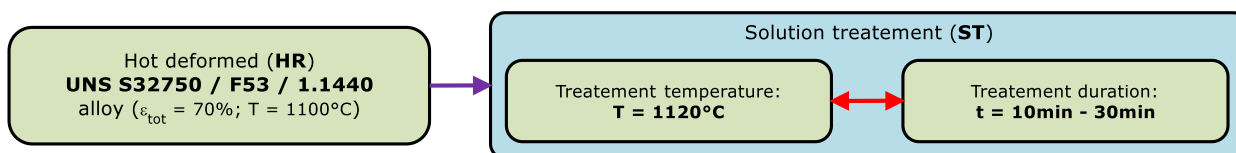


Fig. I.2.8. Schema finală a ciclului de tratament termic final aplicat aliajului UNS S32750 deformat plastic la cald.

I.3. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea I-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: $\varepsilon = 70\%$.

Caracterizarea microstructurală prin difracție de raze X a aliajului UNS S32750, aflat în stare inițială (AR - as-received) (figura I.3.1), 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.3.1). Nu au fost detectate alte faze secundare.

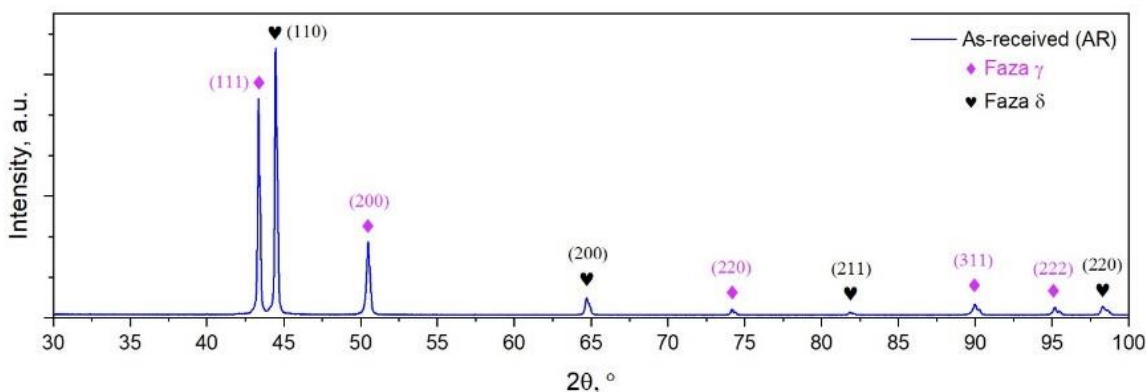


Fig. I.3.1. Spectrul XRD caracteristic pentru aliajul UNS S32750 în stare as-received (AR).

Tabel I.3.1. 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 [\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 constituente 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.3.2, tabelul I.3.2). Analiza SEM-EBSD a arătat că, fracția masică de fază δ este situată la aprox.

55,15 ± 0,95 % și de aprox. 44,85 ± 0,95 %, în cazul fazei γ (figura I.3.2, tabelul I.3.2). De asemenea, analiza SEM-EBSD a evidențiat prezența unui câmp rezidual de tensiune/deformație la nivelul fazelor constituente, caracterizat de o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $9,1 \pm 0,7^\circ$, în principal la nivelul fazei δ .

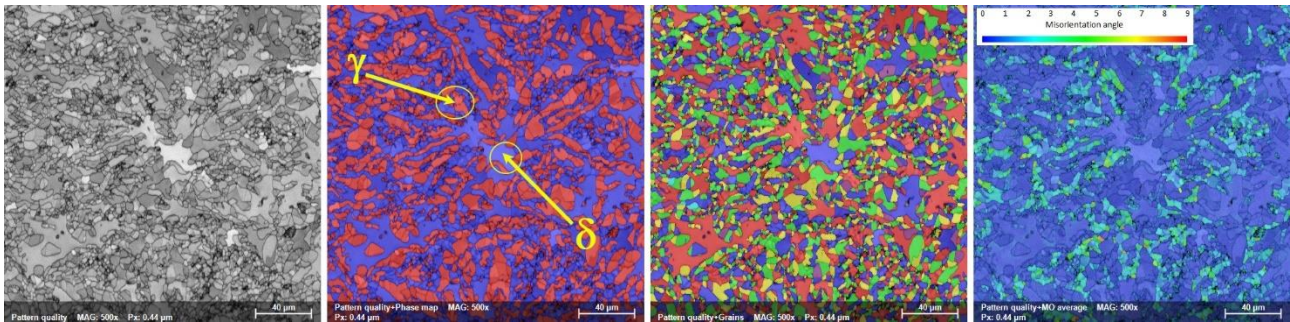


Fig. I.3.2. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare inițială (AR – as-received), ordin de mărire X500 (pattern quality; phase map; grains map; misorientation map).

