

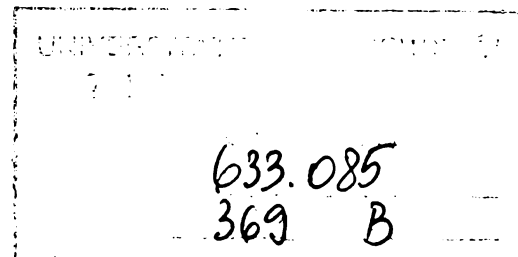
**Modalități de promovare a reacțiilor de
durificare la oțelurile inoxidabile
cu transformare controlată**

Teză de doctorat

**Autor
Ing. Iosif Radu**

**BIBLIOTECA CENTRALĂ
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA"
TIMIȘOARA**

**Conducător științific
Prof.univ.dr.ing. Ion Mitelea**



Timișoara, 2002

**Modalități de promovare a reacțiilor de
durificare la oțelurile inoxidabile
cu transformare controlată**

Capitolul 1

STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR PRIVIND OȚELURILE INOXIDABILE CU TRANSFORMARE CONTROLATĂ

1.1 Constituția și caracteristicile de transformare

În ultimul timp asistăm la dezvoltări interesante ale oțelurilor inoxidabile de înaltă rezistență. Cerințele mereu crescânde pentru asemenea oțeluri sunt determinate de dezvoltarea industriei aeronautice, în particular de creșterea performanțelor avioanelor de mare viteză și a rachetelor care operează la o temperatură superioară celei maxime de utilizare a aliajelor de înaltă rezistență cu bază de aluminiu sau magneziu (peste 200°C).

Oțelurile inoxidabile martensitice cu 13%Cr permit obținerea unor caracteristici mecanice ridicate, dar rezistența lor la coroziune este deseori insuficientă. Oțelurile inoxidabile feritice sau austenitice a căror inoxidabilitate este mare, au din păcate caracteristici de rezistență mecanică relativ scăzute. Deși ultimele dintre acestea au o capacitate ridicată de ecruisare mecanică, această modalitate de durificare nu este posibilă a fi aplicată decât într-un număr limitat de cazuri.

De aceea, cercetările au fost orientate spre dezvoltarea unor oțeluri care să fie pe de o parte puternic inoxidabile și rezistente mecanic, iar pe de altă parte, să conserve o rezistență suficientă la temperaturi ridicate, de până la 400°C. Aceste cercetări au condus la crearea unor oțeluri a căror durificare este provocată de două procese suprapuse: o transformare martensitică și o precipitare de faze secundare. În funcție de poziția punctului critic de început de transformare martensitică M_s în raport cu temperatura camerei, ele pot fi clasificate în două grupe:

- oțeluri la care punctul M_s este sensibil peste temperatura camerei și deci prezintă o transformare martensitică directă;
- oțeluri la care punctul M_s este apropiat sau inferior valorii de +20°C, astfel că în urma răcirii rapide de la temperatura de austenitizare, microstructura va fi alcătuită în principal dintr-o austenită metastabilă.

La acestea din urmă, transformarea martensitică nu se poate produce decât printr-o răcire la temperaturi sub 0°C sau printr-un tratament de destabilizare a austenitei.

În alte oțeluri, microstructura austenitică va fi conservată și durificarea este provocată prin fenomene de precipitare în această soluție solidă: duritățile atinse sunt mai mici, dar matricea austenitică oferă marele avantaj al amagnetismului ei.

În tabelul următor se prezintă sintetic aceste caracteristici de transformare:

OȚELURI MARTENSITICE		OȚELURI AUSTENITICE
Transformare directă	Transformare indirectă	
1. Tratament de punere în soluție 2. Răcire rapidă la temperatura camerei: microstructura este <u>martensitică</u> 3. Tratament de durificare prin precipitare	1. Tratament de punere în soluție 2. Răcire rapidă la temperatura camerei: microstructura este <u>austenitică</u> (metastabilă) 3a. Continuarea răcirii până la -80°C; microstructura este <u>martensitică</u> sau 3b. Îmbătrânire primară la 700-800°C pentru destabilizarea austenitei; răcire la temperatura camerei: microstructura este <u>martensitică</u> ; 4. Tratament de durificare prin precipitare	1. Tratament de punere în soluție 2. Răcire rapidă la temperatura camerei: microstructura este <u>austenitică</u> (stabilă) 3. Tratament de durificare prin precipitare

Principalele cerințe impuse acestei categorii de oțeluri sunt legate în primul rând de un conținut suficient în crom pentru a le asigura o inoxidabilitate adecvată. Pentru o bună rezistență la oxidare, conținutul minim de crom trebuie să fie de 12%, iar cel maxim de 18%; este de preferat ca acest element să se situeze către limita superioară a intervalului menționat. În al doilea rând, satisfacerea cerințelor de deformabilitate și de sudabilitate este posibilă printr-un conținut redus în carbon, cuprins între 0,04 - 0,14%. În al treilea rând, este necesar ca microstructura obținută în urma tratamentului termic de călire pentru punere în soluție să fie predominant austenitică. Pentru obținerea unor proprietăți maxime în urma transformării este dorit ca microstructura să fie aproape complet austenitică. Prezența unei anumite proporții

de ferită δ va conduce la diminuarea proprietăților maxime obținabile și va crea dificultăți la operațiile tehnologice de prelucrare la cald. Cu toate acestea, așa cum se va arăta mai târziu, o cantitate mică de ferită δ este esențială în microstructura acestor oțeluri, indiferent de aplicația industrială. În ultimul rând, domeniul transformării martensitice trebuie să se situeze imediat sub temperatura camerei (fig. 1.1).

Dacă punctul critic M_s este sub temperatura ambiantă, înseamnă că microstructura austenitică este produsă în condițiile tratamentului de punere în soluție și în consecință oțelul poate fi ușor prelucrat prin operații de deformare plastică. Pe de altă parte, înseamnă că domeniul transformării martensitice poate fi ușor atins printr-un tratament la temperaturi sub 0°C sau poate fi ușor ridicat printr-un tratament termic de revenire.

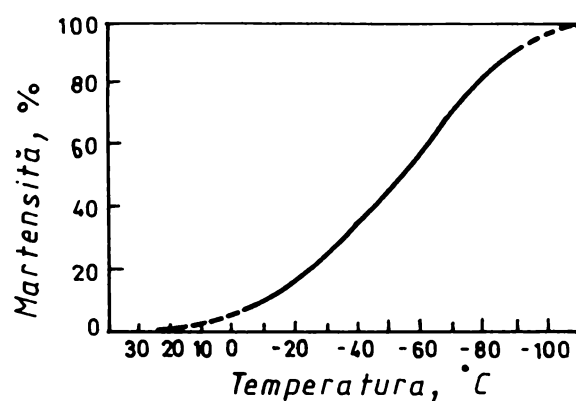


Fig. 1.1 Curba tipică de transformare martensitică

Un punct de plecare convenabil în dezvoltarea acestor aliaje este o compoziție cu 0,1%C și 17%Cr. Un asemenea oțel este suficient de inoxidabil dar tendința cromului de formare a feritei δ necesită o contrabalansare pentru producerea unei microstructuri predominant austenitice. O dată obținută microstructura austenitică, devine imediat necesar controlul domeniului de transformare martensitică. Este bine cunoscut că cel mai eficient element atât pentru formarea austenitei cât și pentru controlul domeniului martensitic este nichelul. De exemplu, se știe că o compoziție chimică de 18%Cr-8%Ni conduce la o microstructură austenitică foarte stabilă care are domeniul transformării martensitice situat mult sub temperatura camerei. O asemenea microstructură este mult prea stabilă pentru a constitui baza de dezvoltare a unui oțel inoxidabil

cu transformare controlată și de aceea este necesară reducerea conținutului de nichel. Se va arăta mai târziu că o compoziție chimică cu 0,1%C-17%Cr-5%Ni conduce la o structură complet austenitică, dar temperatura M_s este situată imediat sub cea a camerei.

O compoziție chimică cu 0,1%C-17%Cr-4%Ni este chiar la granița formării feritei δ și are domeniul de transformare martensitică ușor deasupra temperaturii camerei. Cercetările au arătat că adaosul unor elemente de aliere este necesar pentru un control precis al microstructurii și al temperaturii de transformare precum și pentru creșterea stabilității la revenire și de asemenea, pentru durificarea prin îmbătrânire.

O descriere detaliată a efectelor fiecărui element de aliere se va prezenta ceva mai târziu, dar acestea pot fi rezumate astfel:

- influența stabilității austenitei;
- restrângerea domeniului de transformare martensitică.

Dupa tendința de formare a feritei sau a austenitei, elementele de aliere se împart în două grupe:

- elemente formatoare de ferită (Si, Mo, V);
- elemente formatoare de austenită (C, Mn, Ni, Cu).

Pe de altă parte, elementele de aliere restrâng domeniul de transformare și de aceea printr-o combinație potrivită a acestora este posibil să se mențină controlul atât asupra microstructurii cât și asupra domeniului transformării martensitice.

1.2. Microstructura oțelurilor inoxidabile cu transformare controlată

În figurile 1.2, 1.3 și 1.5 se exemplifică microstructura unor asemenea oțeluri în condiții diferite de tratament termic. Cazul cel mai general este cel al unui oțel care conține o cantitate mică de ferită δ , iar în figura 1.2 se arată microstructurile obținute într-un oțel cu 17%Cr, 4%Ni și 2%Mo. În urma călirii pentru punere în soluție de la 1050°C se obține o structură alcătuită din austenită și ferită δ (fig.1.2a). Aceasta confirmă că domeniul transformării martensitice se află complet situat sub temperatura camerei. O temperatură de punere în soluție mai scăzută de 950°C, menține o cantitate apreciabilă de carburi nedizolvate și întrucât domeniul transformării martensitice a fost ridicat, o parte din austenită s-a transformat în martensită (fig.1.2b). Dacă după călirea pentru punere în soluție de la 1050°C se continuă imediat tratamentul la

temperaturi negative ($-70 \dots -80^\circ\text{C}$), austenita se transformă în martensită dar structura este foarte puțin atacată și numai prin revenire ulterioară poate fi pusă bine în evidență (fig. 1.2c)

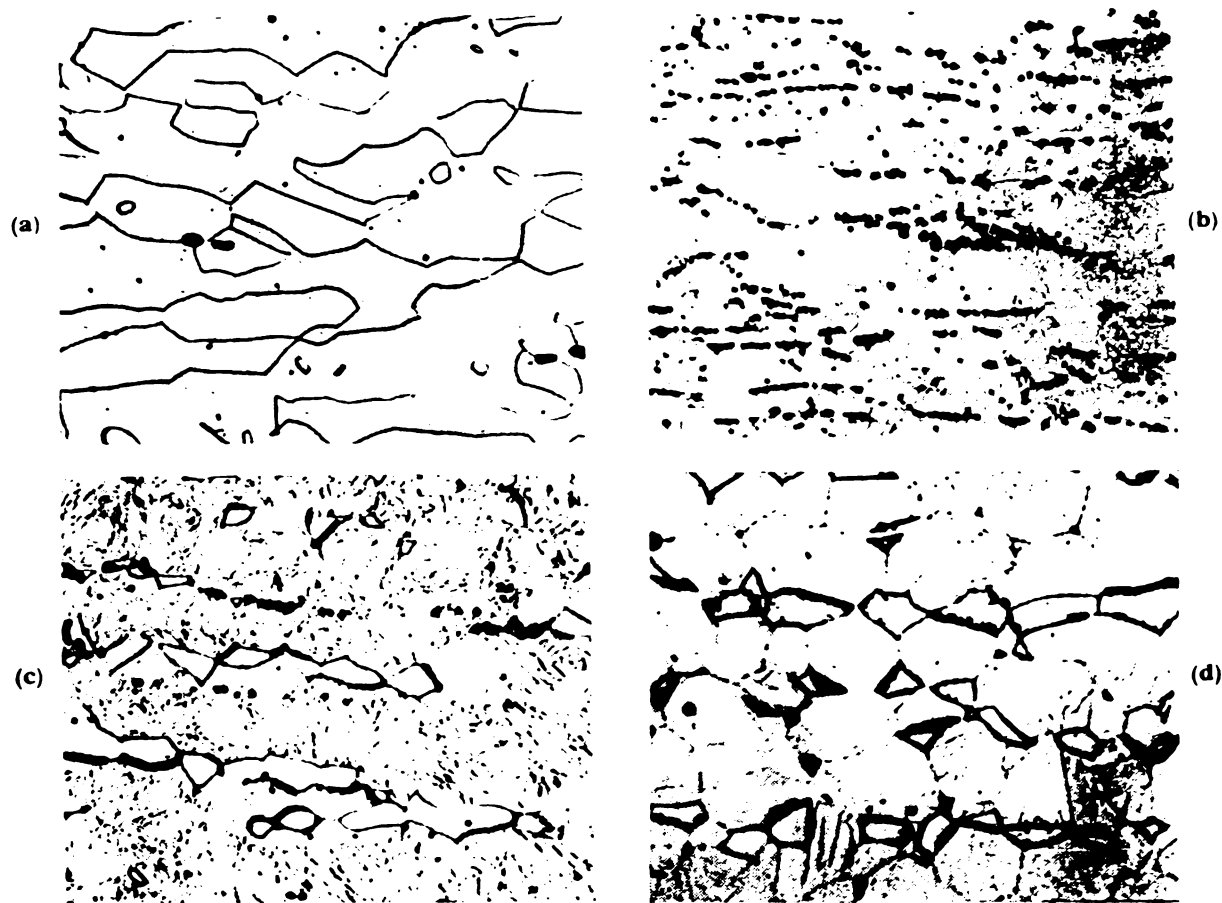


Fig. 1.2 Microstructuri tipice ale oțelului cu 17%Cr-4%Ni-2%Mo (750.1) a- $1050^\circ\text{C}/\text{aer}$; b- $950^\circ\text{C}/\text{aer}$; c- $1050^\circ\text{C}/\text{aer}$ + răcire ($-70 \dots -80^\circ\text{C}$)/aer + revenire $450^\circ\text{C}/\text{aer}$; d- $1050^\circ\text{C}/\text{aer}$ + îmbătrânire primară $700^\circ\text{C}/\text{aer}$

Efectuarea unui tratament termic de îmbătrânire primară la 700°C provoacă fenomene de precipitare a carburilor, îndeosebi pe limitele grăunților de ferită δ și ca urmare are loc o ridicare a domeniului transformării martensitice: în urma răcirii până la temperatura ambiantă matricea va suferi o transformare martensitică (fig. 1.2d). Încă o dată se face sublinierea că această martensită nu apare clar pusă în evidență până nu se face îmbătrânirea prin revenire.

Un alt tip de asemenea oțel are în compoziția chimică 17%Cr-4%Ni-3%Mn, iar după călirea pentru punere în soluție de la 1050°C , microstructura sa este complet austenitică, deci fără ferită liberă (fig. 1.3a)

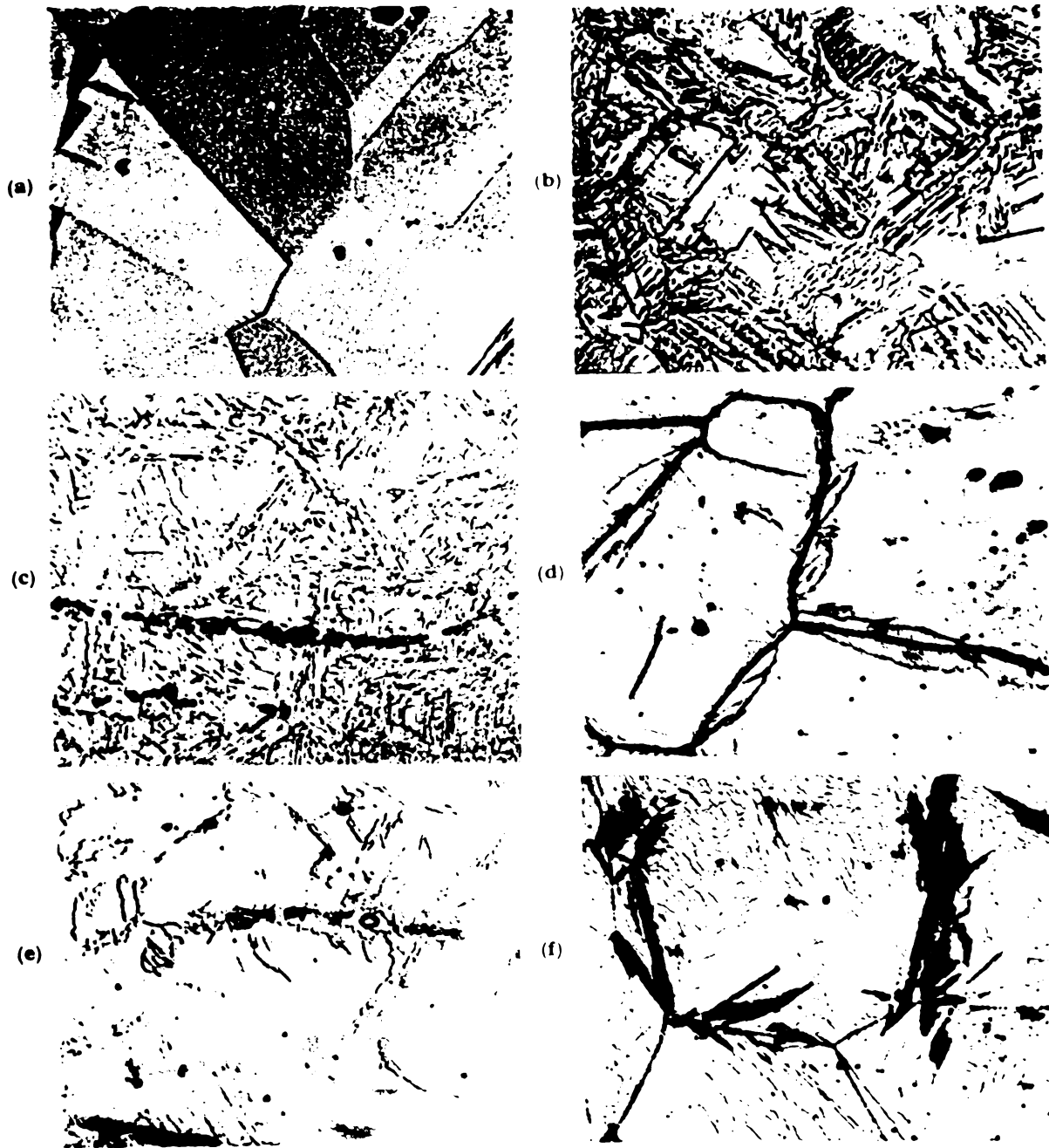


Fig.1.3 Microstructuri tipice ale oțelului cu 17%Cr-4%Ni-3%Mn (x750) a- 1050°C/aer; b- 1050°C/aer + răcire (-70...-80°C)/aer; c-925°C/aer + răcire (-70...-80°C)/aer; d- 1050°C/aer + îmbătrânire primară 700°C/aer; e-950°C/aer; f- 950°C/aer + îmbătrânire primară 700°C/aer

Ea suferă transformare martensitică prin tratament la temperaturi scăzute (fig.1.3b), aceasta nu este totuși completă deoarece domeniul martensitic este destul de coborât. Dacă temperatura de încălzire pentru punere în soluție se alege la 925°C, în urma refrigerării transformarea martensitică devine completă (fig.1.3c). Cercetările experimentale au arătat că acest oțel este

rezistent la transformare în cursul îmbătrânirii primare și microstructura arată că acest fapt se datorează extinderii limitate a precipităților.

După îmbătrânirea primară, în jurul limitelor grăunților de austenită apare o cantitate mică de precipități și adiacent la acestea se formează puțină martensită (fig.1.3d); întrucât cantitatea de carburi precipitate nu este suficientă pentru a ridica domeniul martensitic peste temperatura camerei, transformarea nu va fi completă.

S-a demonstrat că valori mai mici ale temperaturii pentru punere în soluție pot provoca un răspuns favorabil în cursul îmbătrânirii primare.

Astfel, în fig.1.3e este redată microstructura obținută după călirea în aer de la temperatura de 950°C remarcându-se prezența unei anumite cantități de martensită alături de austenita metastabilă. Prin îmbătrânire primară la 700°C această martensită suferă practic un proces de revenire (fig.1.3f).

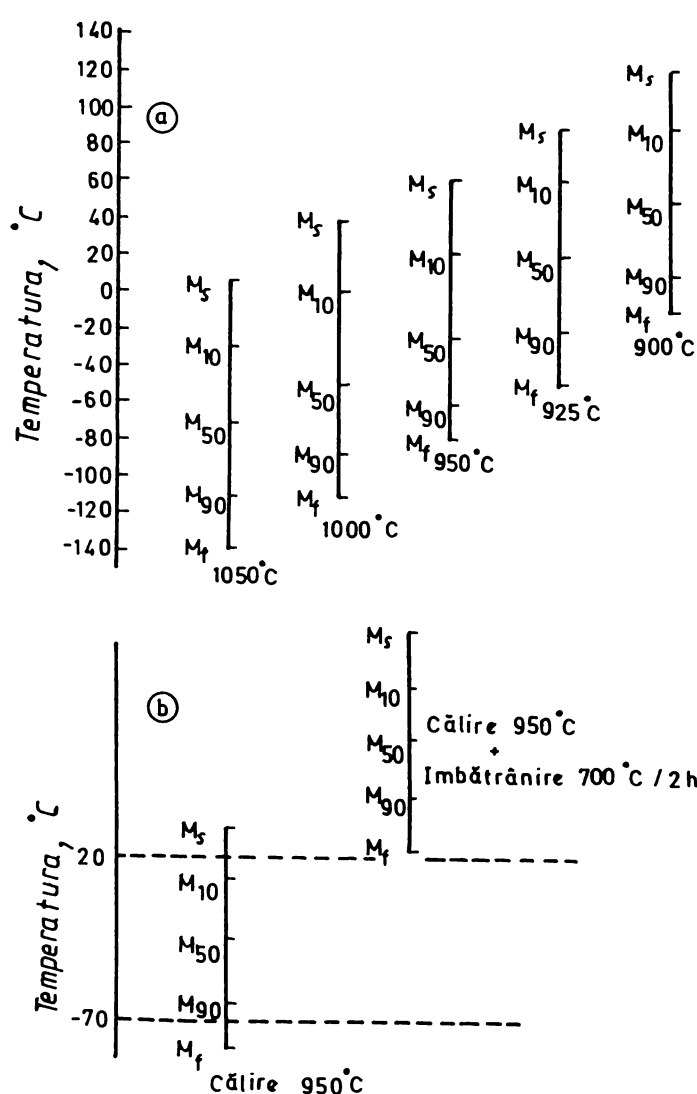


Fig.1.4 Efectul tratamentului termic asupra domeniului transformării martensitice: a- efectul temperaturii de încălzire pentru punere în soluție; b- efectul îmbătrânirii primare

Influența temperaturii de încălzire pentru punere în soluție și a îmbătrânirii primare asupra domeniului transformării martensitice este arătată în fig.1.4. Se remarcă faptul că pe măsura coborârii temperaturii de încălzire pentru punere în soluție are loc o ridicare a domeniului transformării martensitice, iar precipitarea carburilor la 700°C ridică acest domeniu cu aproape 160°C.

Regiunile întunecate în urma atacului chimic al microstructurii reprezintă zone de martensită care au existat înainte de îmbătrânirea primară.

Aplicarea ulterioară a tratamentului termic de îmbătrânire prin revenire se manifestă printr-o întunecare a microstructurii de îmbătrânire primară examinată la microscopul optic (fig.1.5a). Investigațiile efectuate la microscopul electronic confirmă prezența unui precipitat.

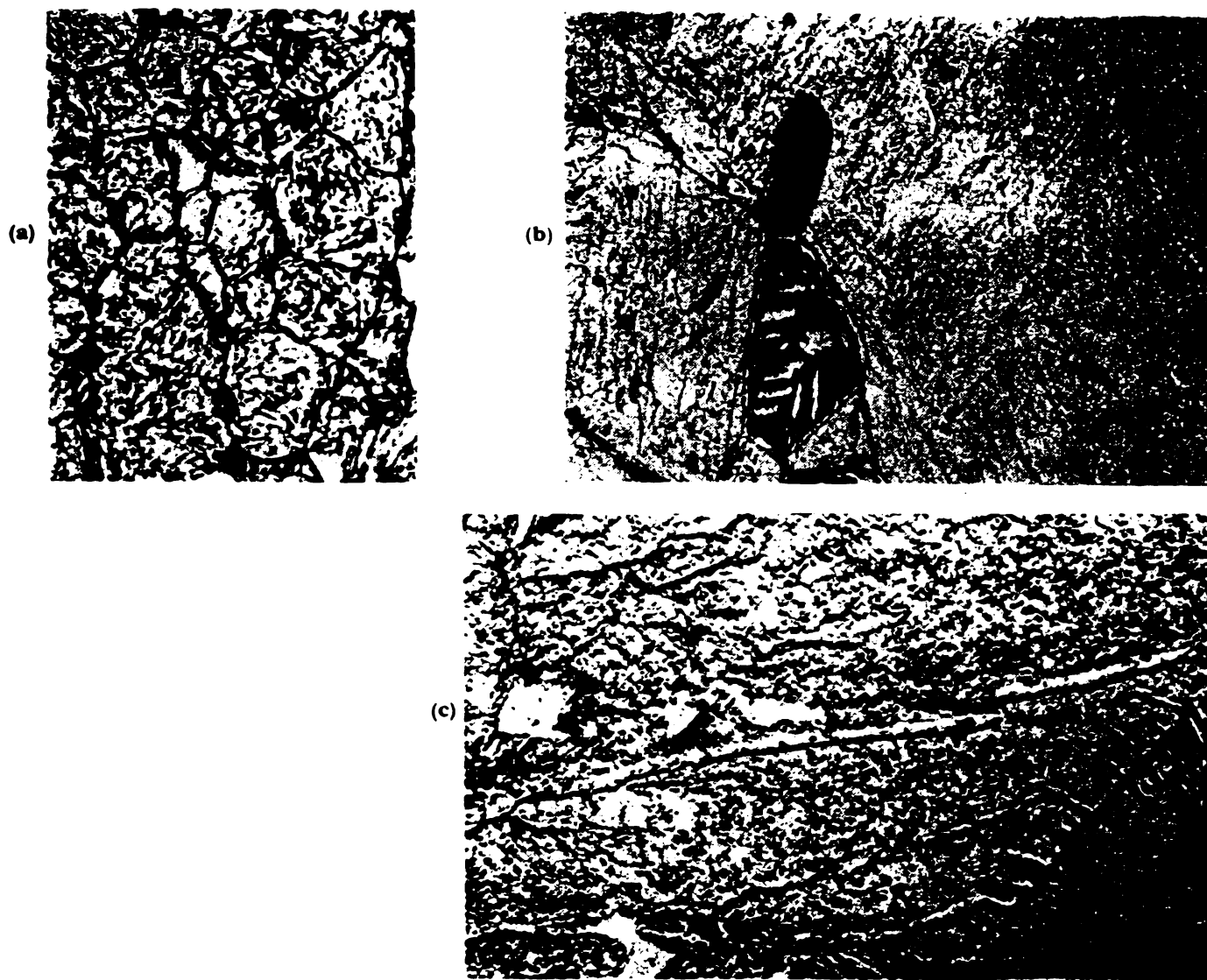


Fig.1.5 Microstructuri tipice ale oțelului cu 17%Cr-4%Ni-2%Mo-3%Co călit pentru punere în soluție de la 1050°C îmbătrânit primar la 700°C și îmbătrânit prin revenire la 500°C :

a- x750; b- x 3000; c- x 15000

1.3. Proprietăți mecanice caracteristice

Discuția de până acum a arătat cât de diferit afectează tratamentul termic întreaga comportare la transformare a acestor oțeluri. În tabelele 1.1 și 1.2 sunt redate proprietățile mecanice tipice pentru două asemenea oțeluri. Poate părea surprinzător că rezistența la rupere prin tracțiune statică așa de ridicată, cca. 1200 N/mm^2 , este obținută atunci când ambele oțeluri se află în stare austenitică. Aceasta nu este totuși o reflectare adevărată a rezistenței, deoarece ea rezultă prin transformarea extensivă care are loc în timpul găturii epruvetei înainte de rupere. O indicație mai bună este dată de măsurătorile de duritate care au condus la valori de cca. 200 HV. O proprietate și mai importantă este limita tehnică de curgere, observându-se că aceasta are o valoare scăzută înainte de transformare, fiind specifică unui oțel austenitic.

Oțelul cu 17%Cr-4%Ni-2%Mo (care conține 20% ferită δ) răspunde ușor atât la tratamentul de refrigerare cât și la îmbătrânirea primară.

Valorile ridicate ale rezistenței la rupere și ale raportului $R_{p0,2}/R_m$ constituie un indiciu că a avut loc transformarea completă în martensită. Din analiza proprietăților mecanice se constată o diferență de cca. 150 N/mm^2 între valorile caracteristicilor de rezistență specifice tratamentului la temperaturi negative respectiv îmbătrânirii primare. Aceasta este o reflectare a conținutului mai scăzut în carbon al martensitei obținute în condițiile îmbătrânirii primare.

Oțelul cu 17%Cr-4%Ni-3%Mn răspunde mai bine la refrigerare, permițând obținerea unor proprietăți similare oțelului cu 2%Mo. Întrucât microstructura sa nu conține ferită δ , tratamentul de îmbătrânire primară se manifestă mai puțin intens. Pentru producerea transformării se necesită o temperatură mai mică de încălzire pentru punere în soluție. Microstructura prezentată în fig. 1.3f scoate în evidență procesul de revenire a martensitei în cursul îmbătrânirii primare.