Tabel I.3.2. Parametrii microstructurali SEM-EBSD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 în stare as-received (AR).

Parametrii caracteristici	Faza δ (ferita)	Faza γ (austenita)	Faza σ
Fracția masică [wt%]	55,15 ± 0,95	44,85 ± 0,95	-
Dimensiunea medie de grăunte [μm]	14,2 ± 1,3	6,9 ± 1,9	-
Dezorientare maximă [$^\circ$]	9.1 ± 0,7		-

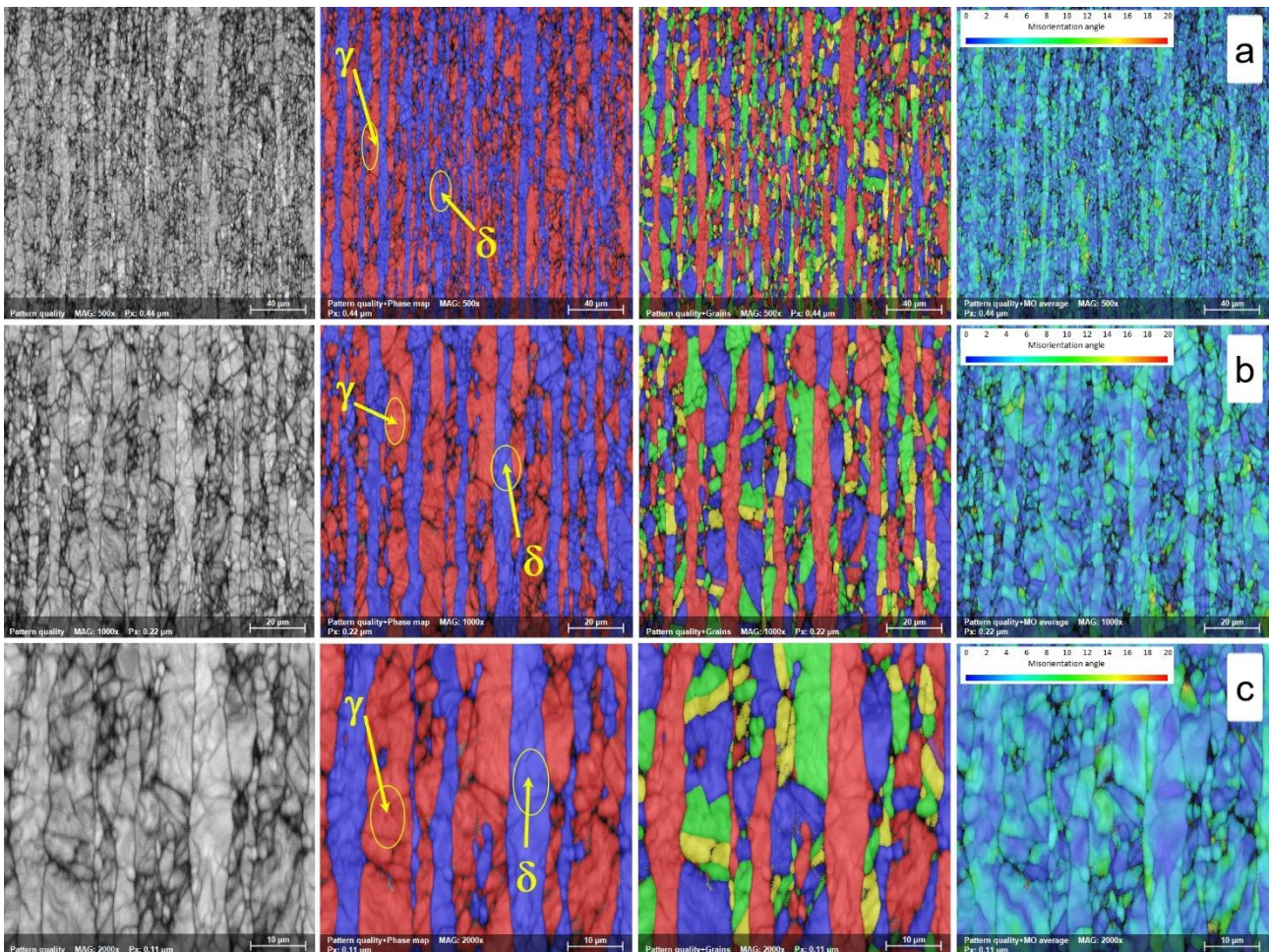


Fig. I.3.3. Imagini microstructurale SEM-EBSD pentru aliajul UNS S32750 deformat plastic la cald (HR – hot-rolled), la diferite ordine de mărire: a - X500; b - X1000; c - X2000 (pattern quality; phase map; grains map; misorientation map).

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.3.3).

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.3.3). 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.3.3, tabelul I.3.3).

Tabel I.3.3. Parametrii microstructurali SEM-EBSD caracteristici pentru aliajul UNS S32750 în stare deformată plastic la cad (HR – hot-rolled).

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 [$^\circ$]	$24,1 \pm 1,6$		-

Finalizarea activității de demonstrare și validare a componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald se va realiza în cadrul *Etapei a III-a / 2024 – Activitatea 3.1: Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea a II-a (conform Plan de realizare proiect)*.

I.4. Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea I-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 constituente, dimensiune medie grăunți faze constituente și analiză câmp rezidual tensiune / deformație – 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 III-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 : $t = 10 \text{ min}; 20 \text{ min}; 30 \text{ min};$