Una din trăsăturile caracteristice ale încercărilor de tracțiune statică o constituie valorile foarte diferite ale proprietăților determinate. Deși majoritatea valorilor obținute erau corespunzătoare, frecvent apăreau și rezultate nesatisfăcătoare ceea ce indica faptul că transformarea nu a fost completă. Acest efect al cantității de austenită transformată poate fi ușor pus în evidență utilizând un oțel cu transformare controlată care are domeniul martensitic situat sub temperatura camerei și care este refrigerat la diferite temperaturi cuprinse între 0°C și -80°C . Astfel au fost produse o serie de oțeluri cu cantități diferite de martensită și la care

Tabelul 1.1 Proprietățile mecanice ale oțelului cu 0,10%C-17,32%Cr-4,2%Ni-1,95%Mo (20% ferită δ)

Nr. crt.	Tratamentul termic aplicat	Rezistența la rupere, N/mm ²	Limita de curgere, N/mm ² , pentru deformația, %				Limita de Proportionalitate, N/mm ²	Alungirea la rupere pe 4 √ A, %	Gatuirea la rupere, %
			0,20	0,10	0,05	0,02			
1	Călire 1050°C/1h/aer	1348	234	224	218	206	148	17,8	27,2
2	Călire 1050°C/1h + Îmbătrânire primară 700°C/2h	984	685	562	457	344	173	16,8	51,2
3	Călire 1050°C/1h + Îmbătrânire primară 700°C/2h + Revenire 450°C/1h	1069	857	835	818	775	644	18,9	43,2
4	Călire 1050°C/1h + Refrigerare -78°C/2h	1416	813	678	509	347	148	13,8	27,2
5	Călire 1050°C/1h + Refrig. -78°C/2h + Revenire 450°C/1h	1292	1004	934	875	790	620	18,4	47,2
6	Călire 1050°C/1h + Refrig. -78°C/2h + Revenire 450°C/1h	1226	1038	1019	995	934	719	20,9	51,2

Tabelul 1.2 Proprietățile mecanice ale oțelului cu 0,10%C-17%Cr-4,2%Ni-3%Mn (fără ferită δ)

Nr. crt.	Tratamentul termic aplicat	Rezistența la rupere, N/mm ²	Limita de curgere, N/mm ² , pentru deformația, %				Alungirea la rupere pe 4 \sqrt{A} , %	Gatuirea la rupere, %
			0,20	0,10	0,05	0,02		
1	Călire 1050°C/aer	968	356	325	297	263	60,5	62,4
2	Călire 1050°C + Refrig.-78°C/1h + Revenire 400°C/2h	1319	858	683	533	384	30,0	46,8
3	Călire 1000°C + Refrig.-78°C/1h + Revenire 400°C/2h	1320	764	571	429	291	30,9	49,6
4	Călire 950°C + Refrig.-78°C/1h + Revenire 400°C/2h	1345	847	716	505	359	30,7	51,4
5	Călire 925°C + Refrig.-78°C/1h + Revenire 400°C/2h	1359	1137	968	765	514	30,5	55,0
6	Călire 1000°C + Îmbătrânire 700°C/2h + Revenire 400°C/2h	1292	361	314	288	255	19,1	45,1
7	Călire 950°C + Îmbătrânire 700°C/2h + Revenire 400°C/2h	1222	508	407	336	269	18,6	46,8
8	Călire 900°C + Îmbătrânire 700°C/2h + Revenire 400°C/2h	1159	640	508	384	272	30,0	52,5
9	Călire 875°C + Îmbătrânire 700°C/2h + Revenire 400°C/2h	1139	984	945	899	849	30,5	54,0

proprietățile obținute au fost edificatoare. Proprietățile mecanice ale unei bare de material refrigerat și ulterior supus revenirii timp de 2h la 400°C sunt următoarele:

Proprietatea	Proporția de martensită, %					
	0	20	47	65	82	100
Rezistența la rupere R_m , N/mm ²	720	1275	1240	1214	1311	1367
Limita tehnică de curgere $R_{p0,2}$, N/mm ²	220	220	285	561	738	989
Alungirea la rupere, %	42,4	37,7	44,5	30,0	33,9	27,9
Gâtuirea la rupere, %	53,8	40,0	51,2	54,4	48,8	55,0

Se poate observa că până la cca. 50% martensită în microstructură, modificarea celei mai importante proprietăți, $R_{p0,2}$ este relativ mică. Valoarea limitei tehnice de curgere crește treptat odată cu mărirea cantității de martensită și proprietăți satisfăcătoare se obțin doar la transformarea completă a austenitei în martensită. Pentru a evidenția și mai clar variația limitei de curgere cu proporția de martensită din microstructură au fost efectuate încercări de tracțiune pe probe la care cantitatea de austenită netransformată a variat între 18% și 0%. Rezultatele obținute pe oțelul refrigerat și revenit timp de 2h la 400°C sunt următoarele:

Proprietatea	Cantitatea de austenită reziduală, %				
	18	13	8	5	0
Rezistența la rupere R_m , N/mm ²	1311	1319	1313	1324	1368
Limita tehnică de curgere $R_{p0,2}$, N/mm ²	738	859	967	990	989
Alungirea la rupere, %	33,9	30,0	29,4	25,3	27,9
Gâtuirea la rupere, %	48,8	46,8	52,9	43,2	55,0

Aceste date demonstrează că pentru a se asigura un raport satisfăcător $R_{p0,2}/R_m$ este necesară obținerea unei microstructuri cu peste 90% martensită. De aici se desprinde o idee interesantă în privința controlului corect al domeniului transformării martensitice aplicabil la tratamentul de refrigerare. S-a arătat că acest domeniu este de cca. 140°C și că transformarea trebuie să se producă între temperatura camerei și -70...-80°C. În consecință domeniul transformării martensitice trebuie să depășească acest interval fie la limita superioară fie la cea inferioară. Mai departe este necesar să decidem care din aceste două variante este preferabilă. Când

proprietățile date mai sus se doresc a fi obținute, este evident că este mai bine să avem domeniul martensitic ușor extins peste temperatura camerei și nu sub -80°C . Aceasta deoarece, mici cantități de martensită prezente în microstructura de călire pentru punere în soluție vor permite totuși prelucrarea oțelului, deși întrucât transformarea se produce în timpul deformării, proprietățile tehnologice nu le pot egala pe cele ale unei austenite complet stabile. Pe de altă parte, mici cantități de austenită reziduală rămasă după tratamentul de refrigerare vor reduce nivelul proprietăților obținabile.

În continuare se va reliefa un alt factor interesant al transformării incomplete care poate afecta intens oțelul după îmbătrânirea primară. Încă o dată subliniem că dacă efectul acestui tratament nu a fost complet, partea finală a domeniului transformării martensitice se poate extinde sub temperatura camerei. În consecință, la răcire în aer se vor obține proprietăți mecanice mai scăzute. Corectarea unei asemenea situații este posibilă prin aplicarea unui tratament de refrigerare parțială, de exemplu, la temperaturi de $-10\dots-25^{\circ}\text{C}$. Un asemenea tratament poate fi condus pe majoritatea echipamentelor de refrigerare existente și el face posibilă finalizarea transformării martensitice.

Este cunoscut faptul că deformarea la rece provoacă o ridicare a domeniului martensitic și ca urmare, această prelucrare va constitui o altă modalitate de transformare la astfel de oțeluri. În tabelul 1.3 se prezintă valorile proprietăților mecanice după diferite grade de reducere a secțiunii prin laminare la rece.

Se observă că pentru producerea transformării sunt necesare grade de deformare de peste 15-20% și că după operația finală de îmbătrânire prin revenire se pot obține proprietăți mecanice satisfăcătoare. În situația utilizării acestei metode de transformare, compoziția chimică a oțelului va fi atent ajustată pentru ca formarea martensitei să devină posibilă după aplicarea unui anumit grad de deformare.

1.4. Alegerea compoziției chimice de bază

Punctul de plecare la proiectarea unui oțel cu transformare controlată este un conținut scăzut în carbon (0,1%) și un conținut suficient în crom pentru a asigura o rezistență adecvată la coroziune. Următorii doi factori asupra cărora va trebui să ne îndreptăm atenția sunt microstructura și domeniul de transformare martensitică. Efectul creșterii conținutului în crom (deasupra minimului absolut pentru o rezistență la oxidare) asupra structurii formate la 1050°C este arătat în fig. 1.6.

633.085
369 B

Tabelul 1.3. Influența gradului de deformare la rece asupra proprietăților mecanice ale oțelului cu 0,10%C-17%Cr-4,2%Ni-3%Mn

Condiții de tratament: Călire 925°C, deformare la rece , revenire 450°C/3h

Reducerea secțiunii, %	Rezistența, la rupere, N/mm ²	Limita de curgere pentru deformația, %						Limita de proporționalitate, N/mm ²	Alungirea la rupere pe 50,8 mm,%
		0,50	0,30	0,20	0,10	0,05	0,02		
0	961	787	689	612	489	401	316	155	10,0
5	942	812	750	663	508	396	269	108	6,0
10	1229	-	1007	947	788	626	480	302	8,5
15	1342	-	-	1297	1219	1128	951	705	8,5
20	1351	-	-	1309	1257	1193	1083	821	4,8
25	1514	-	-	1497	1436	1379	1263	1015	3,2
30	1577	-	-	1537	1515	1436	1147	1128	4,2
40	1705	-	-	1701	1646	1565	1413	987	3,5

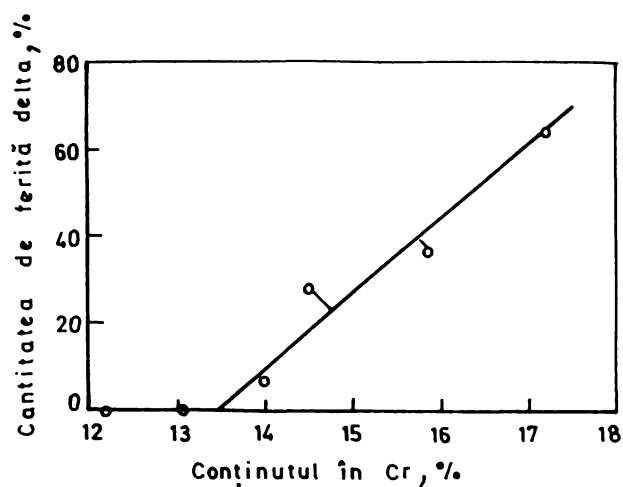


Fig. 1.6 Influența conținutului în crom asupra constituției oțelurilor cu 0,1%C tratate prin călire pentru punere în soluție de la 1050°C

Formarea feritei δ într-un oțel cu 0,1%C începe la peste 13,5%Cr și atinge valori de 64% pentru o concentrație de 17%Cr. Un oțel cu 0,1%C și 17%Cr are punctul critic M_s situat la 250°C; în consecință, pentru a produce un oțel cu transformare controlată pornind de la această compoziție de bază este necesară introducerea unor elemente de aliere care să reducă conținutul de ferită și care vor coborî domeniul transformării martensitice.

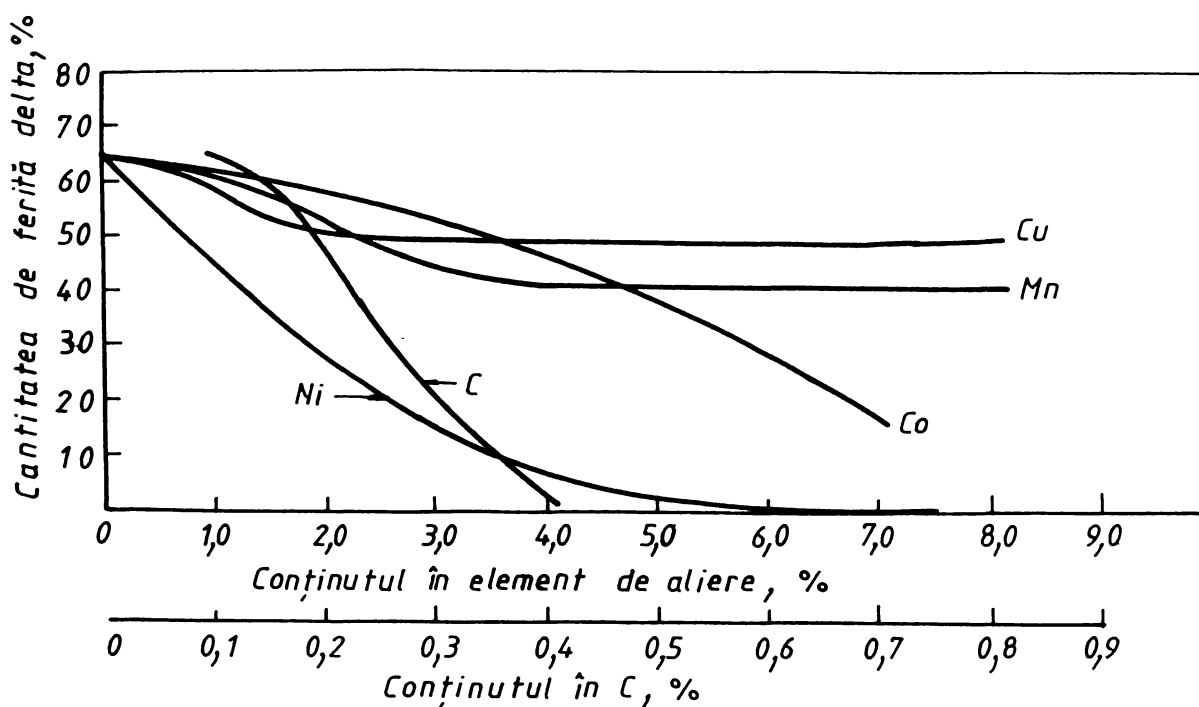


Fig. 1.7 Efectul unor elemente de aliere asupra constituției aliajelor cu 0,1%C și 17%Cr

Elementele care reduc proporția de ferită sunt: Ni, Cu, Mn, Co, C și N; o comparație a efectelor acestora este arătată în fig.1.7, sesizându-se că nichelul este de departe elementul cu cea mai puternică acțiune. El este singurul element capabil să reducă suficient de mult proporția de ferită fără o coborâre prea puternică a punctului Ms.

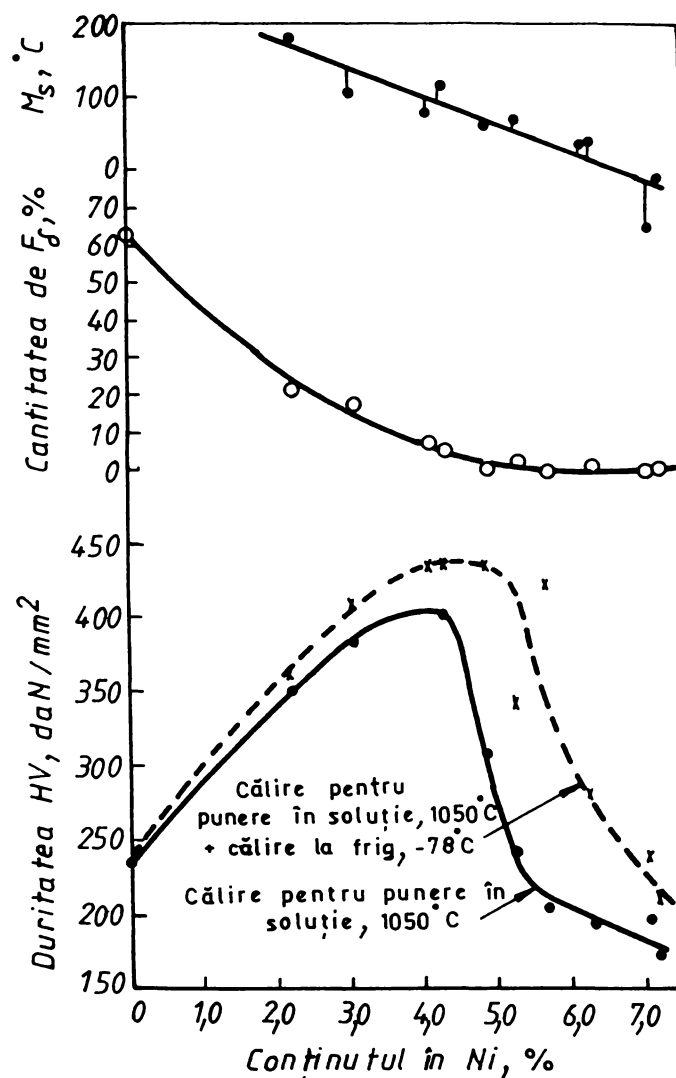


Fig.1.8 Influența conținutului în nichel asupra constituției, durtății și temperaturii punctului Ms pentru un oțel cu 0,1%C - 17%Cr.

În fig.1.8 sunt arătate două dintre cele mai importante efecte ale nichelului și anume:

- un conținut de 4%Ni reduce proporția de ferită δ la 5% și coboară temperatura punctului Ms la 100°C;
- un adaos suplimentar de 1% Ni, respectiv o concentrație de 5% în acest element, elimină complet ferita δ din microstructură, iar valoarea punctului Ms scade până

aproape de 0°C; în consecință, aliajul cu 0,1%C-17%Cr-5%Ni este de fapt un oțel cu transformare controlată.

Totuși această compoziție are câteva dezavantaje deoarece conform fig.1.8 este foarte apropiată de o situație critică.

Se poate observa că la conținuturi mici în nichel apar valori reduse ale durității deoarece proporția de ferită δ este relativ mare, iar la peste 5%Ni apar dificultăți la transformare atât prin îmbătrânire primară datorită absenței feritei δ , cât și prin refrigerare datorită coborârii puternice a domeniului transformării martensitice.

Din aceste motive compoziția cu 17%Cr - 4%Ni constituie baza de pornire, iar controlul final al proporției de ferită δ și poziția domeniului transformării martensitice se obțin prin adăugarea unor mici cantități de elemente de aliere.

1.5. Efectul elementelor de aliere asupra compoziției de bază 17%Cr - 4%Ni

O dată compoziția chimică de bază stabilită, s-a trecut la examinarea influenței altor elemente de aliere adăugate la aceasta. Din fig.1.9 se poate observa că ordinea crescătoare a eficienței acestora în formarea feritei δ este: W, Si, Mo, V și Al. De asemenea, din această diagramă rezultă influența elementelor formatoare de austenită (Mn,Cu și Co) dar, deoarece compoziția de bază conține numai 5% ferită, acest efect nu prezintă valabilitate pentru oțeluri cu proporții mai mari de fază feritică. De aceea, o astfel de influență poate fi analizată mai exact după datele prezentate în fig.1.7.

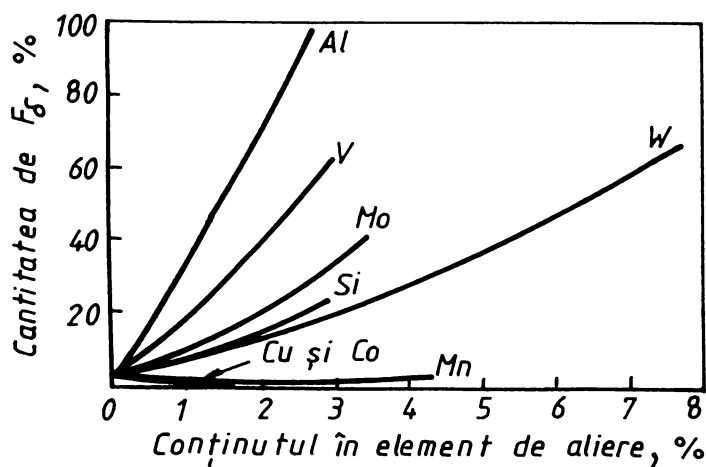


Fig.1.9 Efectul elementelor de aliere asupra constituției aliajelor cu 17%Cr și 4%Ni

Extrem de convenabil pentru dezvoltarea de noi aliaje ar fi posibilitatea de a stabili tendințele de formare a feritei de către mai multe elemente de aliere. Acest lucru nu este încă posibil să se facă cu exactitate deoarece în multe cazuri efectul nu este liniar și totodată efectul mediu nu este același pentru diferite compoziții de bază. Cu toate acestea, pornind de la examinarea unui număr mare de oțeluri diferite a fost posibilă obținerea unei estimări generale care va fi foarte utilă în planificarea cercetării experimentale.

Valorile medii care caracterizează efectul diferitelor elemente de aliere formatoare de ferită și care au rezultat dintr-un studiu pe multe compoziții de bază diferite sunt următoarele:

Element	Modificarea feritei δ , %	
	pentru 0,1% masă	Pentru 1% masă
N	- 20	-
C	- 18	-
Ni	-	- 10
Co	-	- 6
Cu	-	- 3
Mn	-	- 1
W	-	+ 8
Si	-	+ 8
Mo	-	+ 11
Cr	-	+ 15
V	-	+ 19
Al	-	+ 38

Elemente ca titan și niobiu nu au fost evaluate de această manieră întrucât pe lângă afectarea feritei ele îndepărtează carbonul din soluție și în acest fel promovează în continuare formarea fazei feritice. Acest efect poate avea loc cu o extindere mai mica în cazul vanadiului și aluminiului (prin combinarea cu azotul). Deoarece azotul are o influență atât de pronunțată este esențial ca el să fie foarte atent controlat în procesul de elaborare a oțelului (de regulă este limitat la 0,02%).

Analizele dilatometrice privind influența elementelor de aliere asupra temperaturii critice M_s (fig. 1.10) evidențiază următoarele:

- nichelul are un efect care diferă ușor în funcție de compoziția de bază (fig. 1.10a);
- influența wolframului asupra lui M_s nu urmează o legătură liniară (fig. 1.10d);
- fiecare dintre elementele de aliere considerate este capabil să producă un oțel cu transformare controlată pornind de la această compoziție chimică de bază;
- utilizând alte elemente de aliere formatoare de austenită se pot produce oțeluri cu transformare controlată având concentrații mai mici de nichel în compoziția de bază (fig. 1.10e, 1.10f).

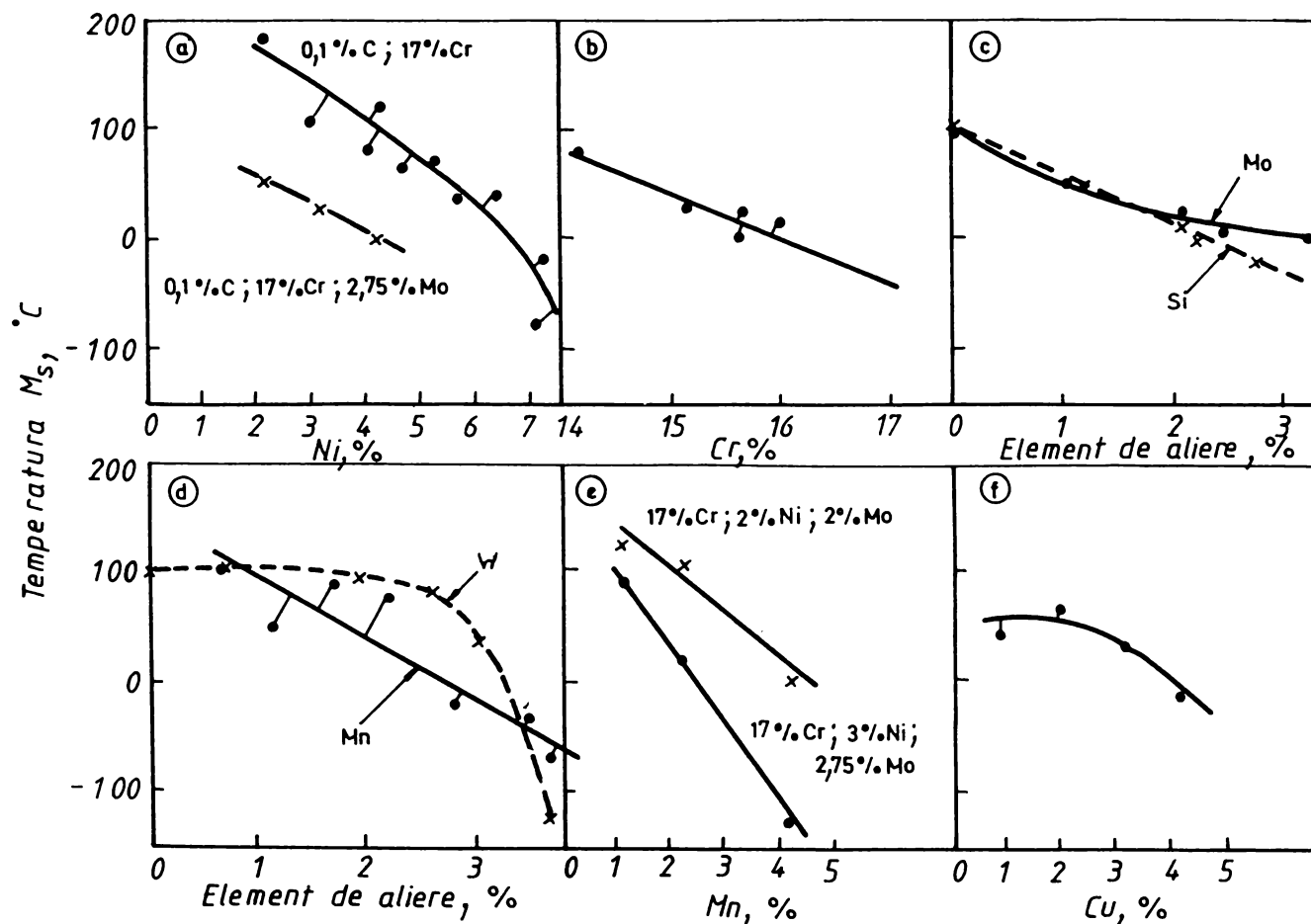


Fig. 1.10 Influența elementelor de aliere asupra temperaturii M_s : a- Ni în 0,1%C-17%Cr; b- Cr în 0,14%C-4%Ni-2,75%Mo; c- Si și Mo în 17%Cr-4%Ni; d- Mn și W în 17%Cr-4%Ni; e- Mn în 17%Cr-2,75%Mo, aliajele conținând 2 și 3%Ni; f- Cu în 17%Cr-2%Ni-2%Mo

Figura 1.11 arată efectul elementelor de aliere și a condițiilor de tratament termic asupra durității oțelurilor cu transformare controlată având compoziția de bază 0,1%C-17%Cr-4%Ni.

Așa cum era de așteptat, tratamentul termic de refrigerare se manifestă cel mai intens în privința transformării martensitice și ca urmare asigură cele mai mari valori de duritate. Întrucât compoziția de bază are domeniul transformării martensitice situat peste temperatura camerei, în urma călirii pentru punere în soluție se va obține o transformare completă și deci valorile de duritate sunt maxime. Adăosul de elemente de aliere coboară temperatura M_s , deci scad proporția de martensită formată și în consecință valorile de duritate obținute în urma călirii pentru punere în soluție vor scădea (fig. 1.11).

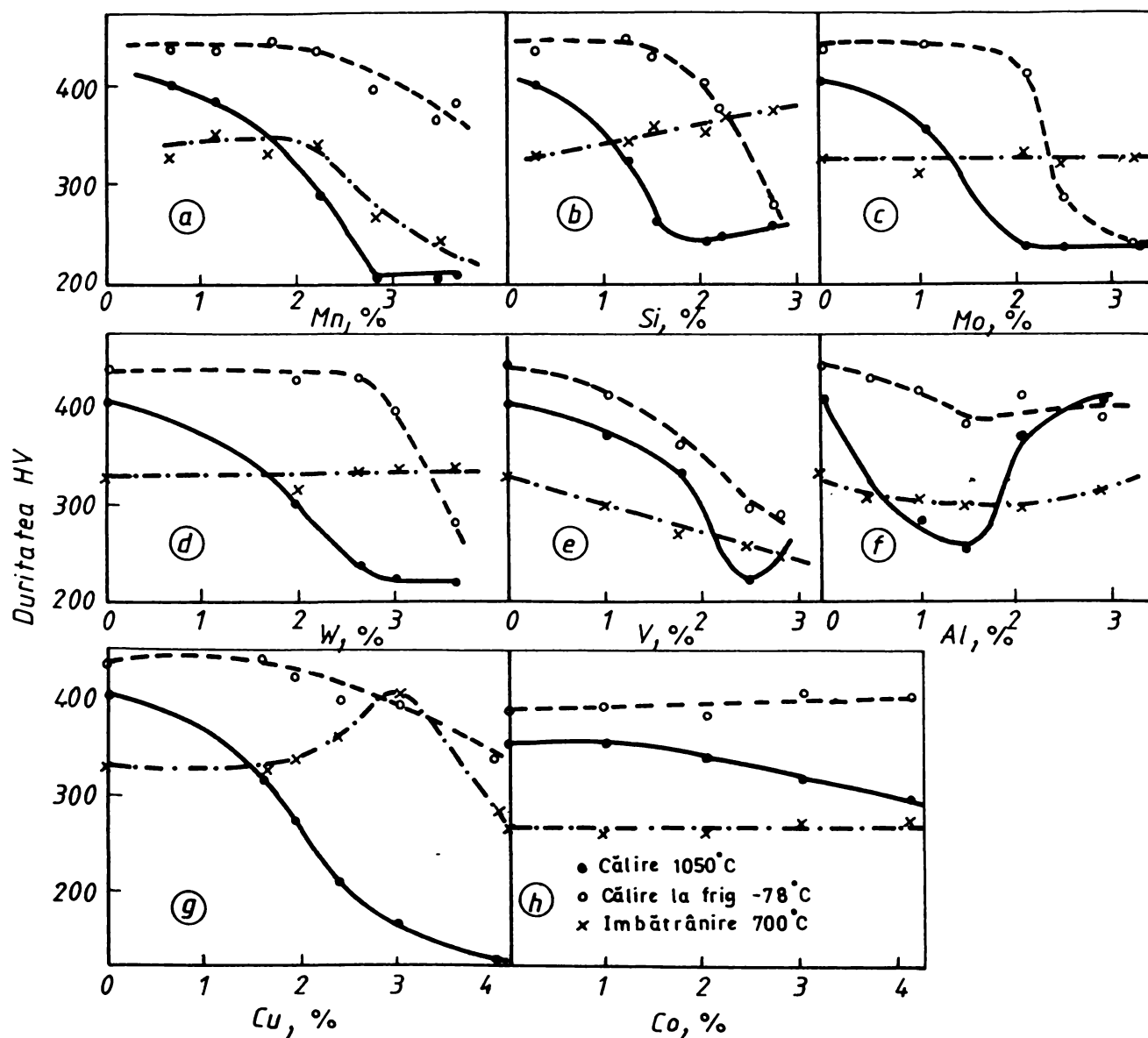


Fig. 1.11 Influența elementelor de aliere și a tratamentului aplicat asupra durității oțelurilor cu bază de 17%Cr și 4%Ni

Scăderea durității la cca.200 HV indică faptul că temperatura punctului Ms este sub cea a mediului ambiant; din fig.1.11 rezultă că toate elementele de aliere, cu excepția cobaltului, manifestă această influență.

Totodată, elementele de aliere răspund în oarecare măsură și la tratamentul termic de îmbătrânire primară. În general, acest tratament asigură obținerea unei durități uniforme, sub valoarea maximă rezultată la aplicarea refrigerării. Fenomenul se explică prin precipitarea carburilor la temperatura de 700°C, cu consecințe în micșorarea concentrației în carbon a martensitei formate la răcirea ulterioară.

Se mai poate observa că oțelurile aliate cu mangan sunt rezistente la îmbătrânirea primară atunci când nu este prezentă ferita în microstructură, respectiv când nu există locuri potrivite pentru precipitare. În toate oțelurile cu transformare controlată, microstructura martensitică trebuie să fie revenită în vederea creșterii caracteristicilor de ductilitate și tenacitate. Pentru temperaturi de revenire de 400 - 450°C acest deziderat poate fi ușor îndeplinit, cu menținerea sau chiar creșterea ușoară a caracteristicilor de rezistență mecanică.

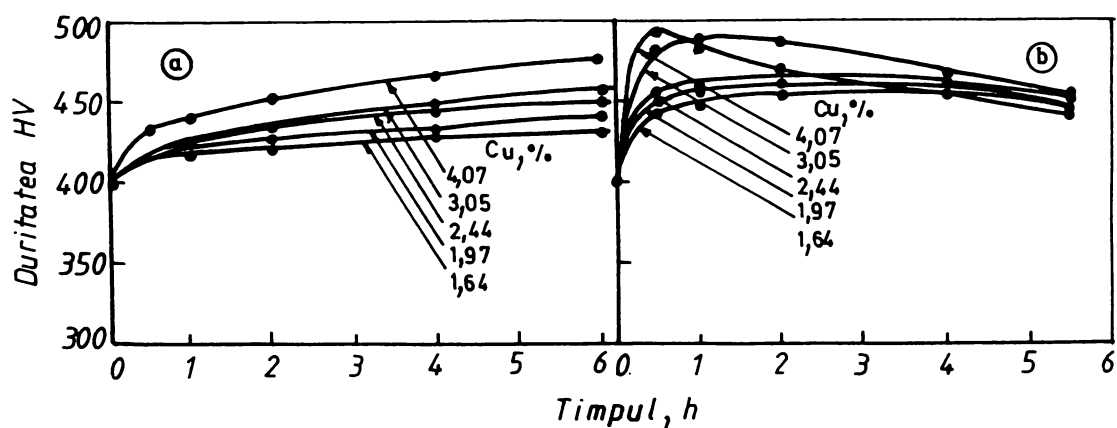


Fig.1.12 Influența conținutului în Cu asupra durității aliajului 17%Cr - 4%Ni supus călirii pentru punere în soluție de la 950°C, urmată de refrigerare la -78°C și revenire la 400°C (a), respectiv 450°C (b).