- 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 avansată a aliajului UNS S32750 (figura I.4.1), 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 3.1), 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.4.1) a arătat că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma tratamentului termic final cu durata de 10min (ST 3.1), 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.4.1) 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 constituente, care a produs o dezorientare cristalografică maximă de aprox. $6,8 \pm 0,7^\circ$, în principal la nivelul fazei δ (tabelul I.4.1).

Analiza microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 (figura I.4.2), 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 3.2), arată că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma tratamentului termic final cu durata de 20min (ST 3.2), este situată la aprox. $56,2 \pm 0,9 \%$, iar fracția masică de fază γ , la aprox. $43,8 \pm 0,9 \%$ (tabelul I.4.2). Analiza dimensiunii medii de grăunte (tabelul I.4.2) 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.4.2).

Analiza microstructurală avansată a aliajului UNS S32750 (figura I.4.3), 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 3.3), arată că, fracția masică de fază δ , rezultată în urma tratamentului termic final cu durata de 30min (ST 3.3), este situată la aprox. $58,5 \pm 1,2$ % și, respectiv, la aprox. $41,5 \pm 1,2$ %, în cazul fazei γ (tabelul I.4.3). Analiza dimensiunii medii de grăunte (tabelul I.4.3), a arătat că, pentru fază δ , rezultă o dimensiune medie de aprox. $31,1 \pm 1,4$ μm și, respectiv, de aprox. $19,2 \pm 1,3$ μm , 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. $6,2 \pm 0,5$ °, în principal la nivelul fazei δ (tabelul I.4.3).