Cel mai eficace element de aliere pentru mărirea stabilității la revenire și chiar pentru producerea unei ușoare reacții de durificare prin îmbătrânire este molibdenul. Totodată, alte elemente de aliere ca Cu, Co, Al, Ti, Nb, provoacă o intensificare a reacțiilor de durificare secundară

Mecanismul de bază care este responsabil de procesul de durificare alături de natura fazelor precipitate nu au fost încă elucidate pe deplin.

Figura 1.12 arată efectul creșterii concentrației în cupru asupra durificării secundare a oțelului cu 17%Cr și 4%Ni după un tratament de călire pentru punere în soluție de la 950°C urmată de o refrigerare la -78°C.

1.6. Dezvoltarea unor noi oțeluri de înaltă rezistență

Oțelurile inoxidabile cu transformare controlată din grupa 17-4 P.H. numite și oțeluri inoxidabile semiaustenitice stau la baza dezvoltării avioanelor de mare viteză și a rachetelor. Ele combină cele mai atractive proprietăți specifice oțelurilor austenitice (sudabilitate și deformabilitate) și martensitice (rezistența mecanică ridicată), modificarea acestora fiind posibilă printr-un tratament termic simplu (de preferat la temperaturi joase) aplicat în urma prelucrărilor tehnologice.

Principalele cerințe impuse unui asemenea oțel sunt următoarele:

- să fie posibilă înmuierea sa (durități până la 200 HV) prin formarea unei microstructuri predominant austenitice care să faciliteze prelucrările tehnologice;
- să se poată realiza transformarea martensitică printr-un tratament simplu care să nu implice încălziri la temperaturi ridicate cu consecințe nefavorabile asupra fenomenelor de oxidare și de deformare a pieselor;
- oțelul trebuie să aibă o cantitate limitată de ferită δ care să permită un răspuns pozitiv la tratamentul termic de îmbătrânire primară;
- să se poată obține o gamă largă de rezistențe mecanice prin aplicarea unui tratament termic simplu, la o temperatură moderată;
- bune caracteristici de ductilitate și tenacitate atât în condițiile tratamentului de înmuiere cât și celui de durificare;
- o bună comportare metalurgică la sudare, atât metalul depus cât și zona influențată termic să răspundă la tratament termic de o manieră similară metalului de bază;
- o rezistență bună la coroziune intercrystalină, tenso-fisurantă și prin eroziune cavitațională.

Multe dintre aceste cerințe pretențioase sunt contradictorii și de aceea în practică sunt necesare anumite compromisuri.

Principalele obiective care vor fi urmărite în cadrul tezei de doctorat sunt:

- dezvoltarea unui oțel inoxidabil 17-4 P.H. cu punctul de început de transformare martensitică M_s situat în apropierea temperaturii camerei și care să aibă sau nu, un conținut scăzut de ferită δ . Limitarea proporției de ferită δ va permite, pe de o parte obținerea unor proprietăți mecanice cât mai ridicate, iar pe de altă parte un răspuns prompt și favorabil la tratamentul de îmbătrânire primară;
- oțelul dezvoltat va trebui să prezinte o flexibilitate mărită în sensul că vor putea fi obținute rezultate favorabile chiar și în cazurile când controlul transformării martensitice nu este în totalitate stăpânit;
- studierea modalităților principale de producere a transformărilor fazice și structurale precum și aprofundarea mecanismului de bază implicat în durificarea prin precipitare a acestui material;
- optimizarea parametrilor tehnologici de bază ai tratamentului termic sau termomecanic și investigarea potențialului de proprietăți mecanice obținute;
- testarea rezistenței la coroziune intercristalină și prin eroziune cavitațională.

Capitolul 2

CERCETĂRI PRIVIND DEZVOLTAREA UNUI NOU OȚEL INOXIDABIL CU TRANSFORMARE CONTROLATĂ

2.1. Proiectarea compoziției chimice și prescripții de elaborare

Având în vedere cerințele pretențioase și uneori contradictorii impuse acestei categorii de oțeluri, ne-am propus să proiectăm o compoziție chimică de oțel care să ofere o mai mare flexibilitate în conducerea proceselor de prelucrare termică și mecanică ce definesc punerea sa în operă și totodată să ofere un spectru mai ridicat al proprietăților de întrebuințare.

Prescripțiile de compoziție chimică ale oțelului proiectat sunt prezentate în tabelul 2.1.

Tabelul 2.1. Compoziția chimică proiectată

Elemente însoțitoare și de aliere, %									
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	Co	P	S
0,04... 0,14	0,20... 0,50	1,50... 2,50	3,50... 4,50	15,50... 17,50	1,50... 2,50	0,50... 1,50	1,50... 2,50	max. 0,040	max. 0,035

Necesitatea unui conținut scăzut în carbon și a unei concentrații de 15,50 ... 17,50 %Cr ne-a determinat să folosim proporții considerabile de elemente de aliere gamagene ca Ni, Co sau Mn, pentru ca proporția de ferită δ să fie cuprinsă între 8 și 20%. Limitarea cantității de ferită δ va permite pe de o parte obținerea unor proprietăți mecanice de valori cât mai mari, iar pe de altă parte, un răspuns prompt și favorabil la tratamentul de îmbătrânire primară.

Întrucât cromul are caracter alfa-gen și coboară temperatura punctului M_s , au fost selectate elemente de aliere formatoare de austenită care să nu coboare acest punct critic sub temperatura camerei, deoarece transformarea martensitică ar deveni imposibilă. Totodată, alierea cu Mo și Al, elemente care măresc stabilitatea la revenire, scad temperatura critică M_s și au caracter alfa-gen, a impus adăosul de elemente gamagene care să echilibreze constituția structurală. Noi am considerat că alierea cu Co este foarte avantajoasă, deoarece el are un caracter gamagen și totodată este singurul element care ridică temperatura M_s . Întrucât carbonul și azotul, din motive obiective, nu pot fi utilizate în cantități mari, pentru micșorarea cantității de ferită δ a fost folosit nichelul care este elementul următor ca

pondere în formarea austenitei. În schimb, nichelul nu reduce prea mult temperatura Ms și dacă s-ar fi folosit numai acest element pentru reglarea punctului Ms ar fi fost nevoie de concentrații prea mari și prețul de cost ar fi devenit prea ridicat. Acesta este motivul pentru care s-a utilizat manganul, care este un element mai ieftin și care permite controlul domeniului de temperatură Ms – Mf.

Procesul de elaborare a fost condus într-un cuptor electric cu arc, bazic, adoptând metoda de topire cu oxidare parțială. Fiind un oțel cu conținut redus în carbon și înalt aliat, elaborarea propriu-zisă conține o serie de particularități, care vor fi prezentate în cele ce urmează.

2.2. Încărcarea cuptorului

Cu suficientă aproximație, încărcătura solidă este compusă din:

- 35% fier vechi greu;
- 40% fier vechi mijlociu;
- 25% fier vechi ușor.

Ordinea așezării de jos în sus va fi: greu, mijlociu, ușor.

Fierul vechi greu se așază în zona arcurilor electrice și în contact electric direct între ele, pentru a nu topi din vatră în timpul procesului. Pe vatră se așază și fondantul și materialul oxidant, precum și materialul pentru carburare. De asemenea tot pe vatră se încarcă nichelul, cobaltul și feromolibdenul.

Carburarea se realizează cu cocs metalurgic sau de petrol și resturi de electrozi de grafit. Se recomandă utilizarea fierului vechi neruginit și fără materiale pămâtoase. Încărcarea se realizează parțial manual (pentru bucățile grele) și mecanizat cu ajutorul chiblelor sau a benei de încărcare. O soluție recomandată pentru mărirea randamentului cuptorului este și folosirea încărcăturii preîncălzite la cca. 700...800°C.

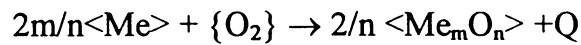
2.3. Topirea

Topirea se începe cu treapta maximă de tensiune și bobina de reactanță cuplată. Pentru amorsarea mai ușoară a arcurilor electrice se recomandă introducerea spărturilor de electrozi de grafit în craterele arcurilor electrice. Pe măsură ce încărcătura se topește, se

scade treptat tensiunea, astfel încât la sfârșitul topirii, treapta de tensiune să ajungă la cca. 60% iar bobina de reactanță să fie decuplată. Pentru a scurta timpul de topire, se recurge la insuflarea de oxigen cu ajutorul țevilor consumabile.

În perioadele de încărcare și topire au loc reacții de oxidare a elementelor Me din încărcătura metalică în stare solidă, oxidarea având loc direct cu oxigen aflat ca atare sub formă de compuși oxidanți (CO_2 , H_2O) în atmosfera cuptorului.

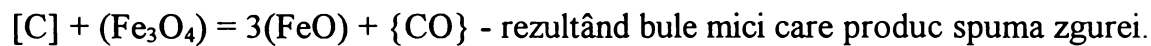
Reacțiile de oxidare directă sunt exoterme și au loc după următoarea relație generală:



Rolul minereului de fier (hematit (Fe_2O_3)) din încărcătură și al fondanților (var, fluorină) este de a realiza o defosforare avansată, întrucât condițiile defosforării sunt satisfăcute în această fază de elaborare:

- temperatura - relativ scăzută;
- bazicitatea - mărită prin adaosul de var;
- (FeO) liber - mărit prin adaosul de minereu de Fe;
- activitatea zgurii - ridicată prin adaosul de fluorină (fluorura de Ca, CaF_2 , - fluidificator de zgură.

Cinetica mecanismului de decarburare devine favorabilă prin reacția



Mecanismul reacțiilor chimice fiind mult mai complex, pornind în timpul încălzirii încărcăturii, de la disocierea termică în cazul fondanților și al minereului de fier, continuând cu procese de oxidare, cazul Si și al P și parțial C, terminându-se cu separări de faze lichid metal - lichid zgură.

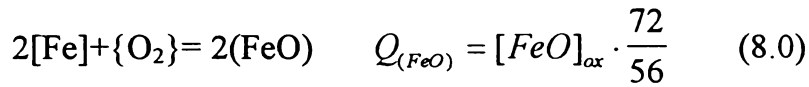
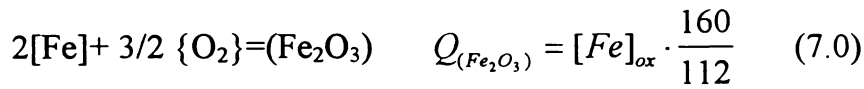
Pentru determinarea compoziției chimice a zgurii de topire se folosesc următoarele relații:

$$2[\text{C}] + \{\text{O}_2\} = 2\{\text{CO}\} \quad Q_{(\text{CO})} = [\text{C}]_{\text{ox}} \cdot \frac{28}{12} \quad (1.0)$$

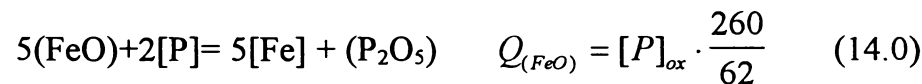
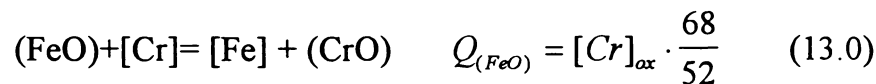
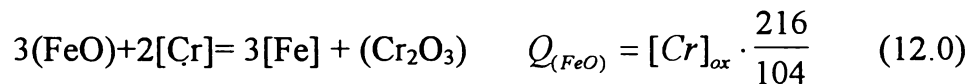
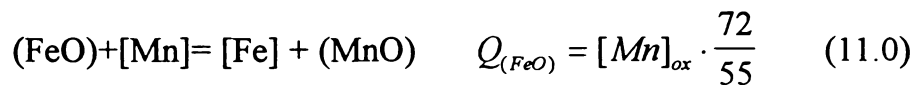
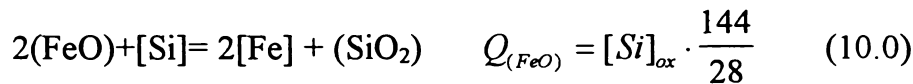
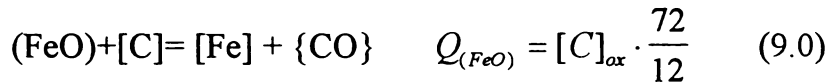
$$[\text{Si}] + \{\text{O}_2\} = (\text{SiO}_2) \quad Q_{(\text{SiO}_2)} = [\text{Si}]_{\text{ox}} \cdot \frac{60}{28} \quad (2.0)$$

$$2[\text{Mn}] + \{\text{O}_2\} = 2(\text{MnO}) \quad Q_{(\text{MnO})} = [\text{Mn}]_{\text{ox}} \cdot \frac{71}{55} \quad (3.0)$$

$$2[\text{P}] + 5/2 \{\text{O}_2\} = (\text{P}_2\text{O}_5) \quad Q_{(\text{P}_2\text{O}_5)} = [\text{P}]_{\text{ox}} \cdot \frac{142}{62} \quad (4.0)$$

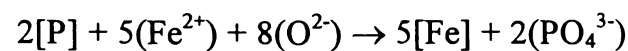
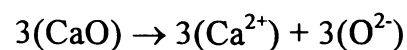
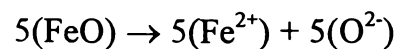


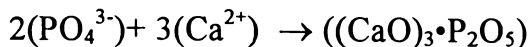
Calculul necesarului de minereu de fier (hematit) s-a făcut conform reacțiilor:



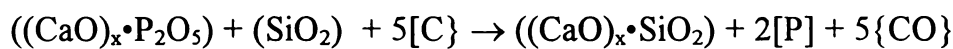
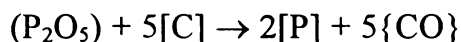
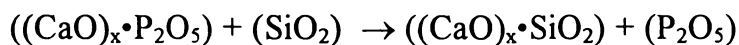
$$Q_{\langle \text{Fe}_2\text{O}_3 \rangle} = \sum_{(\text{FeO})} \frac{160}{216} \quad (15.0)$$

O atenție deosebită trebuie acordată atât procesului defosforării cât și al posibilității de refosforare după cum se observă din reacțiile:





și refosforarea



Deci condiția minimă a defosforării este $(\text{FeO}) > 8\%$ și $(\text{CaO})/(\text{SiO}_2) > 2,2$ la topire, când conținutul de $[\text{Si}]$ este ridicat.

În prezența fluorurii de calciu rezultă fosfatul complex $(\text{CaO})_4 \cdot \text{CaF}_2 \cdot \text{P}_2\text{O}_5$

Solubilizarea fosforului în zgură se poate accentua și prin mărirea raportului de repartiție al fosforului L_P (mărind cantitatea de zgură).

Oxidarea sulfului este neglijabilă în timpul topirii.

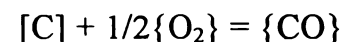
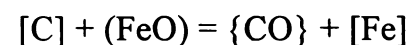
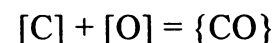
3.4. Afinarea

Scopul principal al afinării este:

- uniformizarea temperaturii și compoziției băii metalice;
- barbotarea băii metalice care accelerează reacțiile între zgură și oțelul lichid;
- eliminarea unor impurități (gaze, incluziuni nemetalice) din oțel.

Activitatea carbonului și a oxigenului în oțelul lichid depinde de compoziția chimică a acestuia și de temperatura băii metalice și a presiunii.

Decarburarea se realizează cu minereu de fier (hematit) și/sau oxigen. Reacțiile principale de decarburare sunt:



Constanta de echilibru a reacției fiind: $K_c = \frac{P_{\text{CO}}}{a_c \cdot a_o}$,

$$\lg K_c = \frac{1860}{T} + 1,618.$$

Carbonul se oxidează la 0,03%;

Manganul se oxidează la 0,05%;

Siliciul se oxidează integral până la urme;

Fosforul se oxidează la 0,005%;

Sulfurul nu se oxidează (neglijabil);

Cobaltul, nichelul și molibdenul se oxidează cca. 2% din concentrația inițială;

Cromul se oxidează la 0,05%.

Temperatura pentru începerea afinării se recomandă a fi cca. 1630°C.

Temperatura la sfârșitul afinării se recomandă a fi cca. 1680°C.

Modul de lucru este:

Afinarea începe după eliminarea a cca. 90% din cantitatea de zgură de topire. Se formează o nouă zgură cu var și fluorură (cca. 5% din greutatea șarjei în raportul 4:1). După dizolvarea varului se începe fierberea cu minereu de fier (hematit) în proporții corespunzătoare pentru a respecta o viteză de decarburare de cca. 0,6% C/h și a urmări o creștere a temperaturii băii metalice. În acest timp zgura va deborda peste pragul ușii, iar procesul de corectare a cantității de zgură prin adaos de var și fluorină va continua. În momentul în care baia metalică a atins temperatura de cca. 1650-1660°C și viteza de decarburare tinde să scadă, se va continua afinarea cu țeava cu O₂.

Insuflarea oxigenului cu țeava consumabilă se face la cca. 45° față de planul băii metalice și la o presiune de cca. 18-20 atm. Pentru această operație se recomandă folosirea a cca. 6 țevi de 6 m lungime. În momentul în care procentul de carbon rămas în baie este de cca. 0,03%, viteza de decarburare tinde către zero.

2.5. Predezoxidarea

Ținând cont de faptul că, în baie conținutul de oxigen la echilibru cu carbonul este :

$$O_b = \frac{16}{72} \cdot \frac{0,0124 + 0,05[C]_0}{[C]_0}$$

O_b = oxigenul din baie [Kg]

$[C]_0$ = carbonul din baie la momentul respectiv [Kg], iar raportul de repartiție al FeO în baie și zgură, conform relației lui L.S. RÎBAKOV este:

$$L_{FeO} = 0,588 \cdot 10^{-5} \cdot t_c^{\circ} - 0,0793$$

$$L_{FeO} = \frac{[FeO]}{(FeO)} \quad [FeO] = O_b \cdot \frac{72}{16} \cdot \frac{2}{3}$$

$$(Fe_2O_3) = \frac{10}{100} \cdot Q_{(Fe_2O_3)} + \frac{1}{3} O_b \cdot \frac{160}{48}$$

De asemenea, se cunoaște solubilitatea oxigenului în fierul lichid pur la echilibru cu (FeO)

$$\lg[\%O]_{\max} = -\frac{6320}{T} + 2,734 \quad ;$$

astfel pentru fierul pur (lichid) la 1680°C $[O]_{\text{sat}}=0,357\%$, este posibil ca în baie de oțel lichid $[O]_{\text{sat}}=0,3\%$.

Aceasta impune o deosebită atenție la predezoxidare.

O metodă eficientă și calitativă ar fi predezoxidarea prin imersie cu electrodul de grafit în baie, astfel produsul de reacție va fi un gaz (CO_2 și CO) care decantează repede dar există pericolul carburării băii metalice.

Se recomandă deci predezoxidarea cu SiMn 0,3kg/t și predezoxidarea prin precipitare cu Al imersat pe bară, 0,3 kg/t.

2.6. Dezoxidarea

Scopul dezoxidării constă în eliminarea avansată a oxigenului din baie metalică precum și a produselor de reacții (faze oxidice).

Se recomandă dezoxidarea prin difuzie cu FeSi75 și CaSiAl1,5 calculată pentru a asigura $[\%Si] = 0,37\%$. Relația de calcul fiind:

$$Q_{FeA} = \frac{([Si]_f - [Si]_0) \cdot 10 \cdot C}{\frac{\%EaFeA}{100} \cdot \frac{100 - a}{100}}, [kg] \quad (17.0)$$

unde: $100 - a = A$

respectiv

Q_{FeA} = cantitatea de feroaliaj (fero-dezoxidant) necesară dezoxidării, kg

$[\%Si]_f$ = procentul de Si din baie propus la finalul dezoxidării

$[\%Si]_0$ = procentul de Si din baie la începutul dezoxidării

C = capacitatea șarjei în [t]

$\%EaFeA$ = procentul de element de aliere din feroaliaj

a = arderea elementului chimic

A = asimilația în baie a elementului chimic.

Procedeeul dezoxidării prin difuzie impune, eliminarea zgurii de afinare în proporție de cca.90% și formarea unei noi zguri cu var, fluorină și cocs în raport 4:1:1. Cocsul se folosește pentru menținerea unei atmosfere reducătoare sau chiar neutre în incinta cuptorului. După dizolvarea varului și a fluorinei pe zgură se adaugă ferodezoxidanții. Grosimea stratului de zgură nu va depăși 70mm. Temperatura băii metalice este de cca. 1650-1670°C. După cca. 20 de minute se dă proba chimică la laborator. Ea trebuie să prezinte un menisc concav și să nu scânteieze la solidificare.

În completarea dezoxidării se va adauga șpan de Al pe zgură, nedepășind 0,3 kg/t și se va închide ușa cuptorului. După cca.40 de minute la proba de zgură, aceasta va avea după solidificare, o culoare cafenie deschis și se va descompune sub formă de pulbere albă, fină. Acest fapt indică un bun mers al dezoxidării.

2.7. Alierea

În vederea alierii, se introduce în baie FeCr și FeMn, calculate pe limita medie a compoziției chimice, ținând cont de noile arderi, care vor fi mult mai mici. Pentru calcul se folosește relația (17.0). De asemenea, tot în această perioadă se continuă corecțiile pe limita medie a tuturor elementelor chimice. O deosebită importanță în această perioadă o are controlul temperaturii în concordanță cu adaosul feroaliajelor (cantitatea lor fiind însemnată pentru bilanțul termic), astfel încât la sfârșitul alierii temperatura băii metalice să fie de cca. 1620°C.

2.8. Evacuarea și turnarea

Înainte de evacuare, se vor adauga în baie spărturi de șamotă astfel încât bazicitatea zgurii de la 3,6 să scadă la 3-3,1 pentru a evita erodarea zidăriei oalei de turnare. Oala de turnare trebuie să fie bine calcinată și să nu fie la prima turnare, și nici să nu aibă reparații la pereți

sau bază. În timpul deșarjării temperatura oțelului scade cu cca.20°C. Temperatura de turnare se calculează cu ajutorul următoarelor relații:

$$T_{L'F} = T_{LFe} - \sum \Delta T_{el}, [^{\circ}F]$$

$$\Delta T_{el} = \sum K_{el} \times a_{el}$$

a_{el} = % element mediu

$$T_{L'C} = \frac{5}{9}(T_{L'F} - 32)$$

$$T_{LFe} = 2795^{\circ}F$$

	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W	Co	Al	Ti	Σ Ta+Nb	Ni	
												≤6,2	≥6,2
Kel	141	22	7,2	4,2	5,5	3	2	2,7	9	2,7	12,5	8	49,6+2,9 (Ni-6,2)

Temperatura de turnare va fi cu cca.50-80°C mai mare decât temperatura lichidus.

Compoziția chimică și datele de calcul pentru marca de oțel inoxidabil proiectat sunt:

Compoziția chimică, %	Necesarul de materiale, kg
C = 0,04-0,14	Q fier vechi = 145,71
Si = 0,20-0,50	Q FeSi ₇₀ = 3,80
Mn = 1,50-2,50	Q Mn met = 5,13
Ni = 3,50-4,50	Q Ni = 9,97
Cr = 15,50-17,50	Q FeCr _{70af} = 65,79
Mo = 1,50-2,50	Q FeMo ₆₅ = 7,93
Al = 0,50-1,50	Q Al = 5,56
Co = 1,50-2,50	Q Co = 5,02
	Q CaSiAl _{1,5} = 1,09

Temperatura lichidus = 1444,35°C.

În aceste condiții a fost turnat un lingou de 150 kg în cochilă invers conică de secțiune hexagonală (fig.2.1) și un număr suficient de probe tip pană (fig.2.2). Atât lingoul cât și

probele turnate au fost supuse tratamentului termic preliminar de recoacere pentru omogenizare urmată de revenire înaltă conform ciclului din figura 2.3.

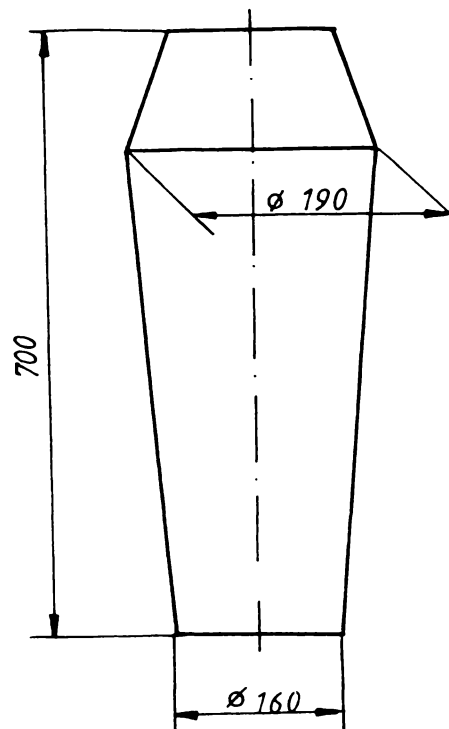


Fig.2.1 Lingou turnat cu masa de 150kg

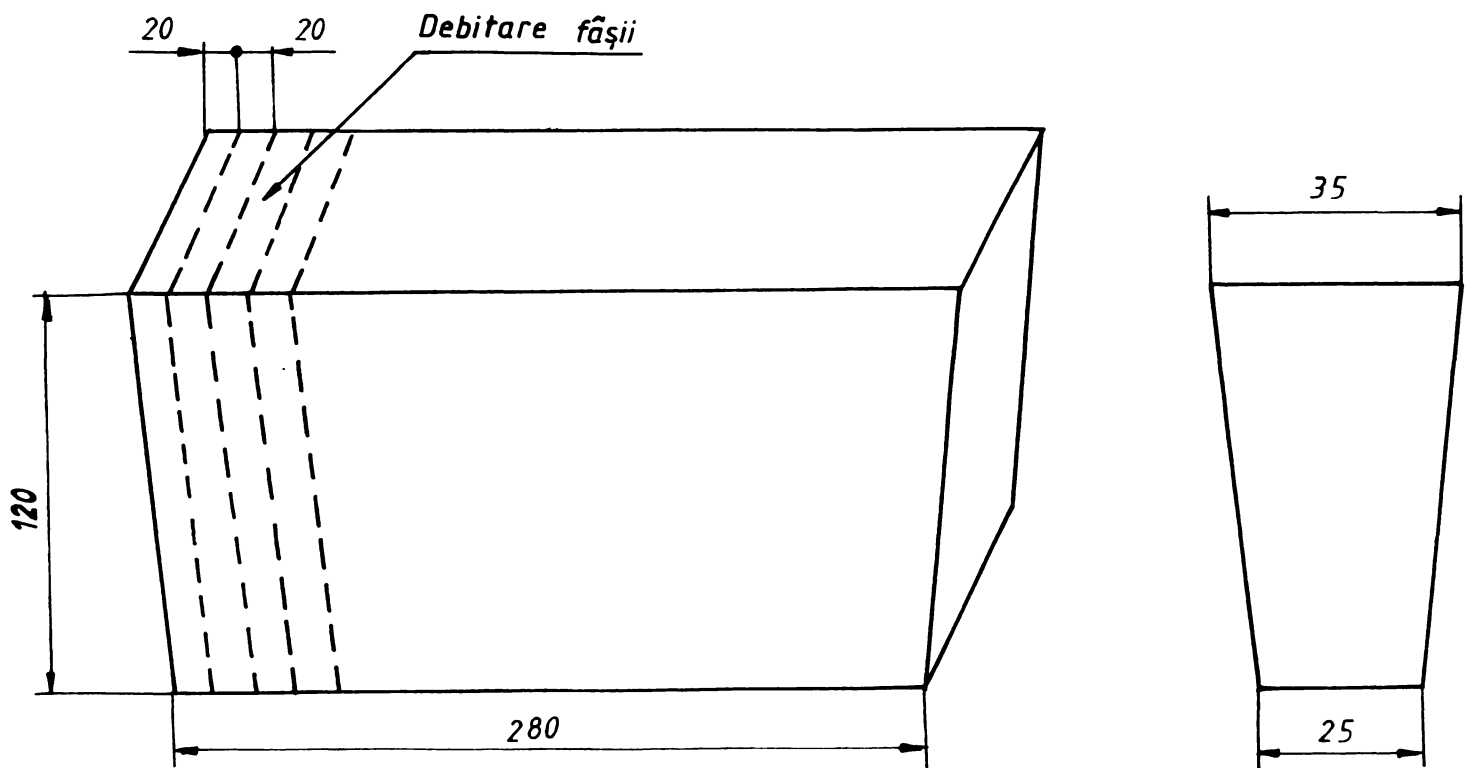


Fig.2.2 Forma și dimensiunile probelor turnate tip pană

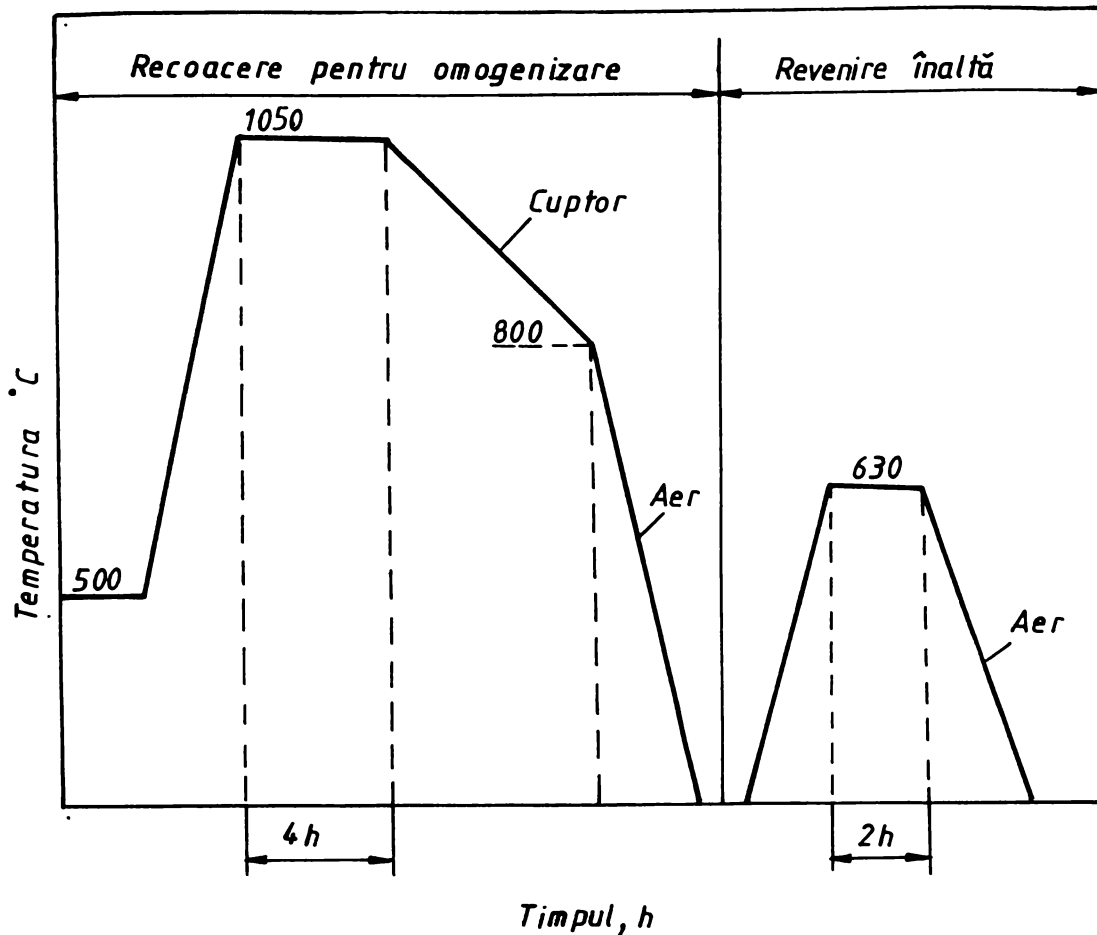


Fig.2.3 Ciclograma recoacerii pentru omogenizare urmată de revenire înaltă

Ulterior lingoul metalic a fost cojit și apoi forjat sub formă de bare cilindrice având diametre cuprinse între 25 și 50 mm. Probele turnate au fost prelucrate prin frezare și strunjire în vederea realizării diferitelor tipuri de epruvete pentru încercări mecanice și examinări metalografice.