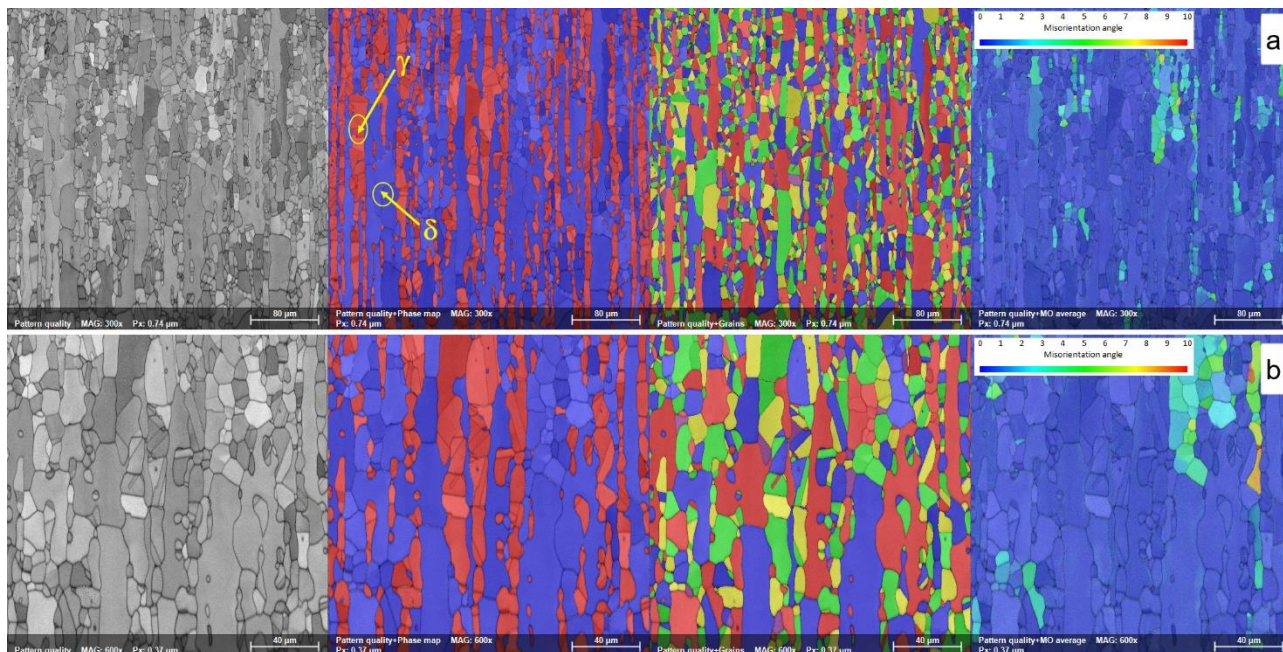


Fig. I.4.3. Imagini microstructurale SEM-EBSD caracteristice pentru aliajul UNS S32750 în stare tratată termic final la 1120°C-30min-WQ (ST 3.3) la diferite ordine de mărire: a - X300; b - X600 (pattern quality; phase map; grains map; misorientation map).

Tabel I.4.3. Evoluția caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750 tratat la: 1120°C-30min-WQ (ST 3.3).

Faza	Temperatura de tratament termic final, $T = 1120^{\circ}\text{C}$ / Durata de tratament, $t = 30\text{min}$ (ST 3.3)		
	Fracție masică, %	Dimensiune grăunte, μm	Dezorientare maximă, °
Faza δ	$58,5 \pm 1,2$	$31,1 \pm 1,4$	$6,2 \pm 0,5$
Faza γ	$41,5 \pm 1,2$	$19,2 \pm 1,3$	

Finalizarea activității de demonstrare și validare a componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final se va realiza în cadrul *Etapei a III-a / 2024 – Activitatea 3.3: Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea a II-a* (conform Plan de realizare proiect).

I.5. Caracterizarea microstructurală și mecanică avansată a probelor procesate termomecanic - partea I-a

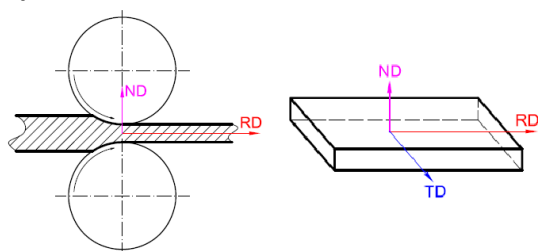


Fig. I.5.1. Reprezentarea schematică a sistemului de referință al probelor deformate prin laminare, în funcție de direcțiile de procesare RD (rolling direction – direcția de laminare), ND (normal direction – direcția normală) și TD (transverse direction – direcția transversală).

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.5.1). 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.*

I.5.1. 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 tratament termic final (morfologie - *pattern quality*; harta de distribuție a fazelor constituente - *phase map*; harta de distribuție a grăunților - *grains map*; harta de dezorientare - *misorientation map*) – I.2. *Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final*: 250X;
- pentru determinarea fracțiilor masice ale fazelor δ (ferită) și γ (austenită) – I.2. *Experimentarea componentei tehnologice de tratament termic final*: 100X; 200X;
- pentru punerea în evidență a microstructurii probelor procesate prin deformare plastică la cald (*pattern quality*; *phase map*; *grains map*; *misorientation map*) – I.3. *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: deformarea plastică la cald - partea I-a*: 500X; 1000X; 2000X;
- pentru punerea în evidență a microstructurii probelor procesate prin deformare plastică la cald (*pattern quality*; *phase map*; *grains map*; *misorientation map*) – I.4. *Demonstrarea și validarea componentelor tehnologiei de procesare termomecanică: tratamentul termic final - partea I-a*: 300X; 600X.

➤ **rezoluția imaginilor SEM-EBSD:** 512 x 512 pixeli;

➤ **rezoluția detectorului EBSD:** 160 x 120 pixeli;

➤ **durata de expunere:** 2,50 ms/pixel.

Probele supuse caracterizării microstructurale au fost pregătite metalografic conform procedurii descrise în *Raportul Științific și Tehnic Etapa a II-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.5.2. 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.5.3a) și 200X (figura I.5.3b), 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 250X și 300X, cu precizie de o zecimală. Datele măsurate au fost analizate statistic pentru a se determina valoarea medie și, respectiv, dispersia acestora.



Fig. I.5.2. Aspectul probelor înglobate / șlefuite-lustruite utilizate în analiza caracteristicilor microstructurale pentru aliajul UNS S32750.

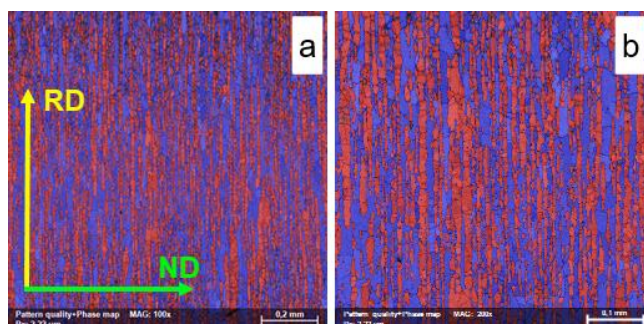


Fig. I.5.3. Imagini caracteristice SEM-EBSD pentru aliajul UNS S32750 procesat termomecanic, la ordinele de mărire de 100X - a și 200X - b.

1.5.2. 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*.

Configurația geometrică și aspectul probelor folosite în cadrul testării mecanice sunt prezentat în figura 1.5.4 și figura 1.5.5 (set de probe folosite în cadrul testării la tracțiune; set de probe folosite în cadrul testării la impact/reziliență).

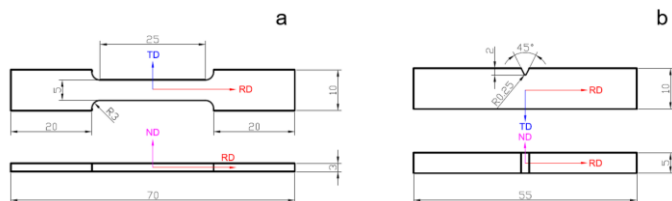


Fig. 1.5.4. Reprezentarea schematică a configurației geometrice a probelor folosite în testarea mecanică RD, ND și TD.

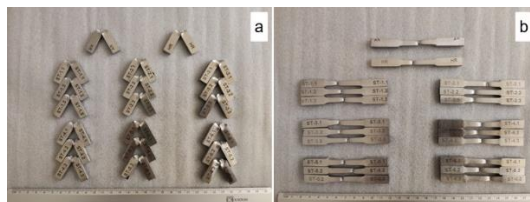


Fig. 1.5.5. Set de probe folosite în cadrul testelor de reziliență – a și tracțiune – b.

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 câte 2 seturi de măsurători cu precizie de două zecimale. 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 2023 au condus la următoarea diseminare a rezultatelor științifice obținute:

1. prezentarea rezultatelor științifice la conferințe internaționale:

- E.M. Cojocaru, D. Raducanu, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, V.D. Cojocaru. *Microstructural and mechanical characterization of isochronal solution treated UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; European Conference on Heat Treatment - ECHT 2023, 29 – 31.05.2023, Genova, Italia;
- V.D. Cojocaru, M.L. Angelescu, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru. *Effect of solution treatment duration on the microstructure and mechanical properties of a hot-rolled UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; METEC & 6thESTAD European Steel Technology and Application Days, 10 – 16.06.2023, Dusseldorf, Germania;
- E.M. Cojocaru, D. Raducanu, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, V.D. Cojocaru. *Effect of solution treatment duration on the microstructure and mechanical properties of UNS S32750 / F53 / 1.4410 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy*; 17th European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes - FEMS EUROMAT 2023, 03 – 07.09.2023, Frankfurt am Main, Germania.

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

- V.D. Cojocaru, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru. *Effects of solution treatment on the microstructure and mechanical properties of UNS S32750 / F53 / 1.4410 SDSS (Super Duplex Stainless Steel) alloy*; submis la revista MATERIALS (cotat ISI / FI 2022: 3,4)

Director proiect,
Vasile Dănuț COJOCARU