2.9. Analiza compoziției chimice și a microstructurii oțelului studiat

Determinarea compoziției chimice s-a făcut atât prin metoda clasică cât și pe cale spectrală. Rezultatele experimentale obținute sunt centralizate în tabelul 2.2.

Pentru o evidențiere preliminară a influenței elementelor de aliere asupra constituției acestui oțel s-a pornit de la diagrama Schöffler (fig.2.4), respectiv diagrama Schöffler modificată de Schneider (fig.2.5).

Tabelul 2.2. Compoziția chimică nominală a oțelului cercetat

Elemente însoțitoare și de aliere, %											
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	Co	N	Cu	P	S
0,10	0,50	1,56	4,12	15,57	2,11	0,58	2,04	0,046	0,18	0,031	0,029

Relațiile de calcul a cromului și nichelului echivalent utilizate pentru definirea punctului caracteristic nominal și a dreptunghiului caracteristic sunt:

a) pentru diagrama Schäffler

$$Cr_e = \%Cr + 1,5x\%Si + \%Mo + \%Al + 0,5x \% (Ta+Nb) + 2x\%Ti + \%W + \%V$$

$$Ni_e = \%Ni + 30x\%C + 0,5x\%Mn + 0,5x\%Co$$

b) pentru diagrama Schäffler modificată de Schneider

$$Cr_e = \%Cr + 2x\%Si + 1,5x\%Mo + 5x\%V + 5,5x\%Al + 1,75x\%Nb + 1,5x\%Ti + 0,75x\%W$$

$$Ni_e = \%Ni + \%Co + 0,5x\%Mn + 0,3x\%Cu + 25x\%N + 30x\%C$$

În tabelul 2.3 sunt prezentate perechile de valori ale cromului și nichelului echivalent pe baza cărora s-au constituit punctele nominale și dreptunghiurile caracteristice care definesc microstructura oțelului în condiții de răcire lentă de la temperaturi ridicate. Se subliniază faptul că au fost luate în considerare două variante ale diagramei Schäffler deoarece relațiile de calcul care au stat la baza întocmirii lor, fie că au lipsă anumite elemente din compoziția acestui oțel, fie că au valori diferite ale factorului de multiplicare.

Tabelul 2.3. Valorile cromului și nichelului echivalent

Tip diagramă	Cr _e min.	Cr _e max.	Ni _e min.	Ni _e max.	Cr _e nom.	Ni _e nom.
Diagrama Schäffler (inițială)	17,8	22,25	6,2	11,2	19,01	9,92
Diagrama Schäffler – Schneider	20,90	30,50	6,95	12,45	22,92	12,14

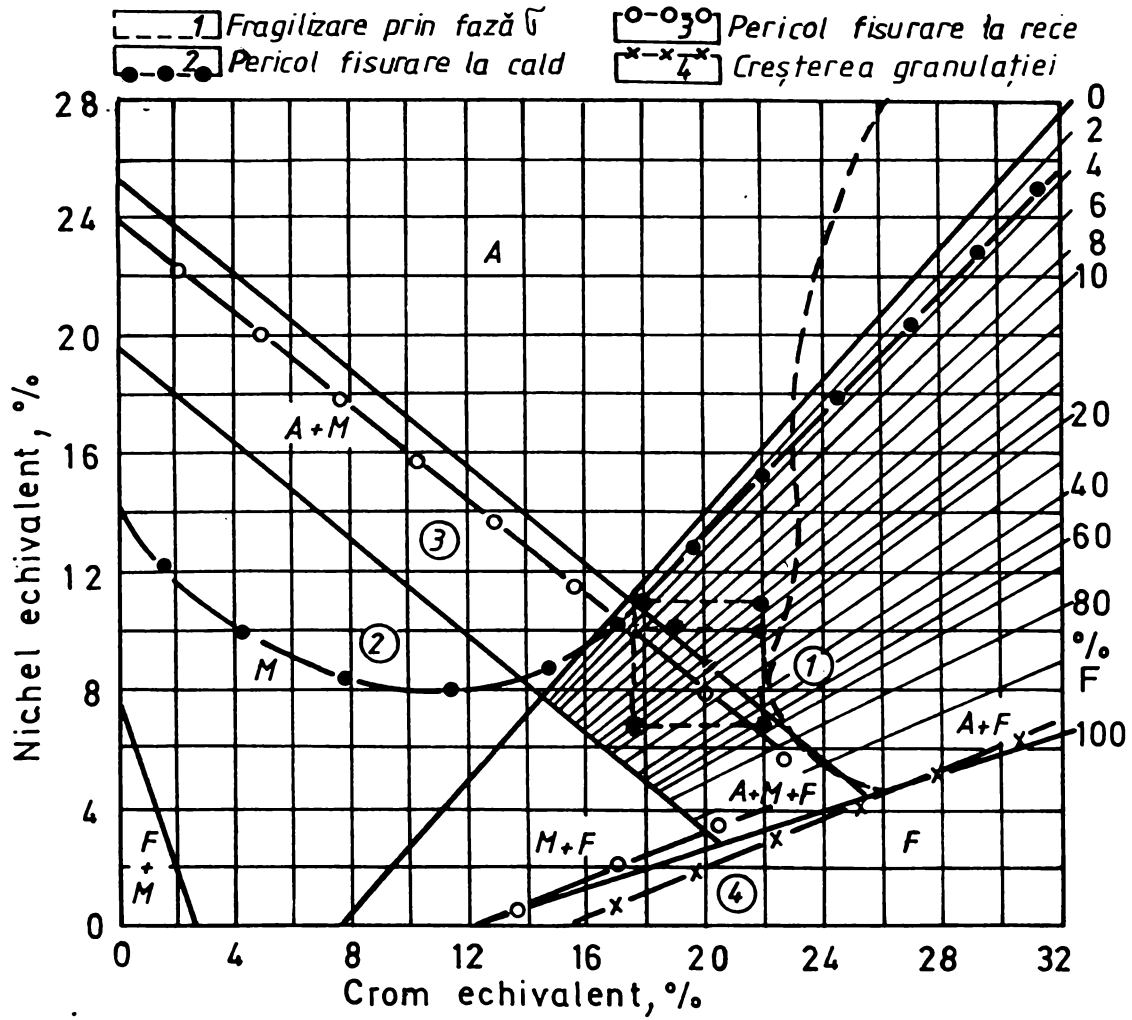


Fig. 2.4 Diagrama Schäffler

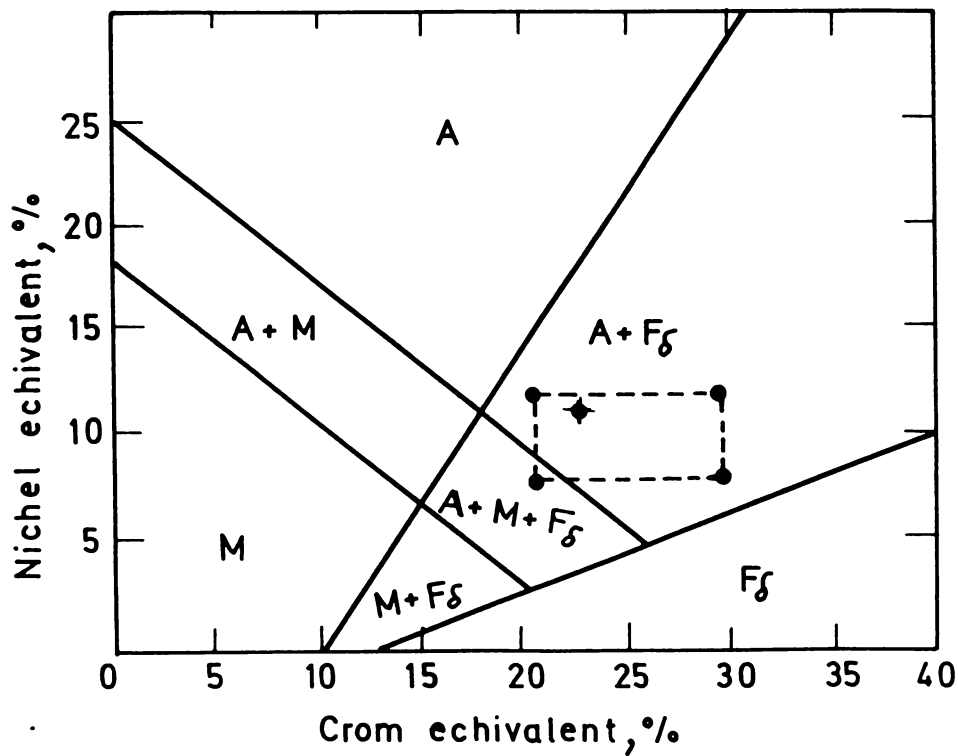
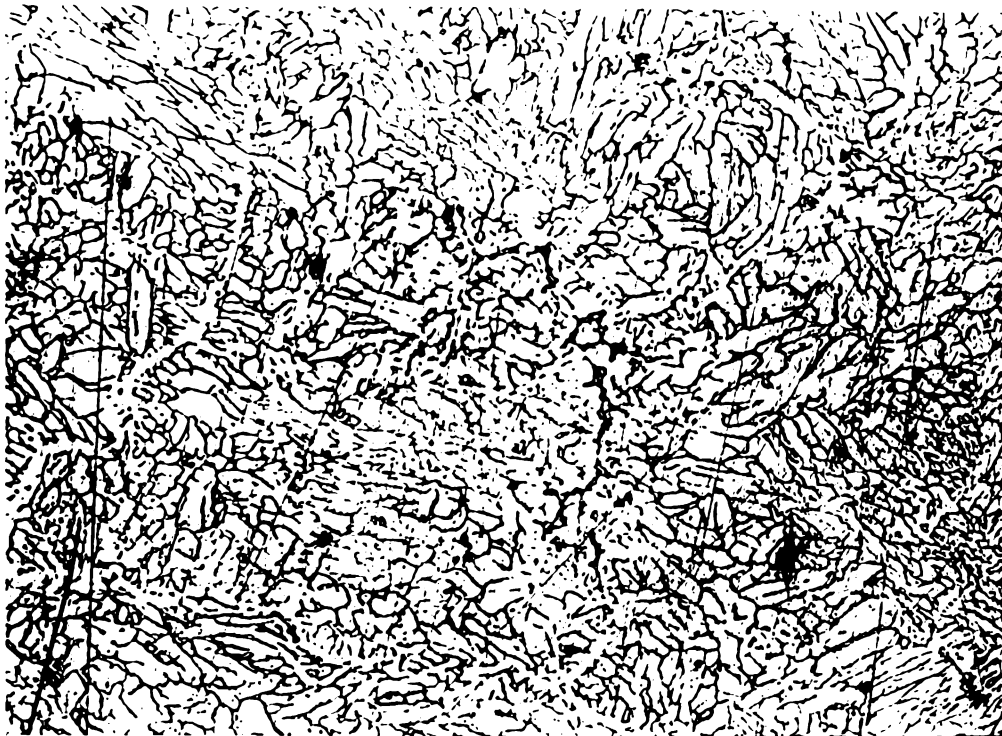


Fig. 2.5 Diagrama Schäffler modificată de Schneider

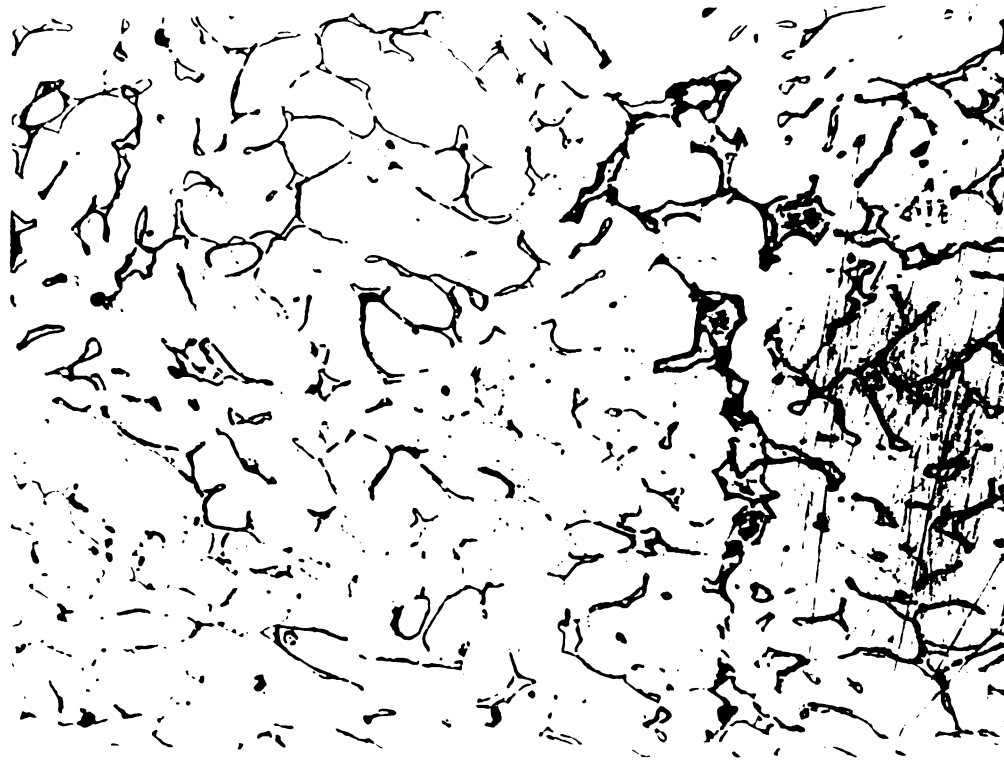
Informațiile obținute prin transpunerea perechilor de valori calculate pe cele două diagrame pot fi rezumate astfel:

- punctul nominal caracteristic definește o microstructură constituită din austenită + martensită +10%F_δ pe diagrama Schöffler, respectiv austenită + 10-16% F_δ, pe diagrama Schöffler - Schneider;
- dreptunghiul caracteristic poziționat pe diagrama Schöffler (fig.2.4) arată că microstructura oțelului se extinde între domeniile A+M+F_δ și A + 4...18%F_δ;
- pe diagrama Schöffler - Schneider (fig.2.5) același dreptunghi arată că oțelul proiectat va prezenta o microstructură constituită din austenită și proporții variabile de ferită δ;

Existența în microstructură a unei proporții de până la 20% ferită δ constituie o premiză favorabilă pentru asigurarea unor proprietăți mecanice ridicate la tratamentul termic secundar. Examinările micrografice efectuate asupra semifabricatelor turnate (fig.2.6) și forjate (fig.2.7) demonstrează că microstructura formată concordă pe deplin cu observațiile reieșite din cele două diagrame anterioare.

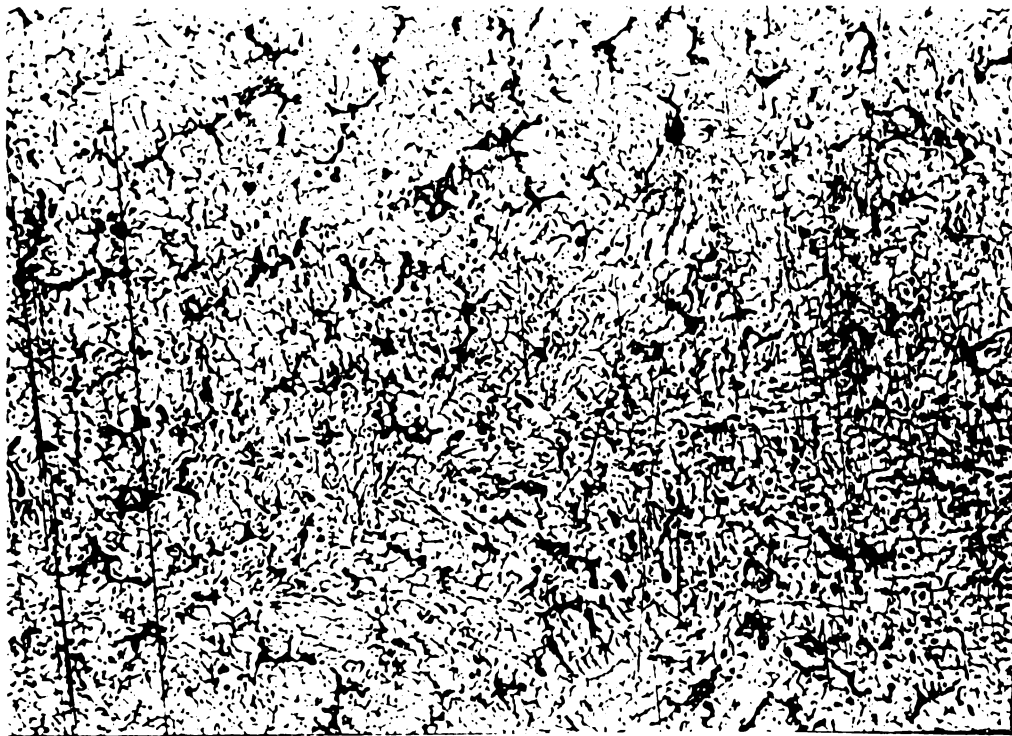


a x 250

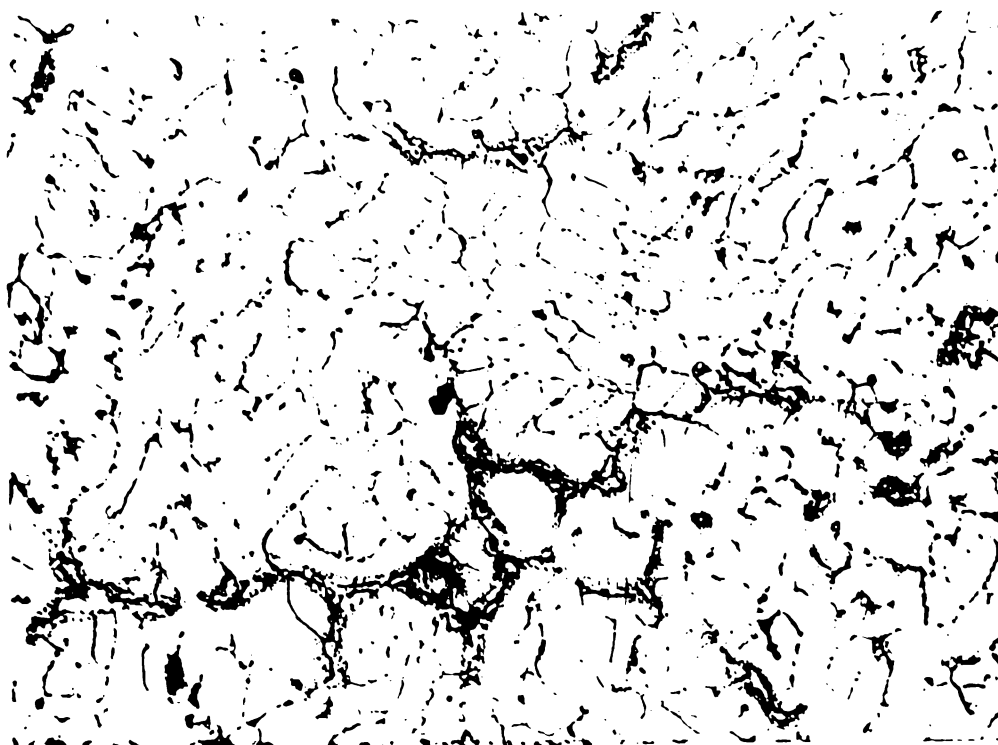


b x 500

Fig.2.6 Semifabricat turnat



a x 250



b x 500

Fig.2.7 Semifabricat forjat

Așa cum era de așteptat, operația de prelucrare prin deformare plastică la cald provoacă o farâmițare a structurii dendritice, iar datorită activizării fenomenelor de difuzie prin tratamentul termic ulterior de recoacere pentru omogenizare, apare o micșorare a neomogenităților de ordin chimic și o uniformizare a distribuției constituenților structurali. Ca urmare a acestor schimbări structurale se produc modificări importante ale caracteristicilor mecanice ale oțelului (tab.2.4).

Tabelul 2.4 Proprietățile mecanice ale oțelului aflat în stare de semifabricat

Semifabricat turnat				Semifabricat forjat			
Rm	Rp _{0,2}	A	Z	Rm	Rp _{0,2}	A	Z
N/mm ²		%		N/mm ²		%	
950	620	3	21	1170	1085	11	38

Capitolul 3

TRANSFORMĂRI FAZICE ȘI STRUCTURALE ÎN OȚELUL 17-4 P.H.

3.1 Determinarea punctelor critice de transformare

Pentru determinarea experimentală a punctelor critice de transformare în stare solidă, din ambele tipuri de semifabricate au fost executate probe având dimensiunile $15 \times 3 \times 3$ mm care au fost încălzite în vid înalt (10^{-5} mm Hg) până la 1050 °C.

Încercările au fost conduse atât prin dilatometrie cât și prin analiză termică diferențială. Astfel, s-a utilizat un dilatometru Ernst-Leitz care a permis înregistrarea fotografică a curbelor de dilatație și o instalație de analiză termică DERIVATOGRAPH - C.

În fig. 3.1 și 3.2 sunt redate două asemenea înregistrări, iar în fig. 3.3 este prezentată microstructura obținută în urma ciclurilor de încălzire-răcire folosite la încercările dilatometrice.

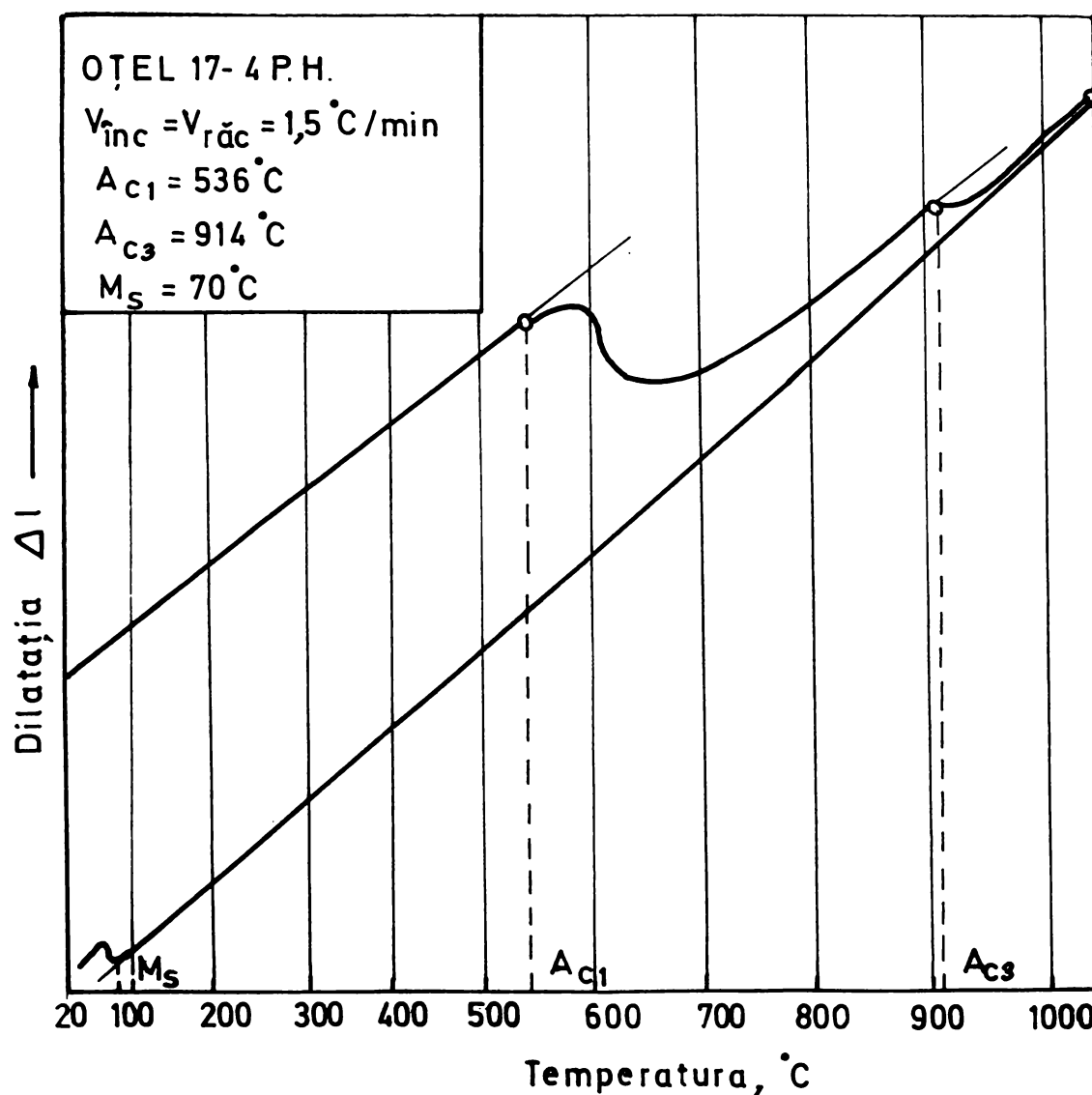


Fig. 3.1 Curba dilatometrică

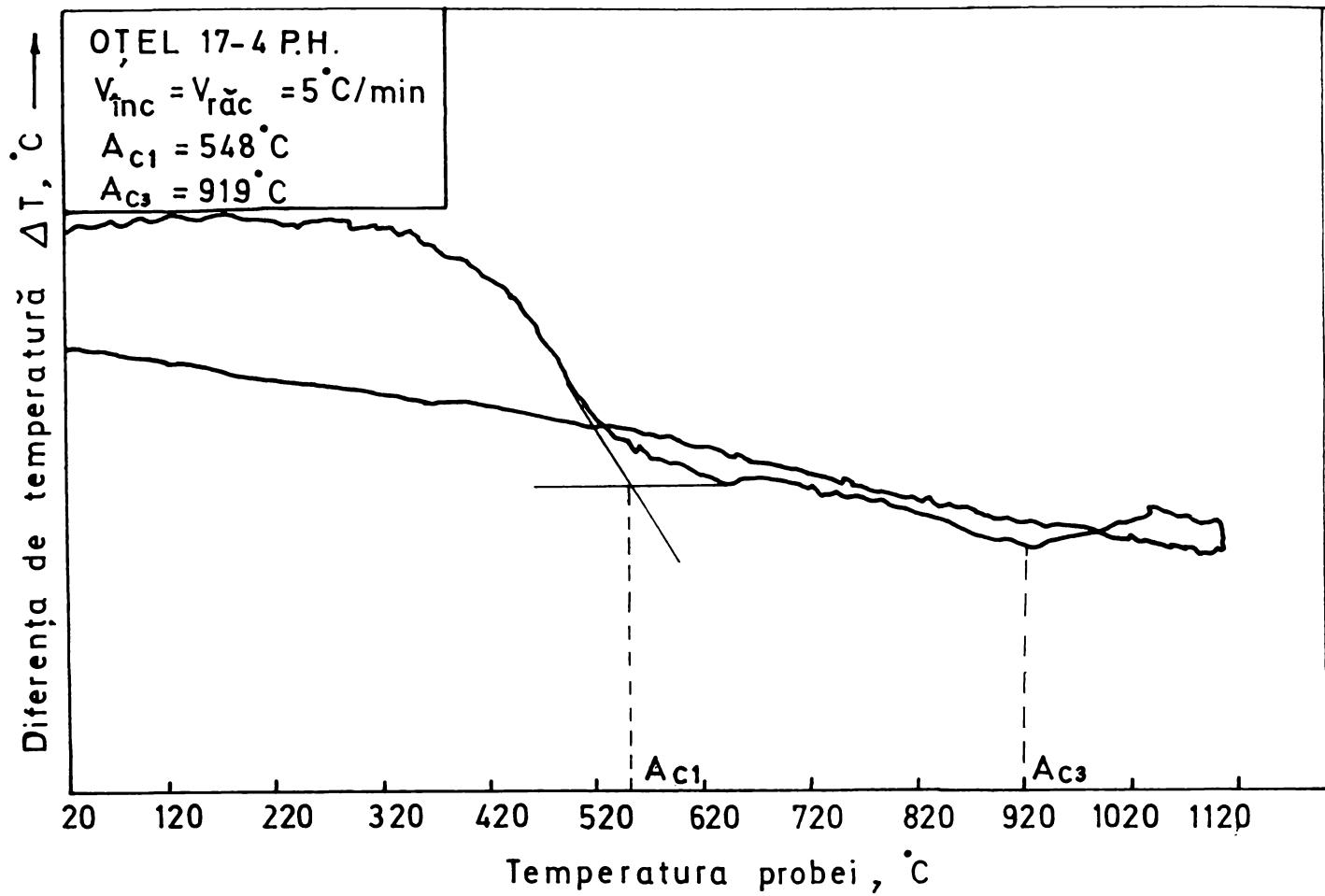
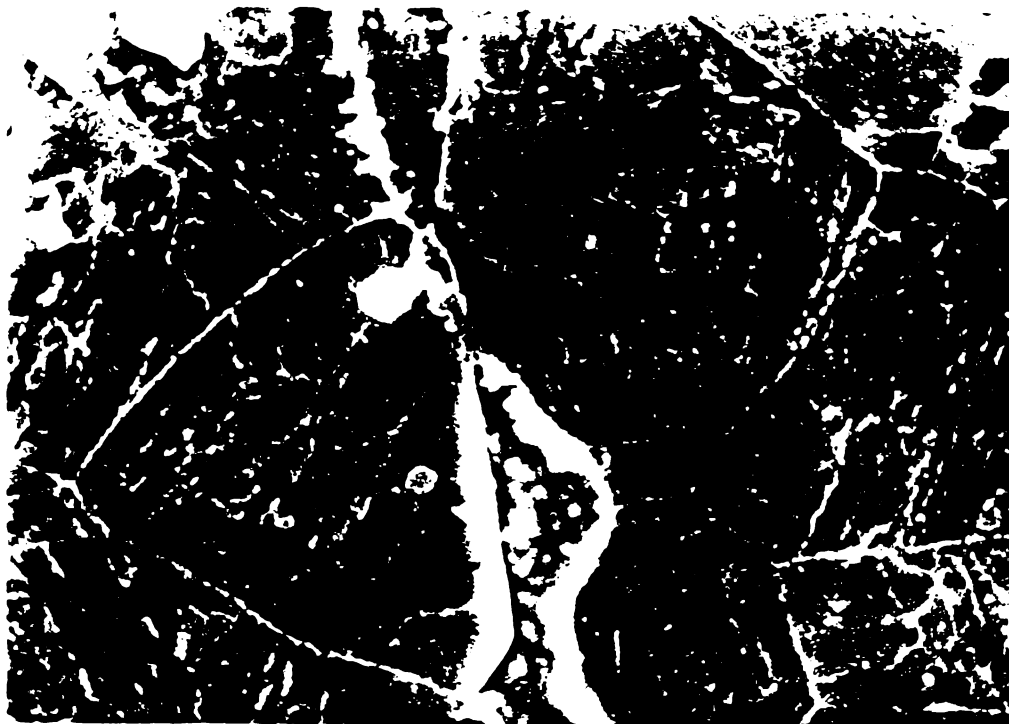


Fig. 3.2 Curba termică diferențială

Fig. 3.3 Microstructura probelor dilatometrice, $\times 3000$

Din analiza acestor rezultate se desprind următoarele observații :

- punctul critic Ac_1 este coborât la cca. 540 °C în special datorită acțiunii gamagene exercitate de Ni și de Mn ;
- punctul critic Ac_3 este situat la cca. 916 °C și ca urmare temperatura de încălzire pentru punere în soluție va trebui să fie mai mare de 950 °C, ținând seama de gradul înalt de aliere al oțelului ;
- temperatura de început de transformare martensitică , M_s , a putut fi evidențiată numai prin analiză dilatometrică ea fiind deplasată la cca. 65 °C de toate elementele de aliere cu excepția Co și Al ;
- microstructura probelor dilatometrice este formată din austenită metastabilă + martensită + o mică proporție de carburi și de alte faze secundare .

3.2 Determinarea analitică a temperaturii M_s

S-a arătat anterior că la această categorie de oțeluri temperatura M_s este situată în apropierea sau imediat sub temperatura camerei, astfel că după răcirea în aer de la temperatura de austenitizare se obține o microstructură constituită în principal din austenită metastabilă.

O asemenea microstructură este favorabilă prelucrărilor tehnologice prin deformare plastică și prin sudare. Producerea transformării martensitice este posibilă fie printr-un tratament la temperaturi sub 0°C, fie printr-un tratament de destabilizare a austenitei. Existența unei anumite proporții de ferită δ , cu toate că conduce la diminuarea proprietăților mecanice maxime obținabile și la apariția unor dificultăți legate de deformabilitatea la cald și de comportarea la sudare, oferă avantaje esențiale în procesul de tratament termic.

Pentru a evalua microstructura acestui oțel după călirea pentru punere în soluție de la 1050°C, a fost necesară determinarea prin calcul a punctelor critice M_s și M_f . În cazul oțelurilor nealiate cu $0,03 \leq \%C \leq 0,35$ temperatura de început de transformare martensitică, notată aici cu M_{sc} , poate fi aproximată cu relația [1]:

$$M_{sc} = 454 - 210x\%C + \frac{4,2}{\%C} \quad (1)$$

La un conținut în carbon de 0,10 % această temperatură devine :

$$M_{sc} = 454 - 210x0,10 + \frac{4,2}{0,10} = 475^\circ C$$

Temperatura M_s a oțelurilor înalt aliate este dată de relația [2]:

$$M_s = M_{sc} - x \cdot Ni - y \cdot Mn - z \cdot Cr_{ech} - 21 \cdot Cu \quad (2)$$

în care []: $x = 1,6Ni + 65/Ni = 1,6 \cdot 4 + 65/4 = 22,6$

$y = 10,5$; $z = 16,8$

$$Cr_{ech} = Cr + Mo + 1,5 \cdot Si = 19,3$$

Înlocuind aceste valori în relația (2), se obține:

$$M_s = 475 - (22,6 \times 4) - (10,5 \times 2) - 16,8 \times 19,3 = 475 - 435,6 \approx 40^\circ C$$

Intervalul de temperatură M_s - M_f al acestor oțeluri este de regulă de ordinul a $100 \dots 140^\circ C$ iar dacă M_s este situat ușor sub temperatura camerei, M_f va fi situat între -80 și $-120^\circ C$.

De aici rezultă oportunitatea aplicării unui tratament de călire la temperaturi scăzute care să provoace transformarea celei mai mari părți din austenita metastabilă în martensită.

Dar, la aceeași compoziție chimică a oțelului, temperaturile M_s , M_f sunt influențate considerabil de **temperatura de austenizare** în vederea călirii, de **procesul de îmbătrânire a austenitei la cca. $700^\circ C$** și de **prelucrările prin deformare la rece**.

În practică, se recurge la una din aceste trei modalități de producere a transformărilor fazice și structurale care să permită în final obținerea unui spectru ridicat al proprietăților de întrebuițare.

3.3 Stabilirea temperaturii optime de încălzire pentru punere în soluție

Temperatura optimă de încălzire trebuie să asigure punerea în soluție în totalitate sau în cea mai parte a particulelor de faze secundare (carburi, carbonitruți etc.) și de ferită δ , iar după răcire în aer să se obțină o duritate minimă specifică unei microstructuri austenitice cu o mică proporție de martensită și ferită δ . În urma călirii pentru punere în soluție oțelul trebuie să poată fi ușor prelucrat prin operații de deformare plastică la cald și la rece iar ulterior este necesar ca structura austenitică să poată fi transformată în martensită la temperaturi care să nu provoace deformații ale produselor realizate. Creșterea în continuare a rezistenței mecanice se va face printr-un tratament de durificare prin precipitare executat la temperaturi relativ mici.

Din datele prezentate în tabelul 3.1 și curba din figura 3.4, obținută cu ajutorul unor probe călite succesiv în aer de la diferite temperaturi, rezultă că temperatura optimă de încălzire pentru punere în soluție este de $1050^\circ C$.

Tabelul 3.1. Metoda călirilor succesive - valori de duritate

Nr crt	Tratament Termic	Nr. Probă	Nr Buc.	Duritatea Vickers HV5		
				Valori experimentale	Media	
1	Călire 900°C, 1h, aer	2.1.	3	A	341; 341;341	349
				B	353;353;353	
				C	349;341;341	
2	Călire 925°C, 1h,aer	2.2.	3	A	336;341;341	346
				B	358;381;358	
				C	332;332;332	
3	Călire 950°C, 1h, aer	2.3.	3	A	353;353;353	323
				B	317;336;325	
				C	313;313;317	
4	Călire 975°C, 1h, aer	2.4.	3	A	254;260;268	280
				B	286;262;283	
				C	310;303;303	
5	Călire 1000°C, 1h, aer	2.5.	3	A	249;268;268	253
				B	232;229;239	
				C	280;260;257	
6	Călire 1025°C, 1h, aer	2.6.	3	A	239;232;232	239
				B	232;232;239	
				C	249;241;241	
7	Călire 1050°C, 1h,aer	2.7.	3	A	254;254;254	234
				B	232;232;225	
				C	234;234;236	

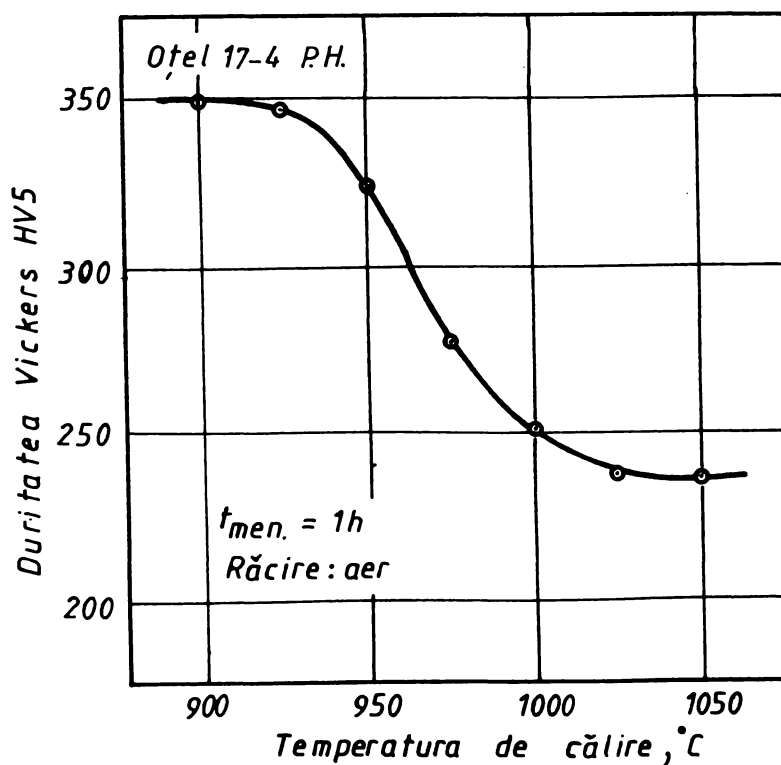
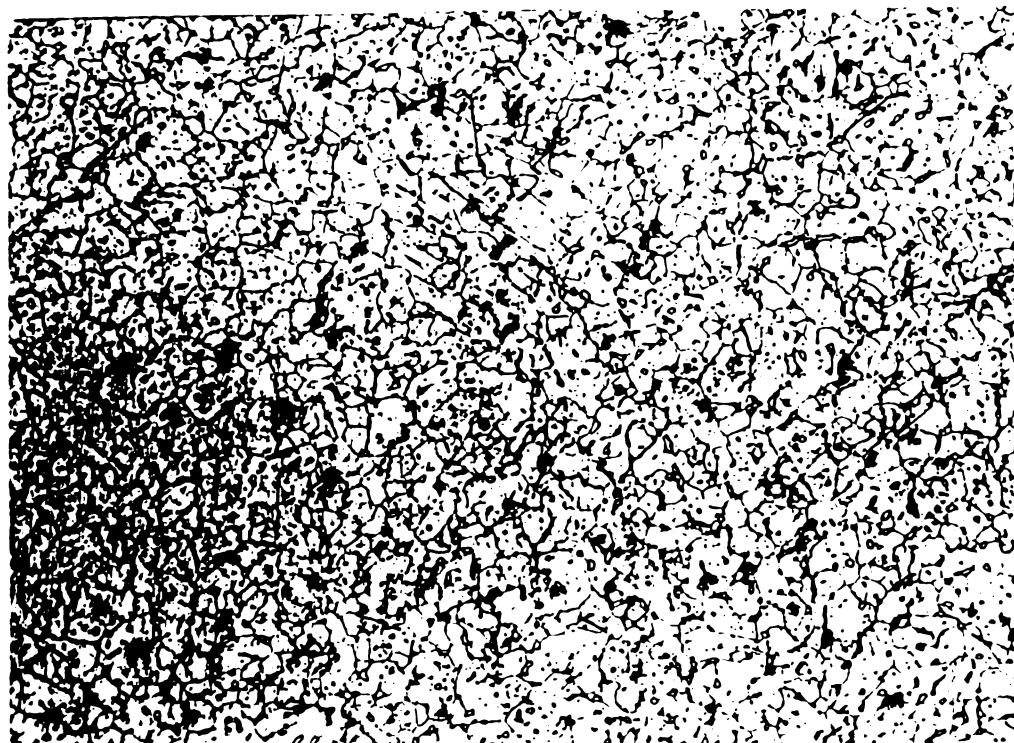


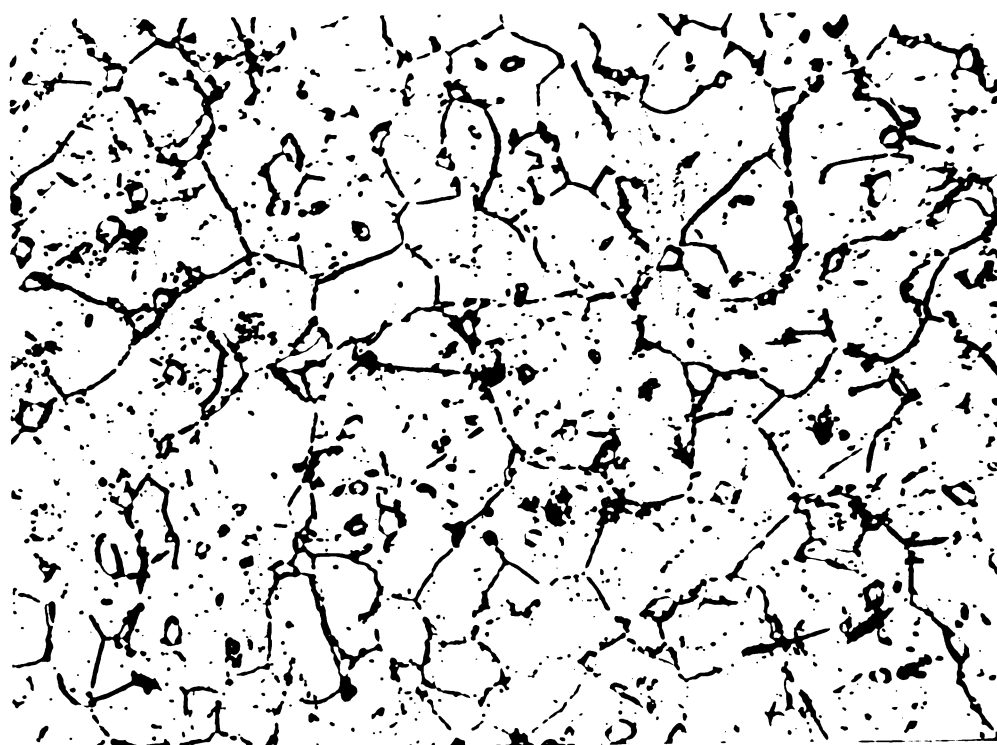
Fig.3.4. Variația durității în funcție de temperatura de călire

Imaginile micrografice din figurile 3.5 și 3.6 vin să întregesc rezultatele examinărilor sclerometrice.



- a -

x 126



- b -

x 500

Fig.3.5 Călire 950°C/1h/aer

Astfel, temperaturile de călire de 900 - 950°C se manifestă printr-o punere mai redusă în soluție a carburilor și a altor faze intermetalice, o mai mică omogenizare chimică a

austenitei, deci o ridicare a temperaturii de început de transformare martensitică; în consecință, microstructura obținută va fi constituită din austenită, martensită, ferită δ și carburi nedizolvate (fig.3.5).

Ridicarea temperaturii de încălzire la 1040 - 1050°C favorizează punerea în soluție a fazelor secundare, dizolvarea unei părți din ferita δ , o creștere a stabilității la transformare a austenitei respectiv o coborâre a punctului Ms; de aceea, microstructura va fi constituită din austenită și o mică proporție de ferită δ (fig.3.6), iar duritatea acesteia (234-239HV5) asigură bune proprietăți tehnologice.

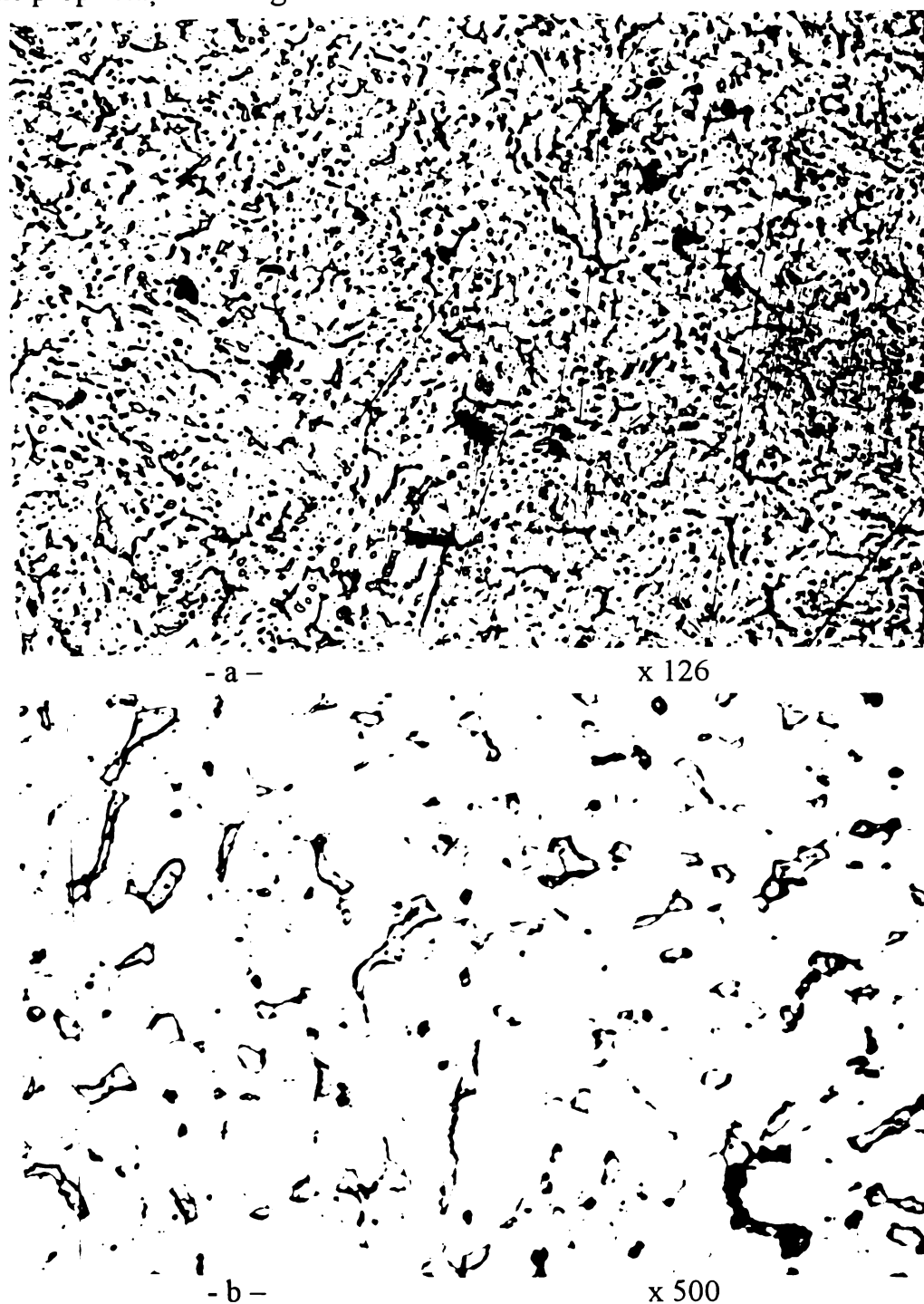


Fig.3.6 Călire 1050°C/1h/aer

3.4 Efectul temperaturii de austenitizare, al călirii la temperaturi scăzute și al îmbătrânirii prin revenire asupra microstructurii oțelului analizat

Studierea acestor transformări s-a efectuat pe probe prelevate din semifabricatele turnate tip pană precum și pe probe prelevate din semifabricatele forjate. După recoacere, probele respective au fost supuse ciclurilor termice din fig.3.7.

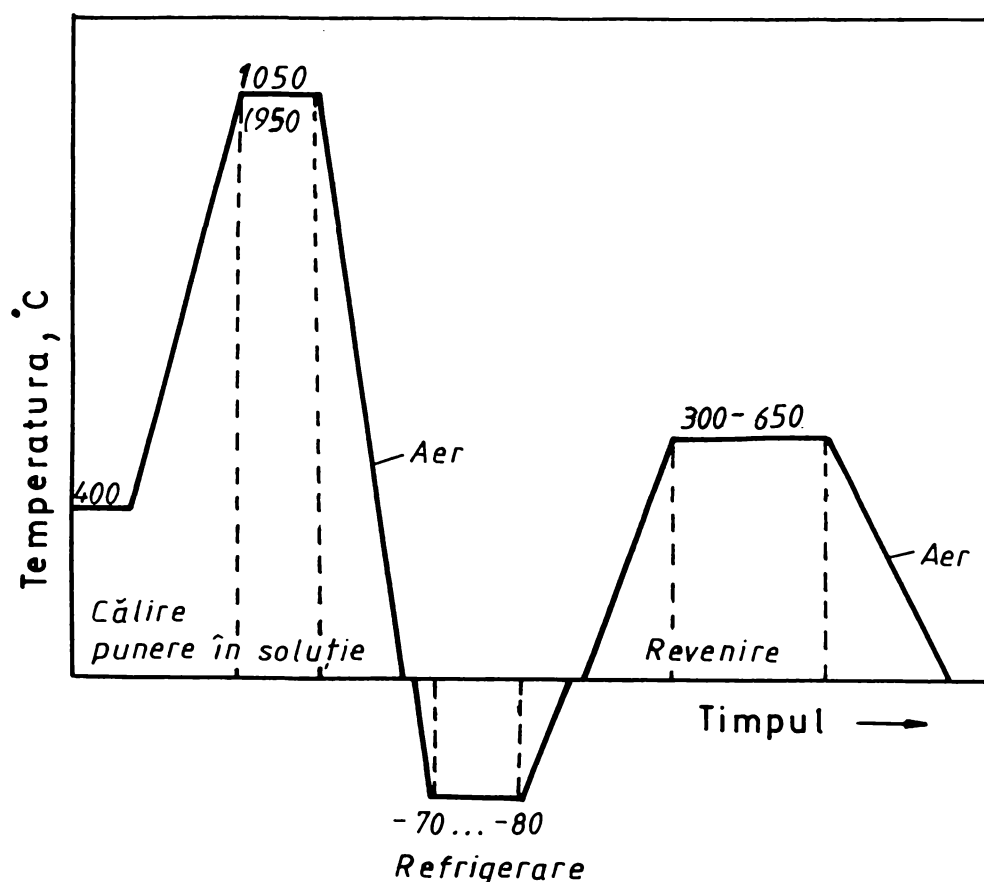


Fig.3.7 Ciclul tratamentului termic de călire pentru punere în soluție, urmată de călire la frig și de revenire

Astfel tratate termic, probele au fost supuse examinărilor sclerometrice și investigațiilor metalografice.

În fig.3.8...3.11 sunt prezentate histogramele valorilor de duritate ale probelor austenitizate la 950°C respectiv 1050°C.

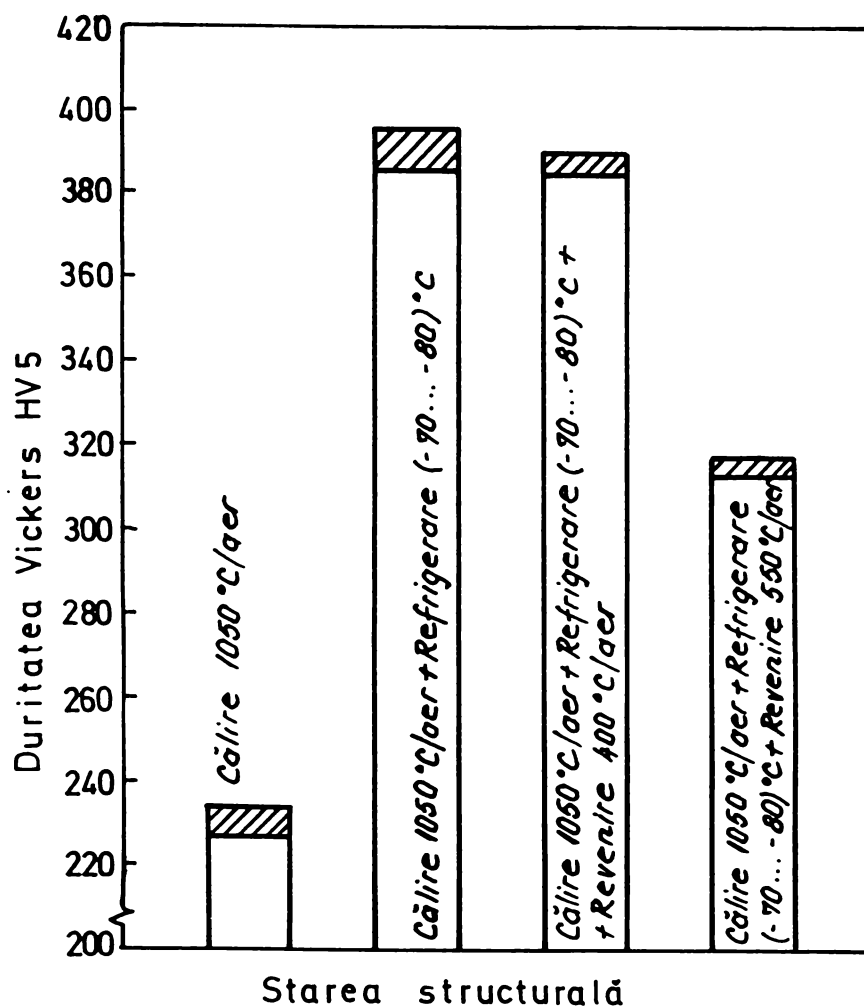


Fig.3.8 Histograma valorilor de duritate ale probelor turnate care au fost supuse austenitizării la 1050°C

Analiza comparativă a acestora permite următoarele observații:

- o temperatură ridicată de încălzire pentru punere (1050°C) conduce la coborârea temperaturii M_s , deci la o microstructură predominant austenitică la temperatura camerei și de aici, la cele mai mici valori de duritate;
- coborârea temperaturii de încălzire pentru punere în soluție la 950°C provoacă ridicarea punctului critic M_s , deci transformarea unei părți apreciabile de austenită metastabilă în martensită și ca urmare se produce o creștere semnificativă a durității;
- aplicarea tratamentului de refrigerare, deși nu asigură coborârea temperaturii sub M_f , favorizează continuarea transformării martensitice în probele austenitizate la 1050°C, fapt care conduce la o durificare semnificativă a materialului; în schimb, austenita netransformată din probele austenitizate la 950°C, practic nu se

descompune, motiv pentru care duritatea după refrigerare este aceeași cu cea realizată la călirea în aer;

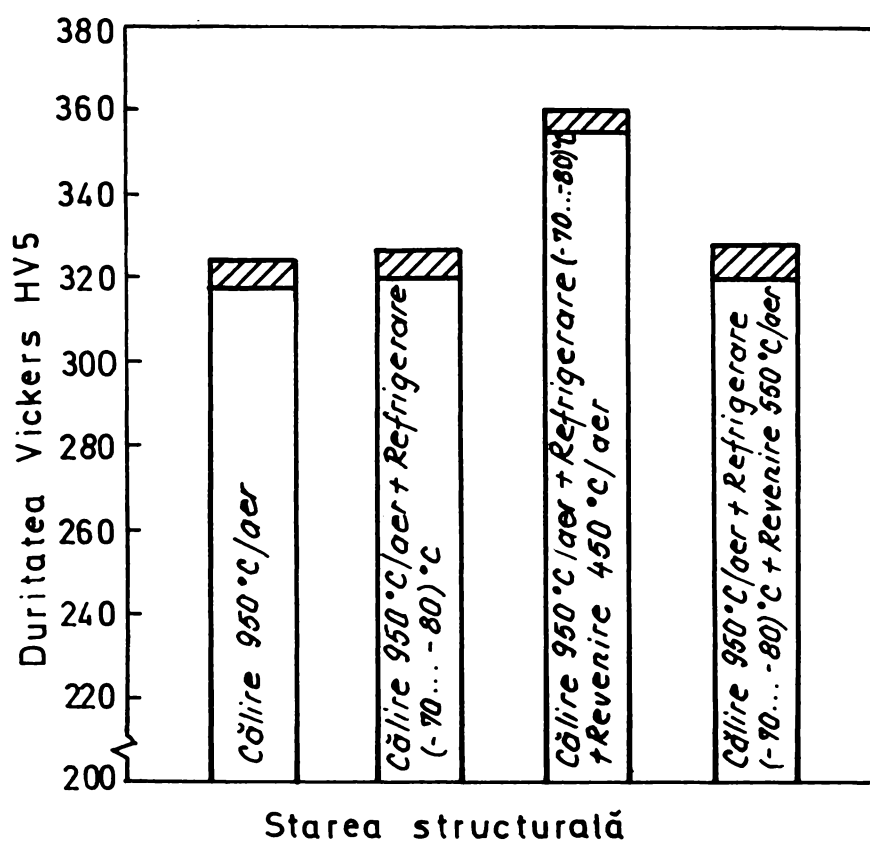


Fig.3.9 Histograma valorilor de duritate ale probelor turnate care au fost supuse austenitizării la 950°C

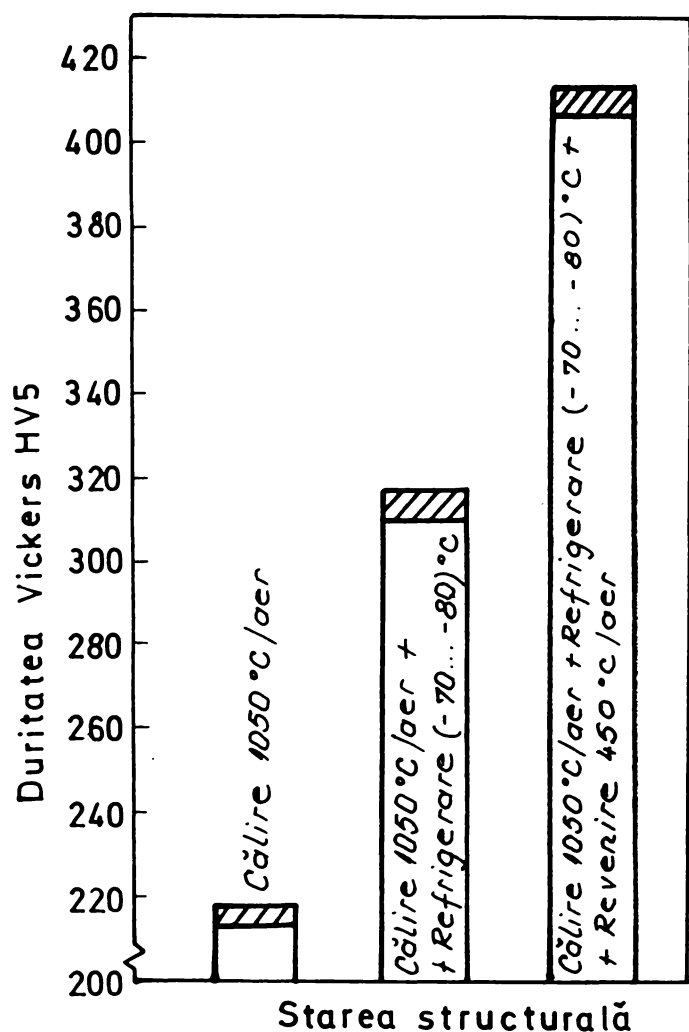


Fig.3.10 Histograma valorilor de duritate ale probelor deformate care au fost supuse austenitizării la 1050°C

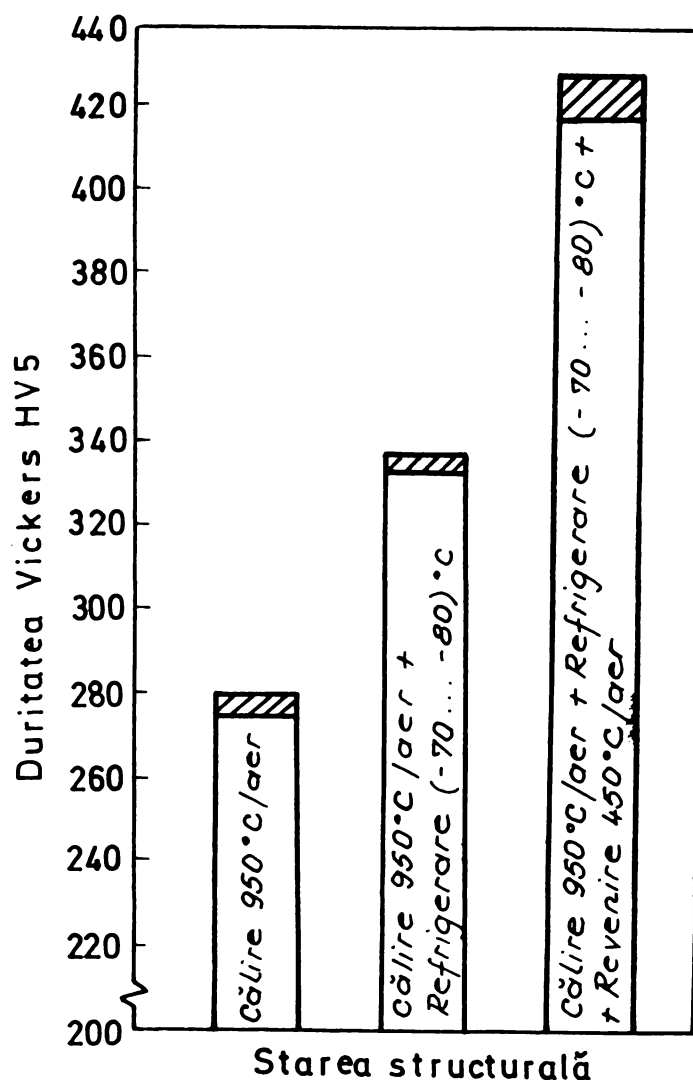


Fig.3.11 Histograma valorilor de duritate ale probelor deformate care au fost supuse austenitizării la 950°C

- o bună stabilitate la revenire până la 400°C a stării structurale obținute prin călire de la 1050°C urmată de refrigerare;
- o durificare secundară importantă la temperaturi de revenire de 450°C a probelor călite de la 950°C și refrigerate la (-70...-80)°C; acest fenomen este o consecință a descompunerii martensitei de călire și a transformării unei părți importante din austenita reziduală într-un amestec de ferită și particule de carburi.

Curbele de revenire prezentate în fig.3.12 și 3.13 vin să confirme reacțiile de durificare declanșate prin transformarea martensitică și prin precipitarea de faze secundare și totodată arată o descreștere a durității materialului la anumite temperaturi de tratament.

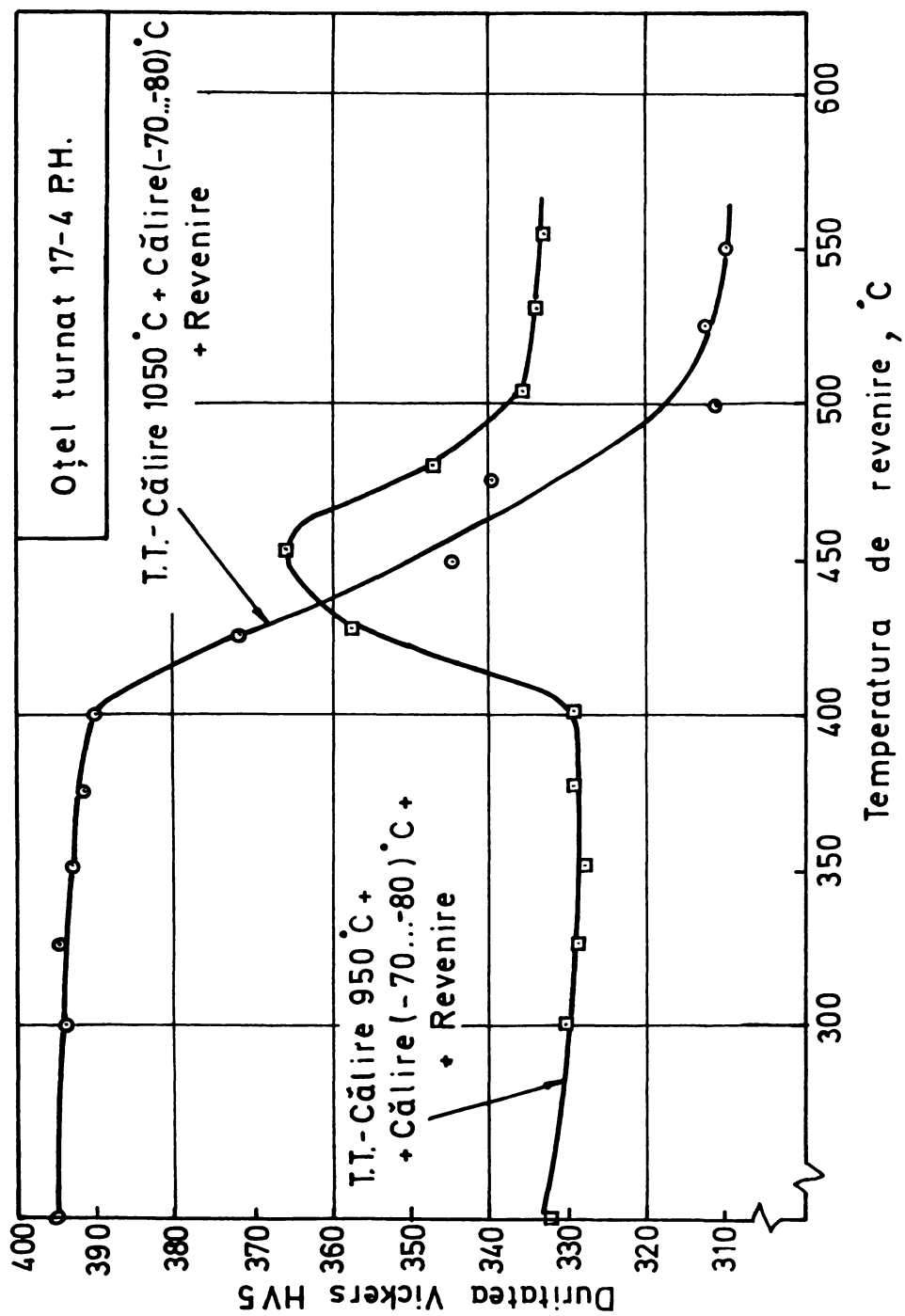


Fig.3.12 Curbele de revenire ale oțelului turnat care a fost călit de la temperaturi diferite de punere în soluție, supus refrigerării la (-70...-80)°C și revenirii la 300...600°C

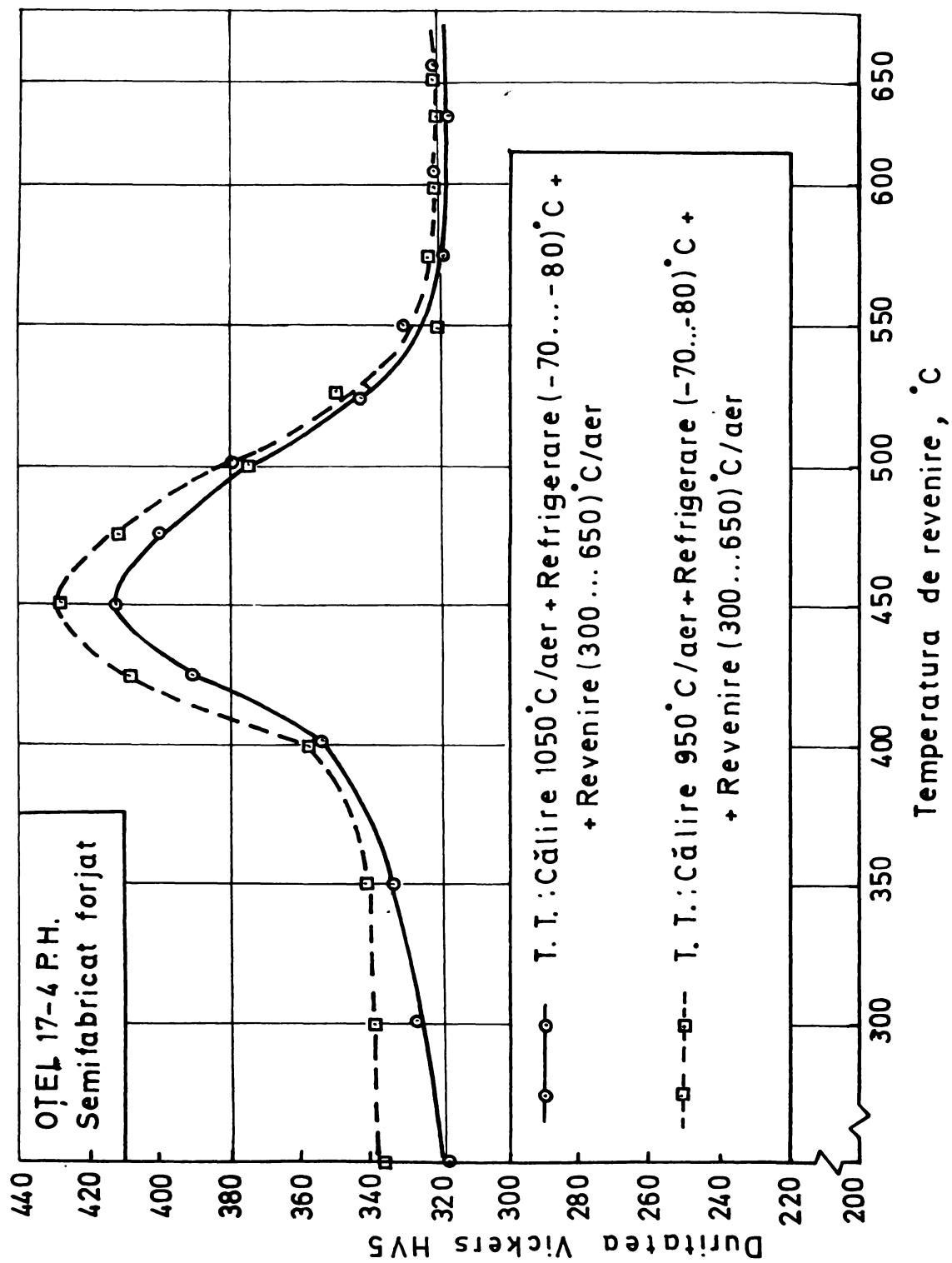


Fig.3.13 Curbele de revenire ale oțelului deformat care a fost călit de la temperaturi diferite de punere în soluție, supus refrigerării la (-70...-80)°C și revenirii la 300...650°C

Figurile 3.14....3.17 exemplifică microstructurile tipice ale acestui oțel după călirea pentru punere în soluție de la 1050°C (fig.3.14, 3.16) respectiv 950°C (fig.3.15, 3.17) urmata de refrigerare la (-70...-80)°C.

Utilizarea unor temperaturi de încălzire pentru punere în soluție de 950 respectiv 1050°C se manifestă printr-un grad de aliere diferit obținut pentru austenită. Astfel, temperatura de austenitizare de 950°C va asigura o proporție mai mică de carburi dizolvate și deci temperatura punctului critic Ms va fi mai ridicată iar efectul tratamentului de refrigerare, mai redus.

Ridicarea temperaturii de încălzire pentru călire la 1050°C, asigură un grad ridicat de aliere pentru austenită și deci o stabilitate mare la transformare în cursul răcirii ulterioare. Temperatura punctului critic Ms va fi în acest caz mai coborâtă și efectul tratamentului de refrigerare, mai pronunțat.

Rezultă deci că temperatura de austenitizare poate fi utilizată ca o măsură de control a caracteristicilor de transformare.



- a -

x 126

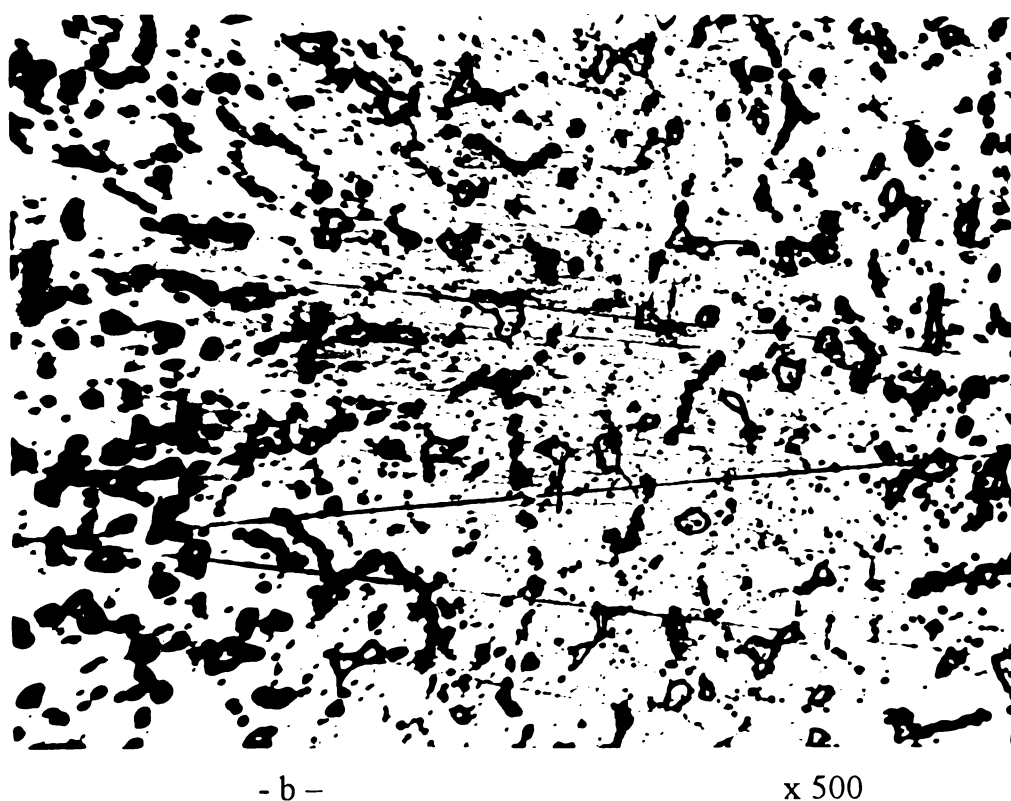


Fig.3.14 Microstructura tipică a oțelului turnat după călire pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C

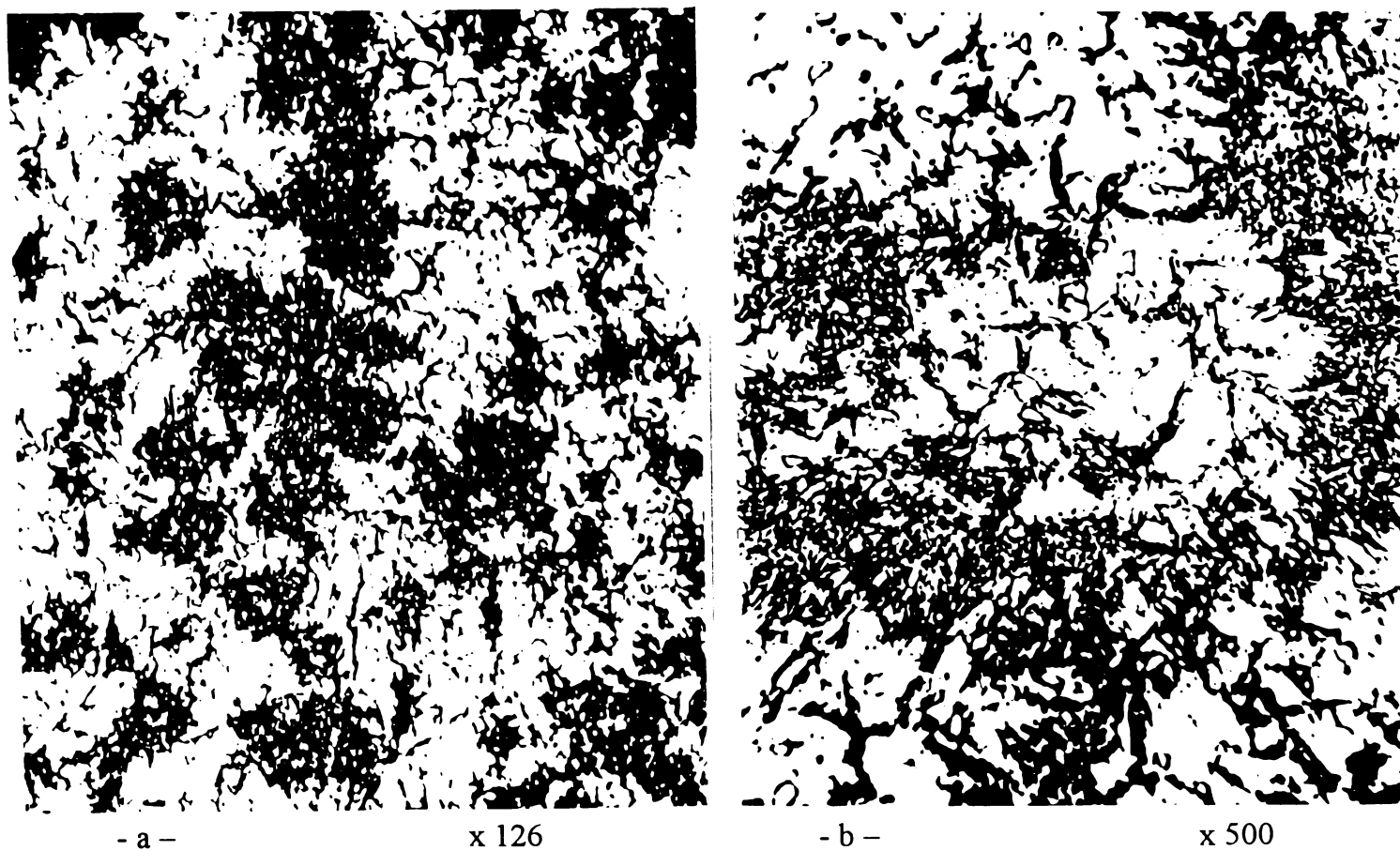


Fig 3.15 Microstructura tipică a oțelului turnat după călire pentru punere în soluție de la 950°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C



- a -

x126



- b -

x 500

Fig 3.16 Microstructura tipică a oțelului deformat după călire pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de refrigerare la (-70...—80)°C



- a -

x 126



- b -

x 500

Fig 3.17 Microstructura tipică a oțelului deformat după călire pentru punere în soluție de la 950°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C

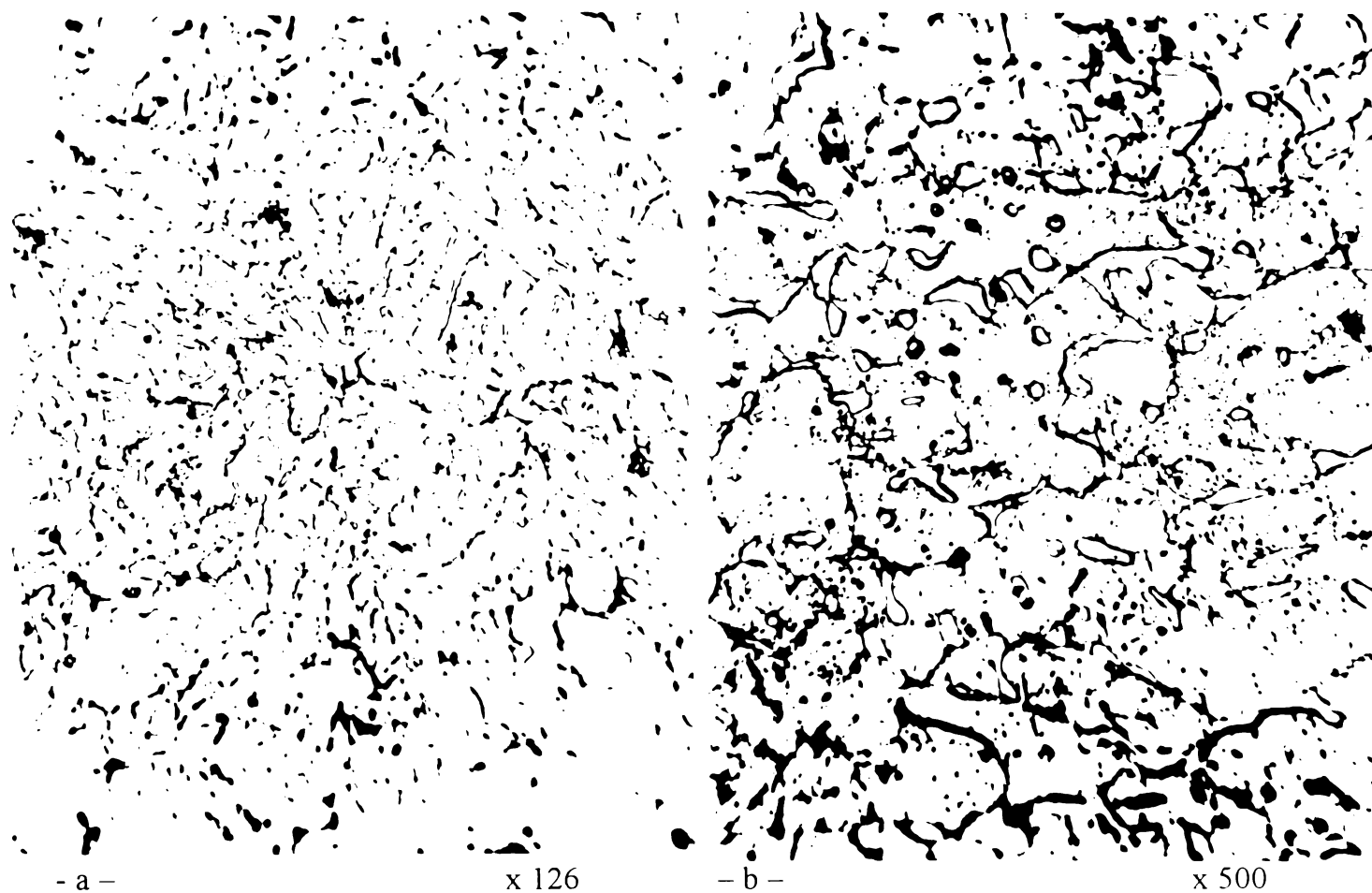


Fig 3.18 Microstructura tipică a oțelului turnat după călire pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C și de revenire la 450 °C

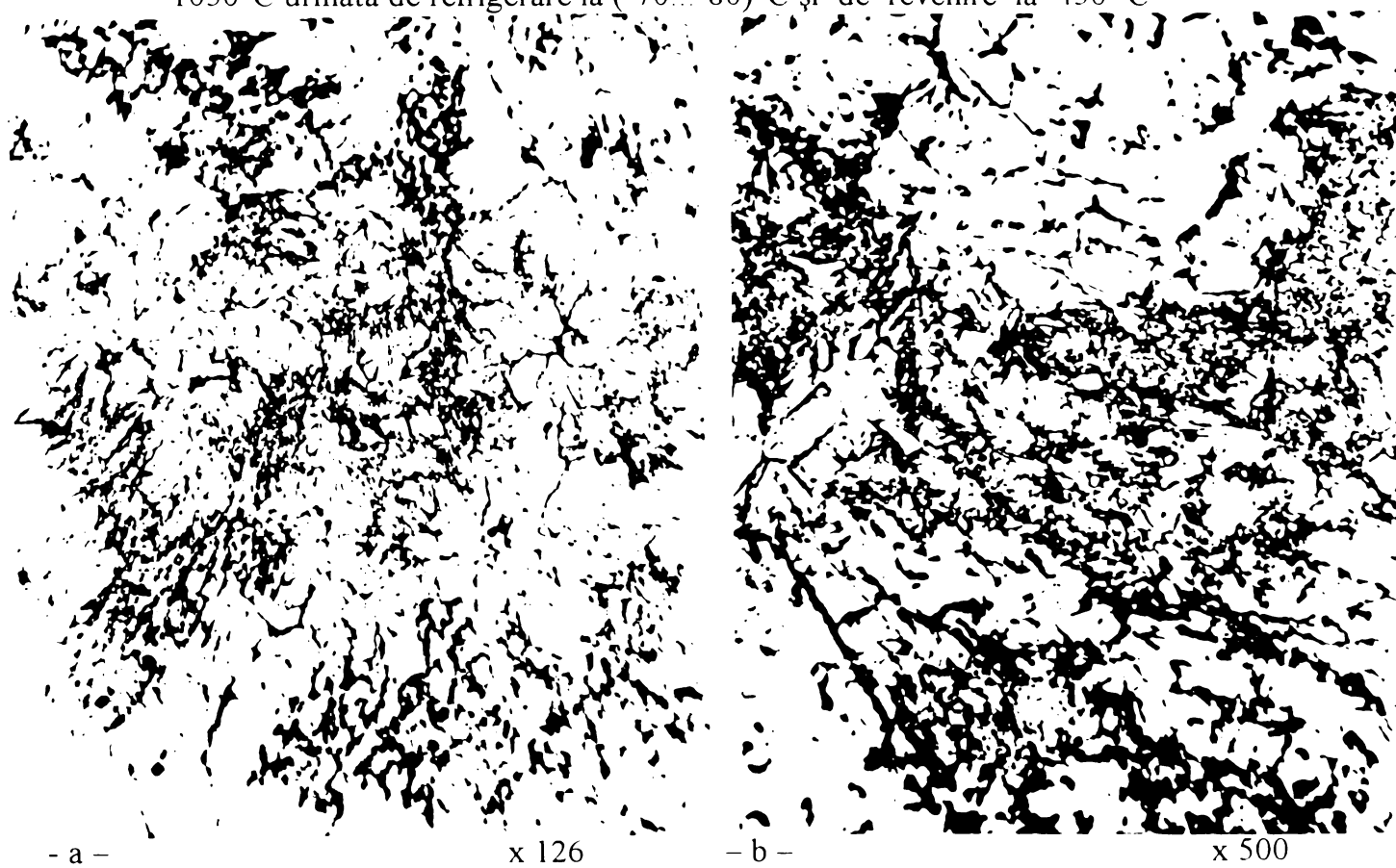


Fig 3.19 Microstructura tipică a oțelului turnat după călire pentru punere în soluție de la 950°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C și de revenire la 450 °C

Din figurile 3.14...3.17 se remarcă faptul că microstructura martensitică obținută prin refrigerare este foarte puțin atacată de reactivul metalografic.



- a -

x 126



- b -

x 500

Fig 3.20 Microstructura tipică a oțelului deformat după călire pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C și de revenire la 450 °C



- a -

x 126



- b -

x 500

Fig 3.21 Microstructura tipică a oțelului deformat după călire pentru punere în soluție de la 950°C urmată de refrigerare la (-70...-80)°C și de revenire la 450 °C

În schimb, microstructurile de revenire prezentate în figurile 3.18...3.21 demonstrează creșterea sensibilității la atacul chimic o dată cu amorsarea și dezvoltarea fenomenelor

de precipitare și totodată întregesc afirmațiile anterioare legate de mecanismul de durificare a acestui oțel.

3.5 Efectul îmbătrânirii primare și secundare asupra microstructurii oțelului analizat

Pentru asemenea investigații, un număr mare de probe recoapte au fost supuse ciclului de tratament termic din fig. 3.22.

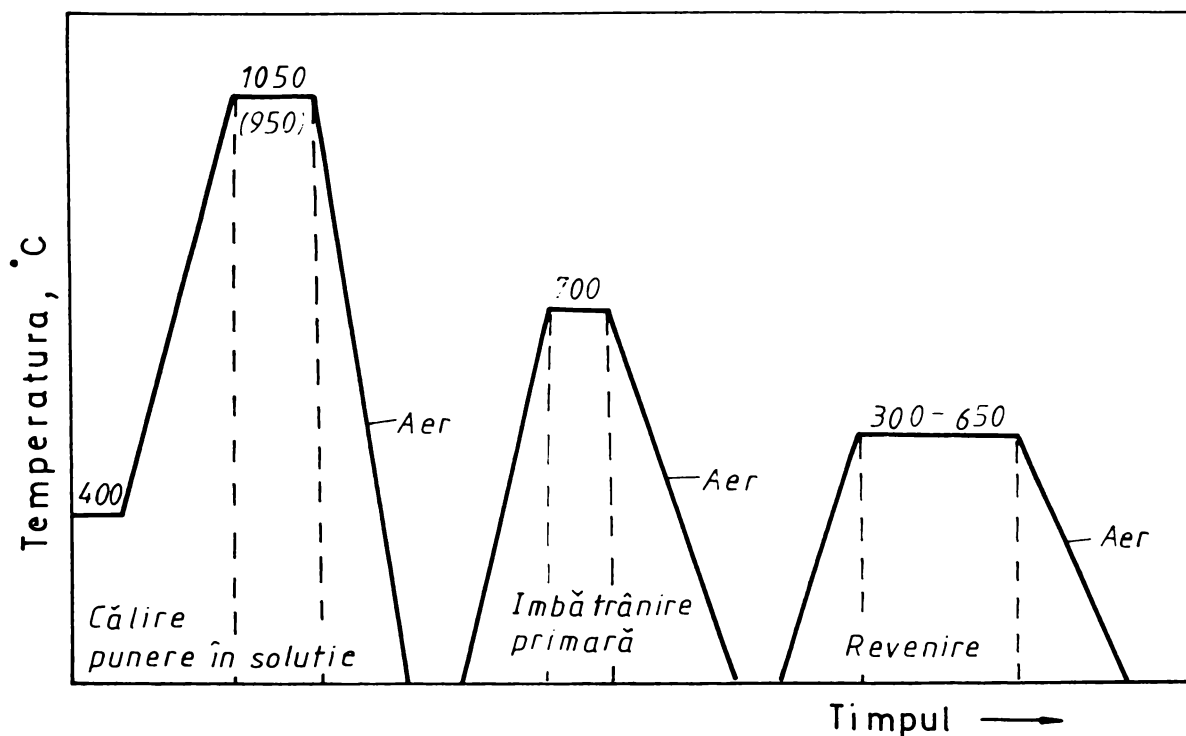


Fig. 3.22 Ciclul tratamentului termic de călire pentru punere în soluție urmată de îmbătrânire primară și de revenire

Asupra probelor tratate au fost efectuate examinări sclerometrice și analize micrografice.

În figurile 3.23...3.26 sunt redată histogramele valorilor de duritate Vickers pentru diversele stări structurale obținute în urma tratamentelor aplicate, iar în figurile 3.27 și 3.28 sunt reprezentate curbele de revenire ale oțelului cercetat.

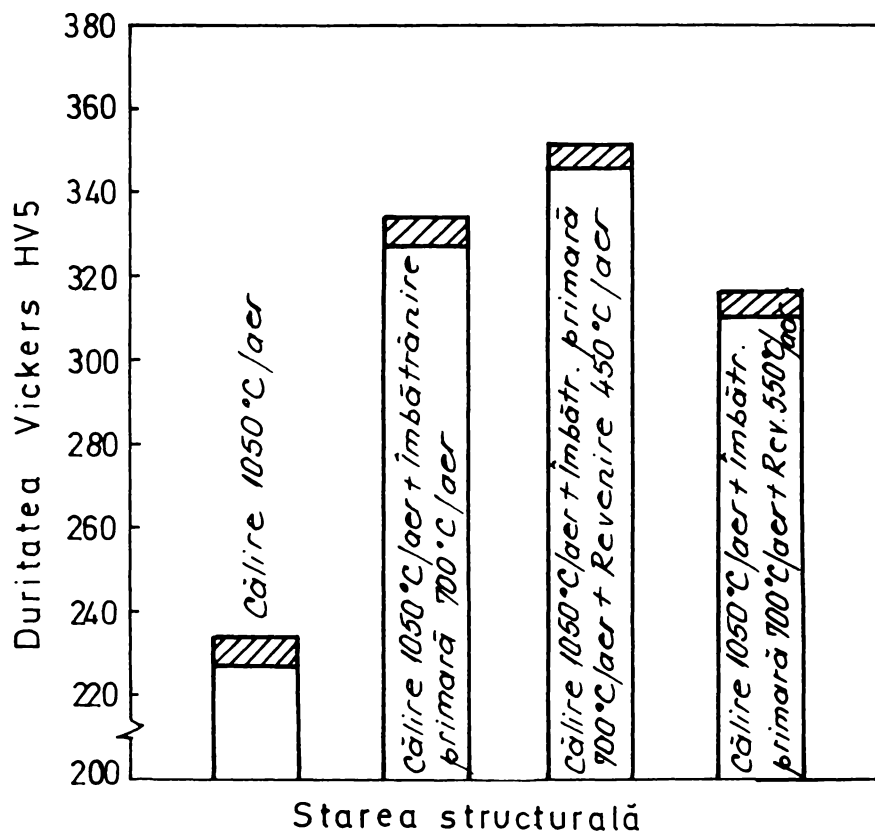


Fig.3.23 Histograma valorilor de duritate ale probelor din oțel turnat care au fost austenitizate la 1050°C, îmbătrânite primar și secundar

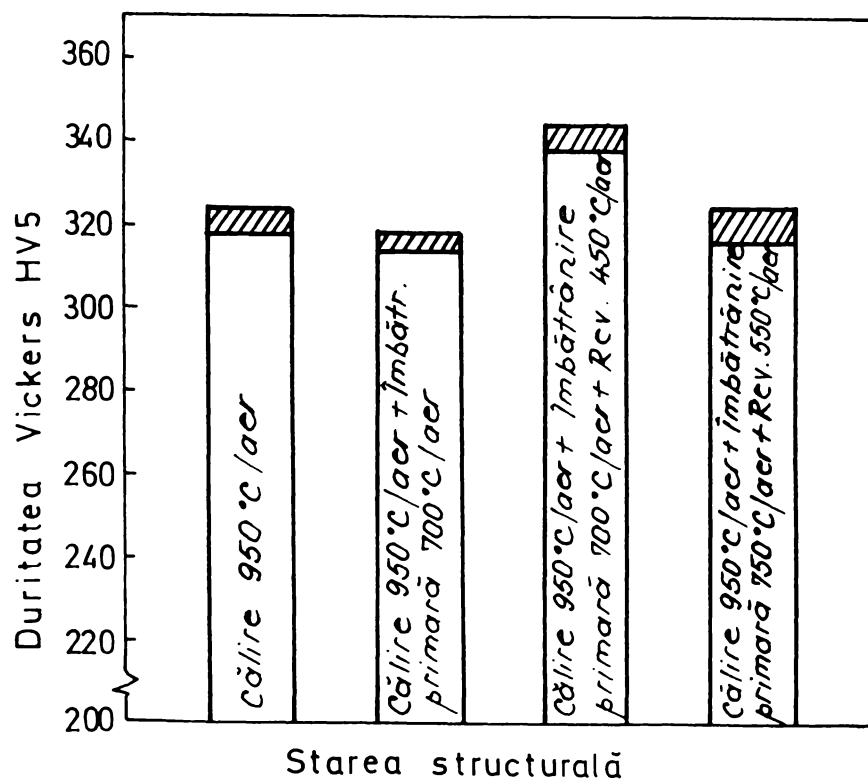


Fig.3.24 Histograma valorilor de duritate ale probelor din oțel turnat care au fost austenitizate la 950°C, îmbătrânite primar și secundar

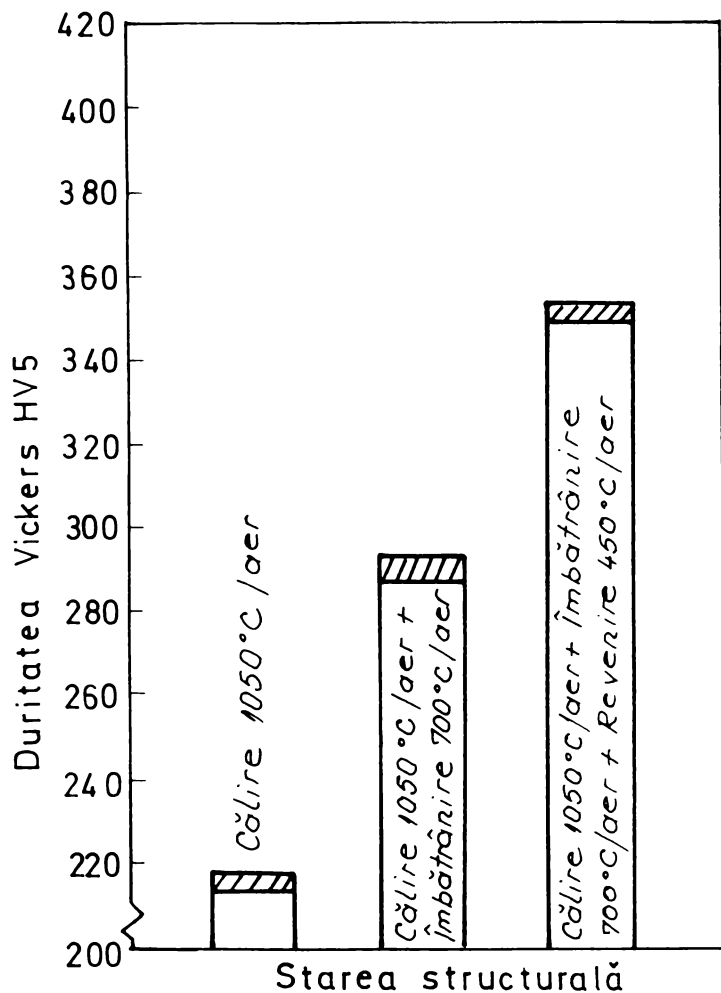


Fig.3.25 Histograma valorilor de duritate ale probelor din oțel deformat care au fost austenitizate la 1050°C, îmbătrânite primar și secundar

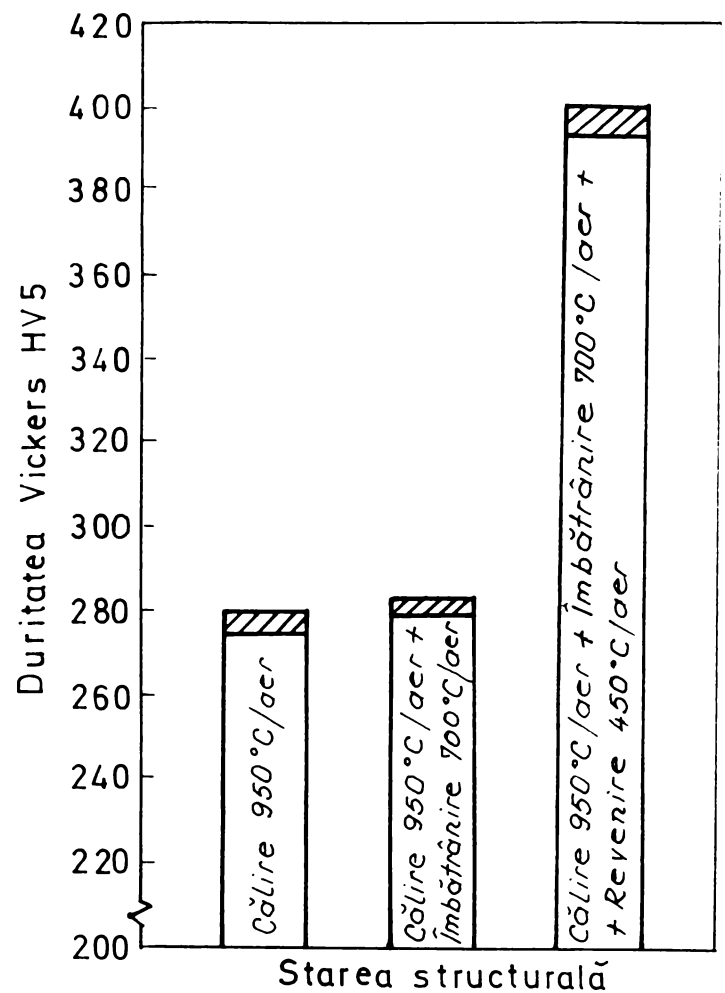


Fig.3.26 Histograma valorilor de duritate ale probelor din oțel deformat care au fost austenitizate la 950°C, îmbătrânite primar și secundar

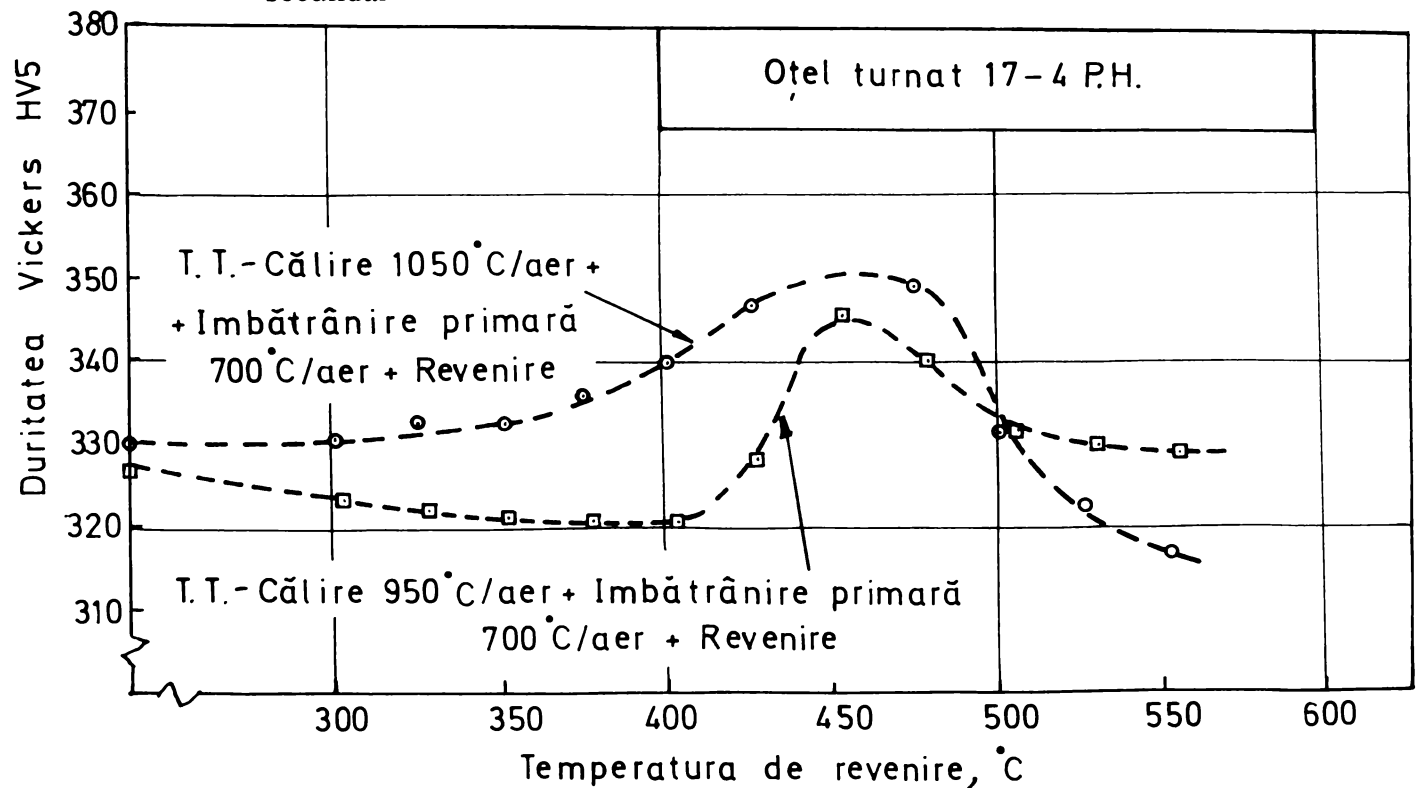


Fig. 3.27 Curbele de revenire ale oțelului turnat supus călirii pentru punere în soluție, îmbătrânirii primare și revenirii

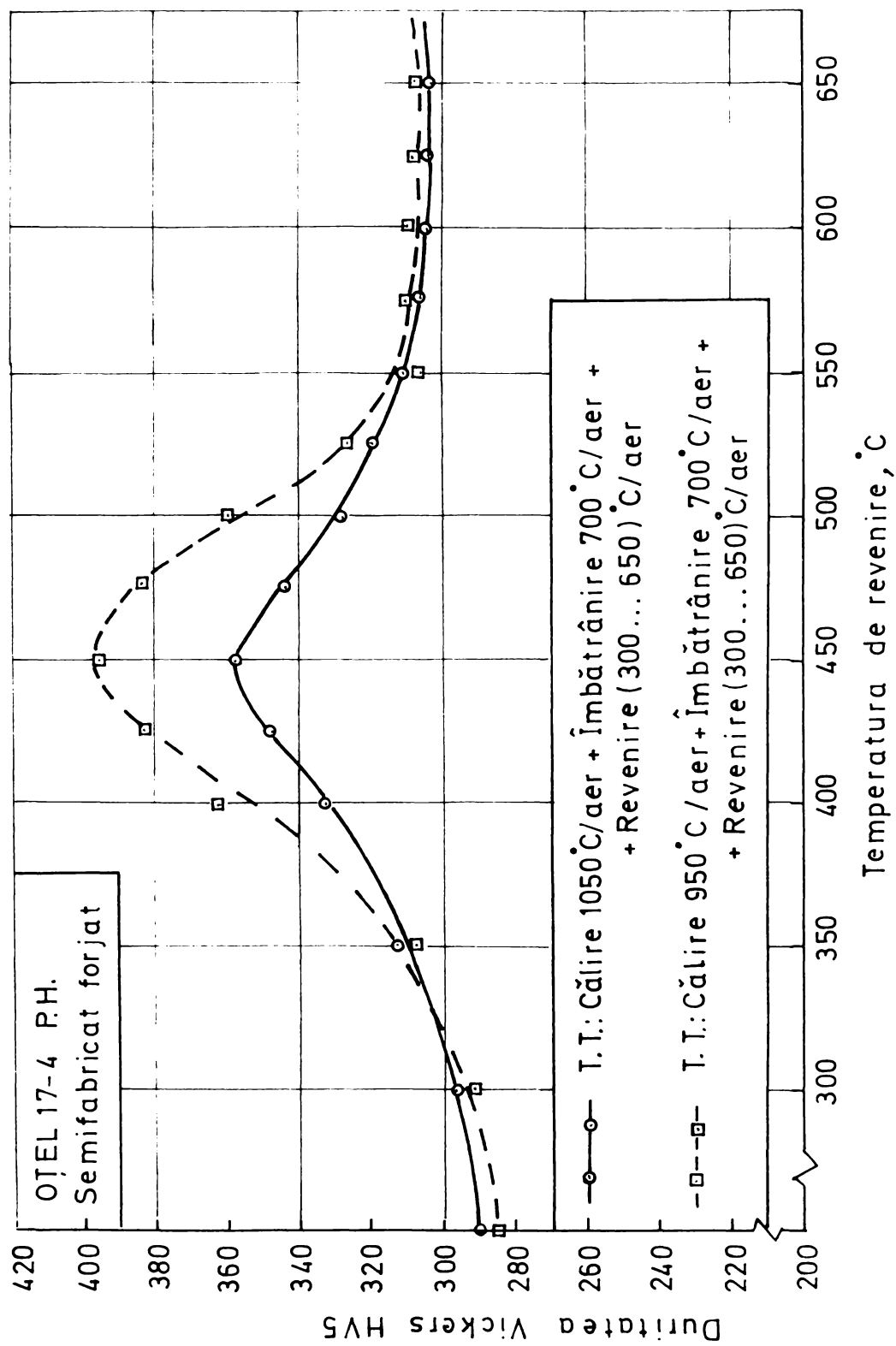


Fig. 3.28 Curbele de revenire ale oțelului deformat supus călirii pentru punere în soluție, îmbătrânirii primare și revenirii

Din analiza acestor date se desprind următoarele observații :

- temperatura de călire pentru punere în soluție de 1050°C, se manifestă prin obținerea unor valori minime de duritate, fapt explicabil printr-un grad de aliere mai ridicat al austenitei, printr-o temperatură Ms mai coborâtă și implicit o proporție maximă de austenită metastabilă la temperatura camerei;

- o temperatură mai mică de călire pentru punere în soluție (950°C) provoacă trecerea în soluție a unei cantități mai mici de carburi și de alte combinații chimice, deci conținutul în carbon al austenitei este mai redus, punctul critic Ms va fi mai ridicat și proporția de austenită la temperatura camerei va fi mai mică; în consecință, după călire în aer se vor obține valori mai mari ale durității comparativ cu cazul călirii de la 1050°C;

- aplicarea tratamentului de îmbătrânire primară la 700°C, favorizează creșterea durității Vickers doar la probele austenitizate la 1050°C; acest lucru se datorește transformării unei părți din austenita metastabilă în martensită; în schimb, probele călite de la 950 °C și supuse ulterior îmbătrânirii primare la 700 °C, posedă practic valori de duritate similare cu cele specifice călirii pentru punere în soluție; acest fapt este o urmare a conținutului relativ scăzut în carbon al oțelului, implicit a unei proporții limitate de carburi precipitate și a unei concentrații similare în carbon și în crom a austenitei atât după tratamentul de punere în soluție cât și după tratamentul de îmbătrânire primară;

- apariția unei durificări secundare la temperatura de revenire de 450 °C, care poate fi atribuită atât transformării unei părți importante de austenită în martensită cât și precipitării unor faze secundare determinate de prezența în compoziția chimică a elementelor de aliere Mo, Cr, Al.

Microstructurile redată în figurile 3.29...3.32 întregesc afirmațiile anterioare privind efectul îmbătrânirii primare asupra desfășurării transformării martensitice în acest oțel.

În primul rând, se poate constata că structura martensitică obținută după călire de la 1050 °C urmată de îmbătrânire primară la 700 °C este foarte puțin atacată de reactivul metalografic.

Efectuarea călirii de la 950 °C și a îmbătrânirii primare la 700 °C deși promovează o transformare martensitică pronunțată, păstrează în microstructură o anumită cantitate de austenită și de carburi.

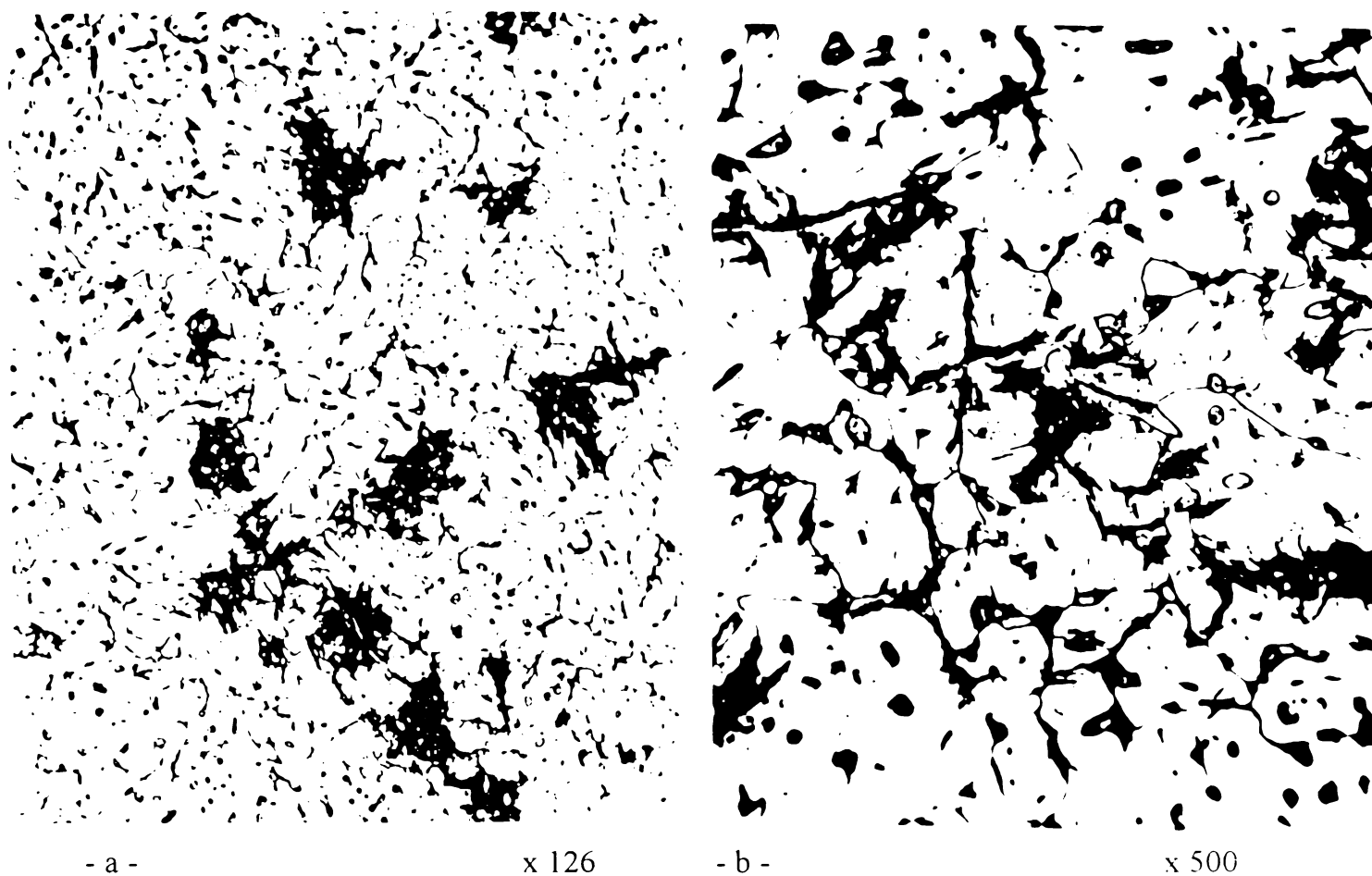


Fig. 3.29 Microstructura tipică a oțelului turnat după călire pentru punere în soluție de la 1050 °C urmată de îmbătrânire primară la 700 °C

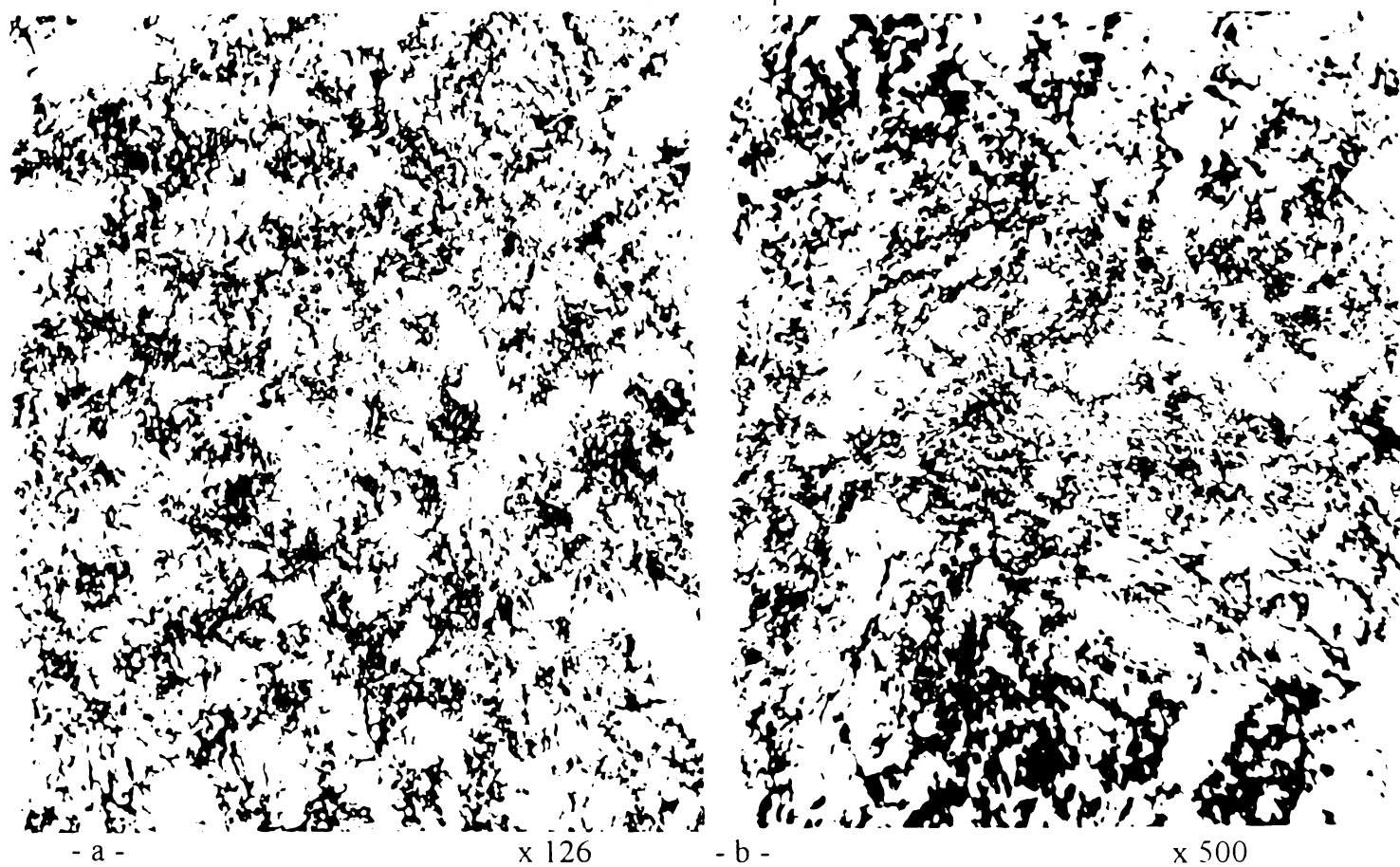


Fig. 3.30 Microstructura tipică a oțelului turnat după călire pentru punere în soluție de la 950 °C urmată de îmbătrânire primară la 700 °C



- a -

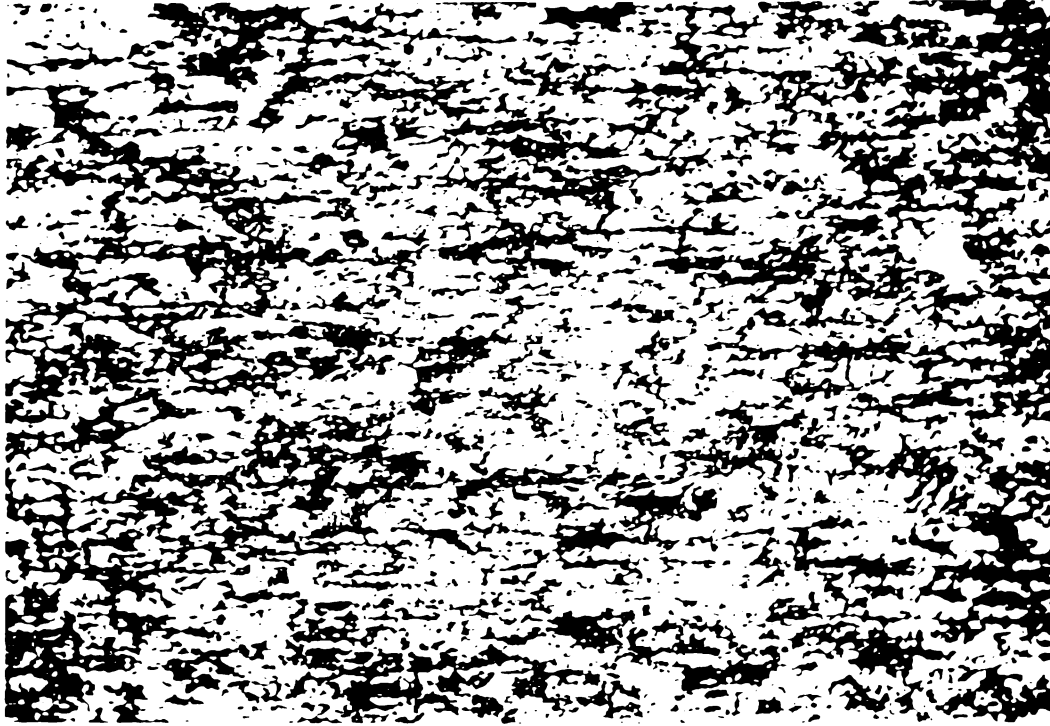
x 126



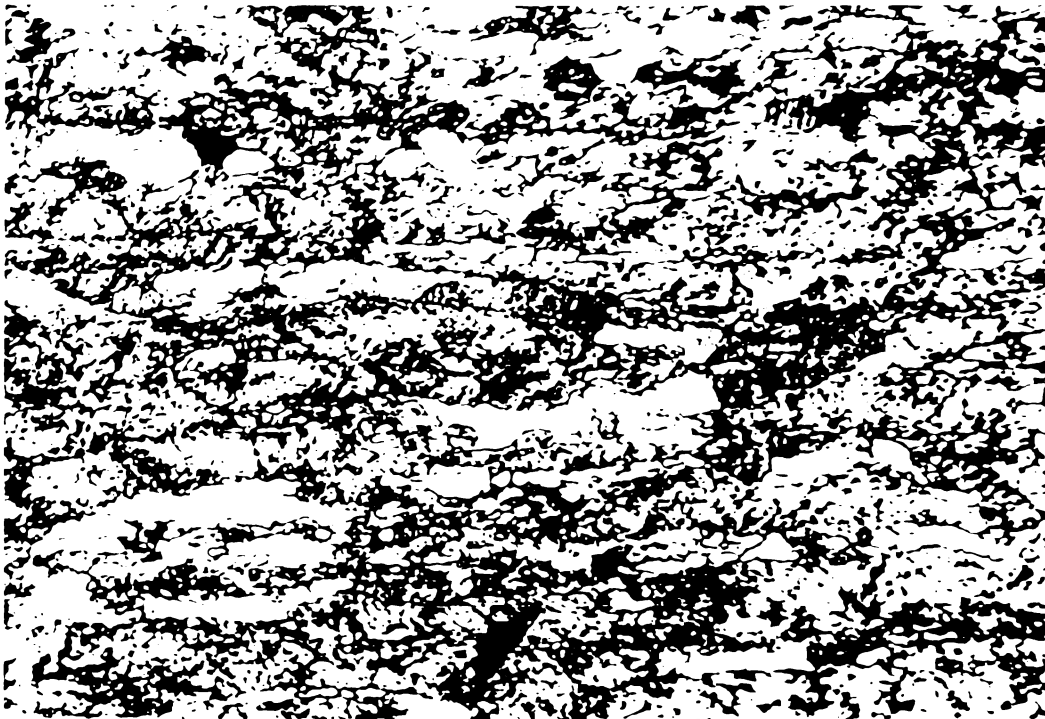
- b -

x 500

Fig. 3.31 Microstructura tipică a oțelului deformat după călire pentru punere în soluție de la 1050 °C urmată de îmbătrânire primară la 700 °C



- a - x 126



- b - x 500

Fig. 3.32 Microstructura tipică a oțelului deformat după călire pentru punere în soluție de la 950 °C urmată de îmbătrânire primară la 700 °C

În al doilea rând trebuie menționat că tratamentul de îmbătrânire primară se manifestă prin fenomene de precipitare a carburilor cu preponderență pe marginile cristalelor de ferită δ . În acest fel, se produce o scădere a conținutului în carbon și în elemente de aliere carburigene din austenită și deci o ridicare a domeniului transformării martensitice, fapt care face ca prin răcire în aer până la temperatura camerei să se declanșeze transformarea martensitică.

Prezența unei cantități mici de cca. 8- 20 % ferită δ în microstructură mărește viteza de precipitare a carburilor $M_{23}C_6$ și deci procesul de îmbătrânire primară este favorizat.

Acest fenomen se justifică prin creșterea suprafețelor de separare dintre austenită și ferită δ , acestea constituind nuclee de precipitare a carburii $M_{23}C_6$, iar transformarea austenitei cu un conținut mai redus în carbon (punctul M_s va fi mai ridicat) este ușurată.

Figurile 3.33 ...3.36 exemplifică câteva microstructuri specifice oțelului revenit la temperatura de 450 °C. Ele demonstrează creșterea sensibilității la atacul metalografic o dată cu apariția și dezvoltarea fenomenelor de precipitare responsabile de durificarea secundară a oțelului.

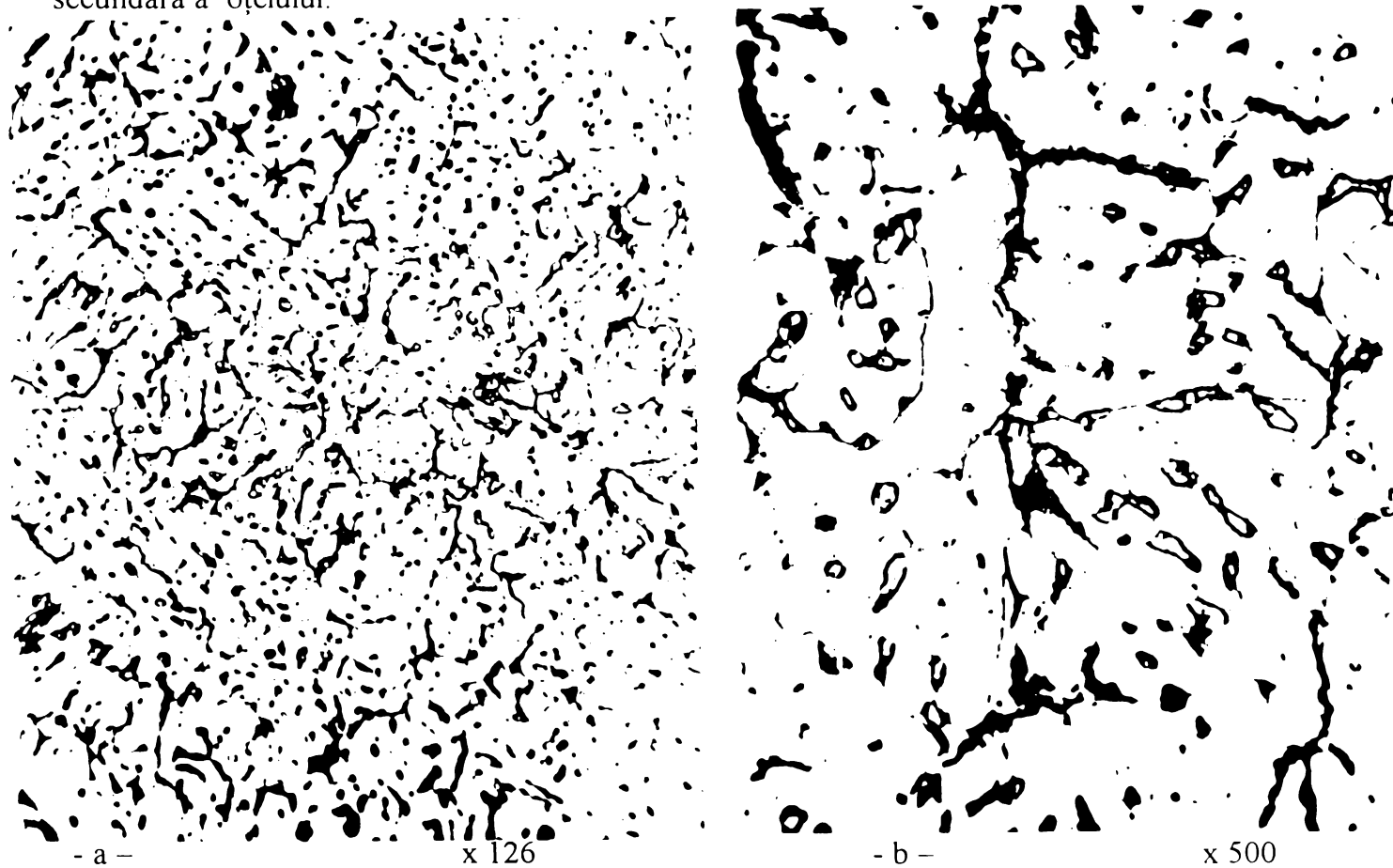


Fig. 3.33 Microstructura tipică a oțelului turnat supus călirii în aer de la 1050 °C, îmbătrânirii primare la 700 °C și revenirii la 450 °C

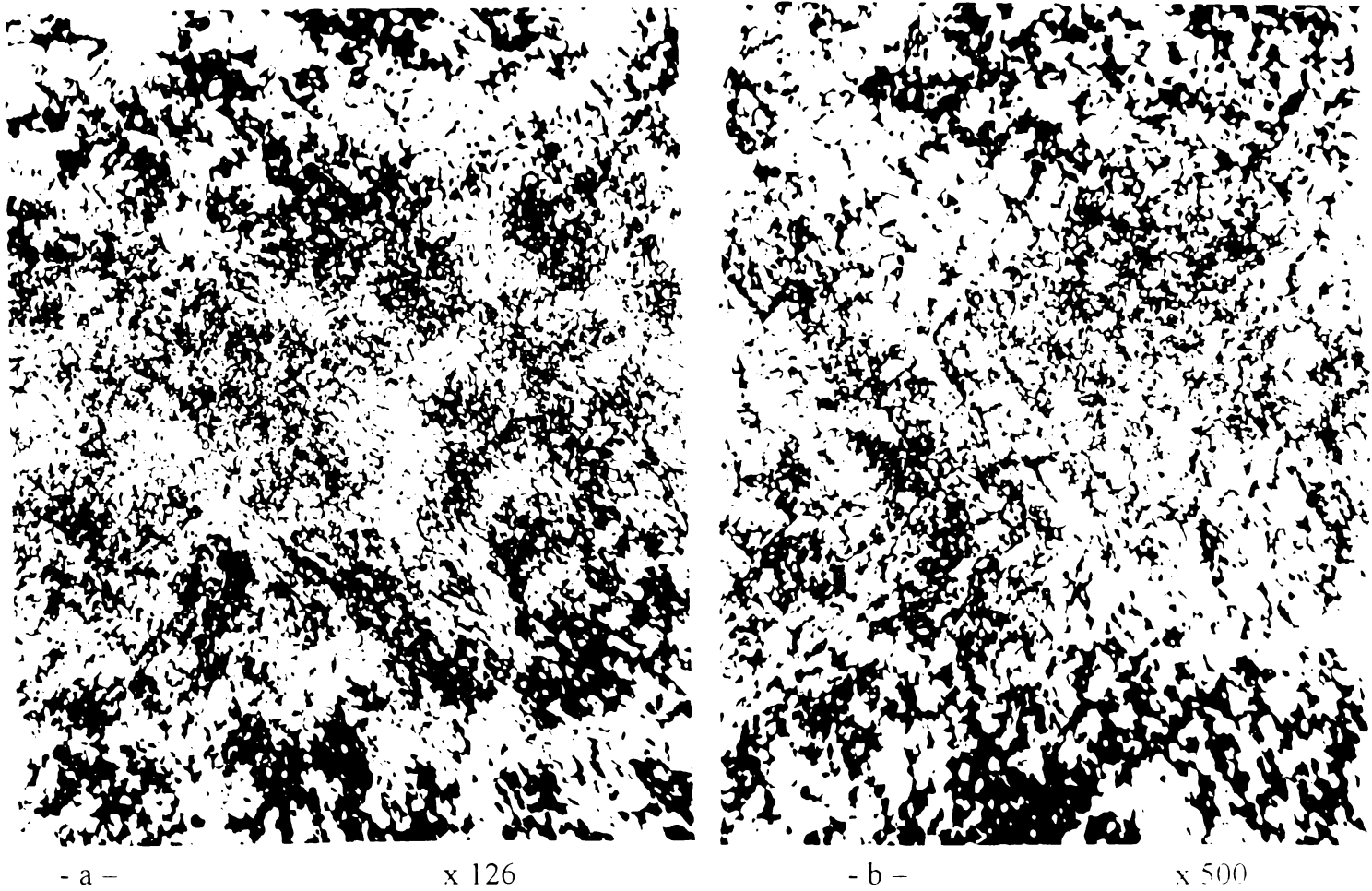
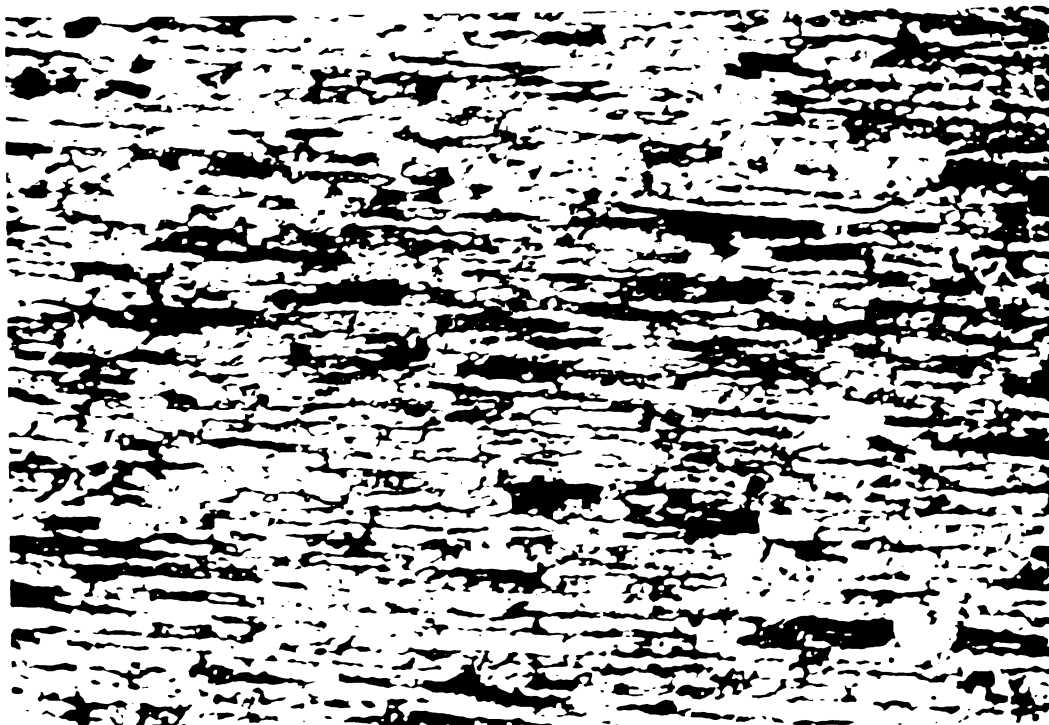


Fig. 3.34 Microstructura tipică a oțelului turnat supus călirii în aer de la 950 °C, îmbătrânirii primare la 700 °C și revenirii la 450 °C



- a -

x 126

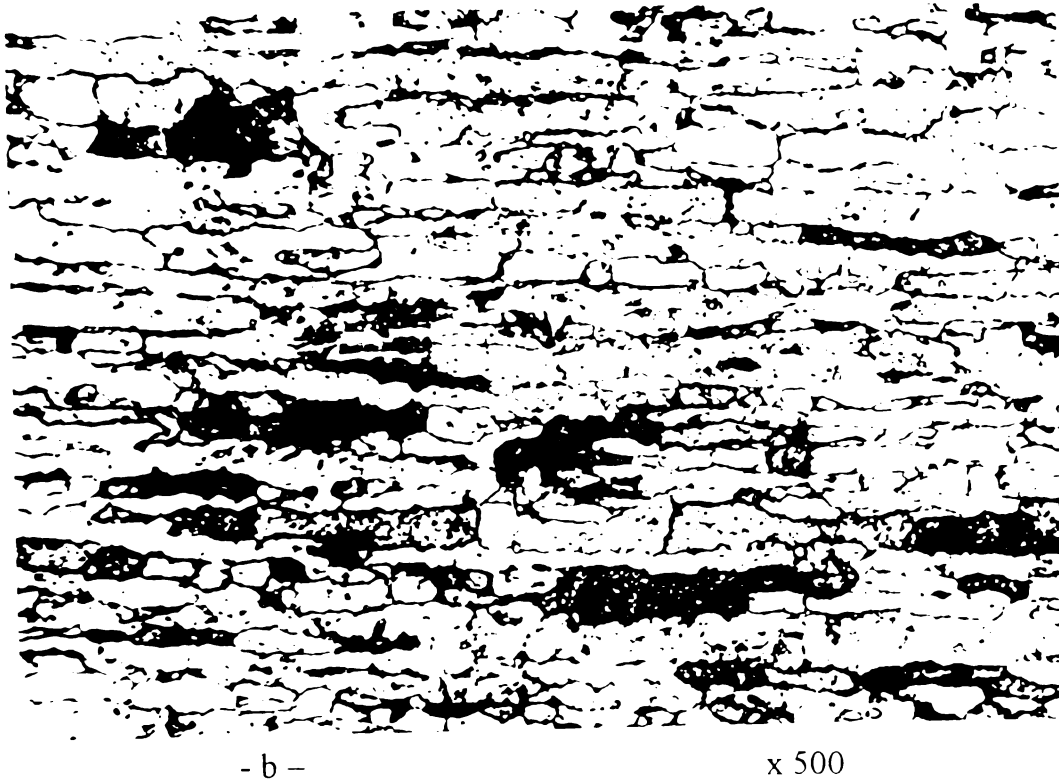
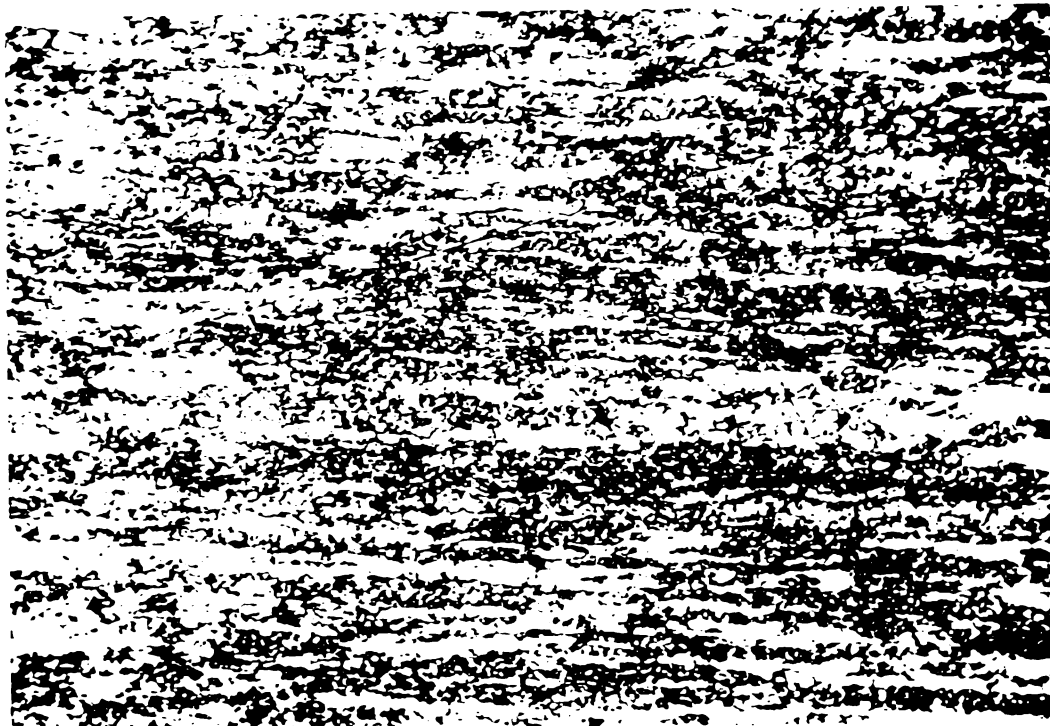
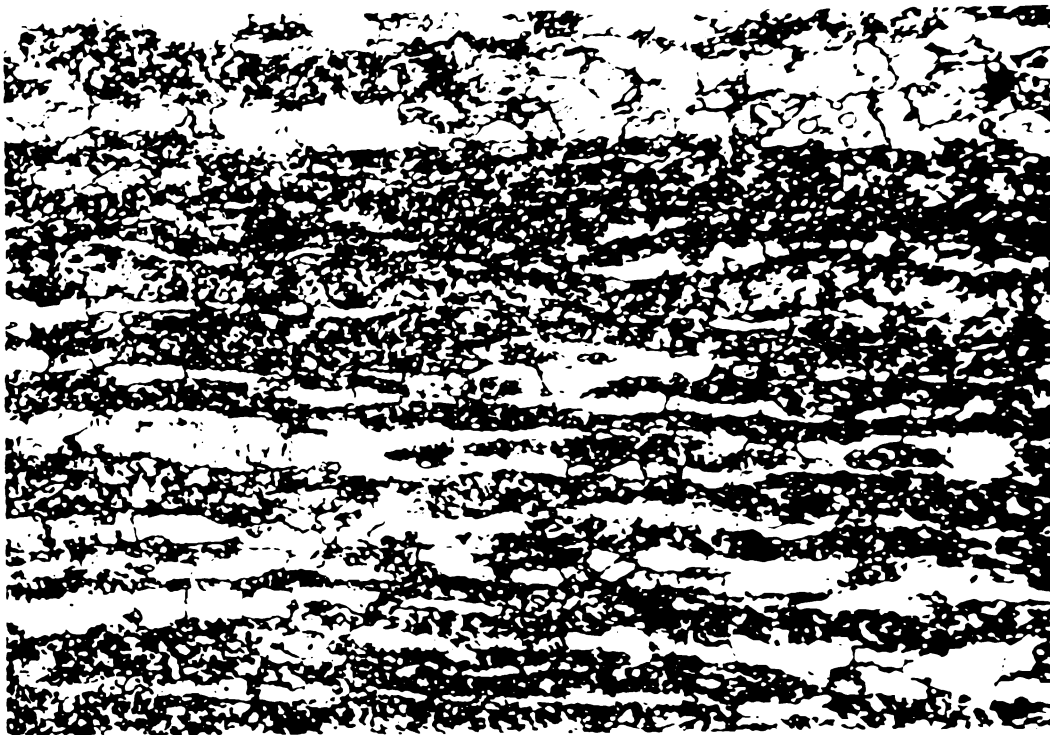


Fig. 3.35 Microstructura tipică a oțelului deformat supus călirii în aer de la 1050 °C, îmbătrânirii primare la 700 °C și revenirii la 450 °C





- b -

x 500

Fig. 3.36 Microstructura tipică a oțelului deformat supus călirii în aer de la 950 °C, îmbatrânirii primare la 700 °C și revenirii la 450 °C

3.6 Investigații cu raze X

Experimentările au fost conduse cu ajutorul difractometrului de raze X "DRON 3" utilizând radiația caracteristică $K\alpha$ a molibdenului ($\lambda = 0,71 \text{ \AA}$). Parametrii de lucru ai instalației au fost: $U = 30 \text{ KV}$ și $I = 3 \text{ mA}$.

Probele testate au fost supuse următoarelor regimuri de tratament termic:

- recoacere pentru omogenizare 1050°C / cuptor urmată de revenire înaltă 630°C / aer ;
- călire pentru punere în soluție de la 1050°C cu răcire în aer ;
- călire 1050°C/aer + refrigerare ($-70\dots-80^{\circ}\text{C}$);
- călire 1050°C/aer + refrigerare ($-70\dots-80^{\circ}\text{C}$) + revenire 450°C/aer ;
- călire pentru punere în soluție de la 950°C cu răcire în aer ;
- călire 950°C/aer + refrigerare ($-70\dots-80^{\circ}\text{C}$) ;
- călire 950°C/aer + refrigerare ($-70\dots-80^{\circ}\text{C}$) + revenire 450°C/aer ;
- călire 1050°C/aer + îmbătrânire primară 700°C/aer ;
- călire 1050°C/aer + îmbătrânire primară 700°C/aer + revenire 450°C/aer ;
- călire 950°C/aer + îmbătrânire primară 700°C/aer ;
- călire 950°C/aer + îmbătrânire primară 700°C/aer + revenire 450°C/aer .

În cele ce urmează se vor prezenta doar rezultatele obținute pe probele provenite din semifabricate forjate. Menționăm faptul că la probele turnate apar rezultate similare din punct de vedere calitativ și diferențe nesemnificative din punct de vedere cantitativ față de cele specifice probelor prelevate din semifabricate deformate.

3.6.1 Analize structurale calitative

Pentru identificarea fazelor care s-au format în funcție de tratamentul aplicat s-a efectuat investigația probelor în domeniul unghiular $2\theta \in (7^{\circ}\dots66^{\circ})$. Viteza de deplasare a detectorului a fost de $1^{\circ}/\text{min}$, iar viteza de deplasare a hârtiei a fost de 300mm/h . Având în vedere metoda utilizată s-a constatat că din punct de vedere structural toate cele unsprezece stări structurale conțin în principal martensită și austenită [].

Deoarece linia (111) a austenitei și linia (110) a martensitei prezente în vecinătatea unghiului $2\theta = 20^{\circ}$, au intensitățile mult mai mari decât celelalte linii, pentru evidențierea clară a tuturor liniilor de difracție, în intervalul unghiular $2\theta \in (7^{\circ}\dots22^{\circ})$ fanta din fața detectorului

a avut o deschidere mică, astfel ca aceste linii să ia valoarea maximă, iar în intervalul unghiular $2\theta \in (22^\circ \dots 66^\circ)$, aceasta fantă a fost deschisă la o astfel de valoare încât linia (220) a austenitei și linia (211) a martensitei să ia valoarea maximă.

Exemplificarea difractogramelor celor 11 stări de tratament se prezintă în figurile 3.37...3.47.

Martenita a fost evidențiată prin prezența liniilor de difracție: (110) la $2\theta = 20,34^\circ$; (200) la $2\theta = 28,78^\circ$; (211) la $2\theta = 35,20^\circ$; (220) la $2\theta = 40,88^\circ$; (310) la $2\theta = 46,22^\circ$; (222) la $2\theta = 51,12^\circ$; (321) la $2\theta = 55,37^\circ$; (330) la $2\theta = 63,41^\circ$. Austenita a fost pusă în evidență prin prezența liniilor de difracție: (111) la $2\theta = 19,65^\circ$; (200) la $2\theta = 22,74^\circ$; (220) la $2\theta = 32,46^\circ$; (311) la $2\theta = 38,20^\circ$; (222) la $2\theta = 40,03^\circ$; (400) la $2\theta = 46,08^\circ$; (420) la $2\theta = 52,55^\circ$; (422) la $2\theta = 58,1^\circ$; (333) la $2\theta = 61,72^\circ$.

Analiza acestor spectre de difracție atestă că din punct de vedere calitativ proporția în care se găsesc cele două faze constitutive preponderente în microstructura probelor, este dependentă de regimul de tratament termic aplicat.

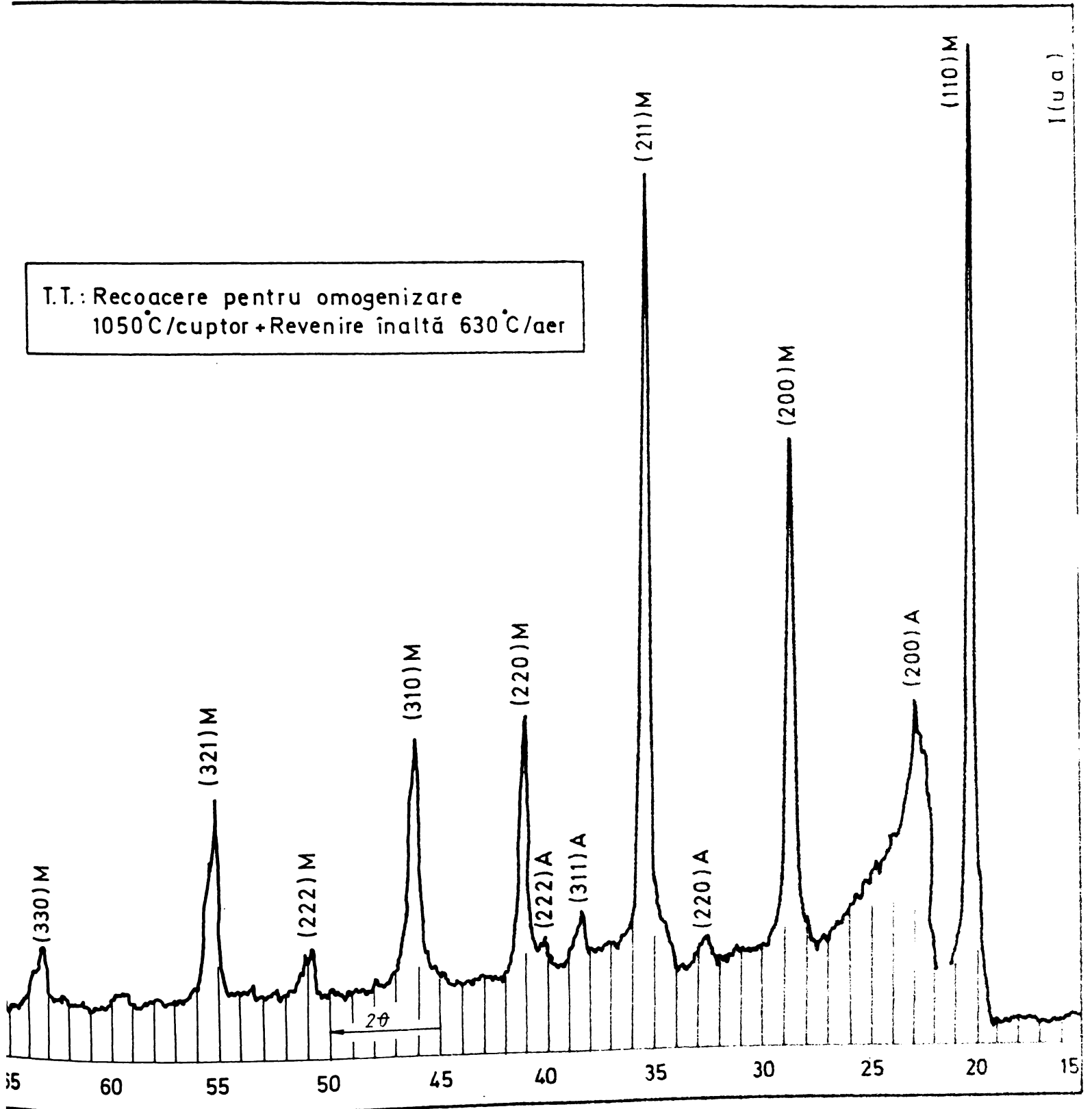


Fig.3.37

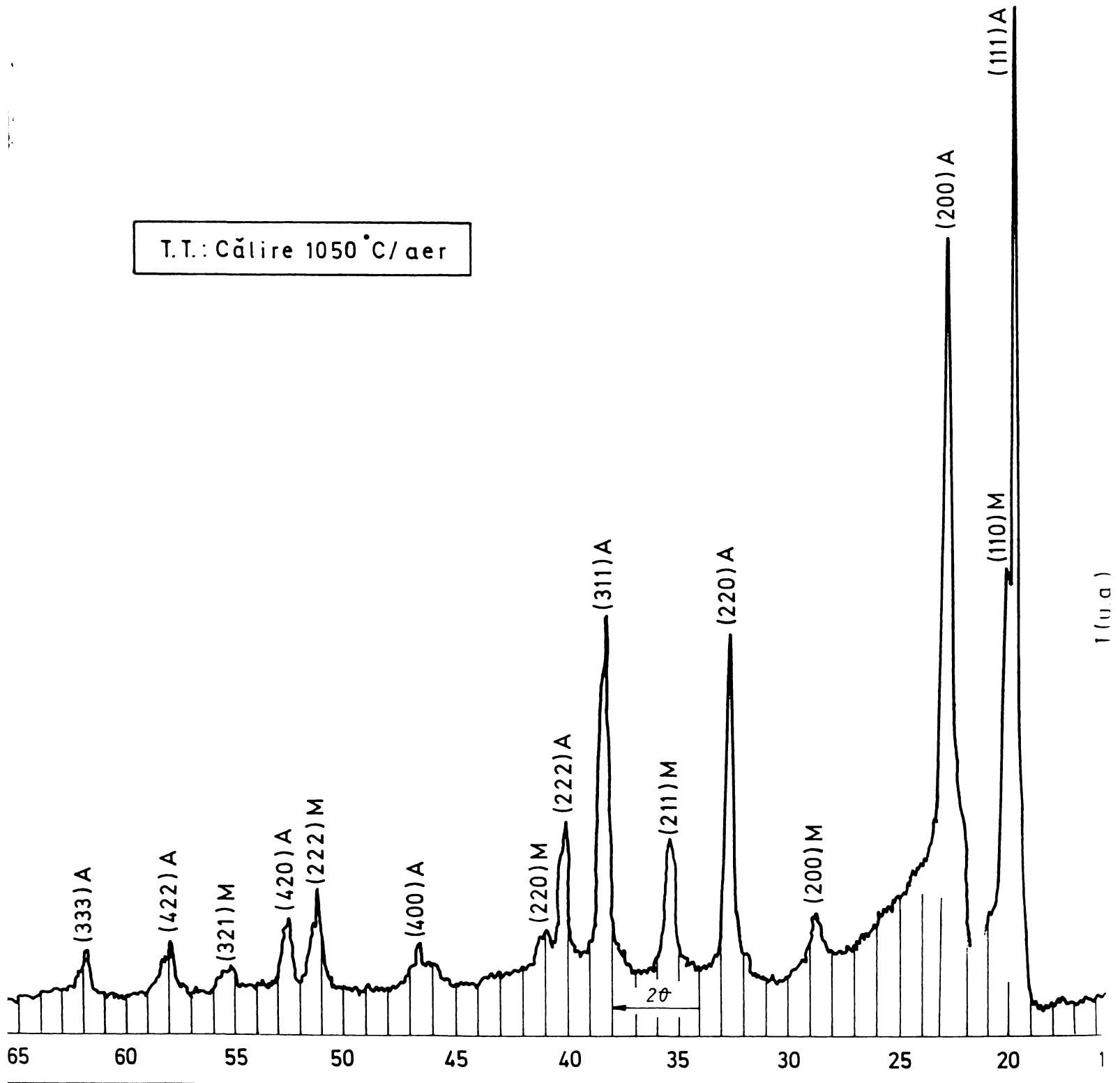


Fig.3.38

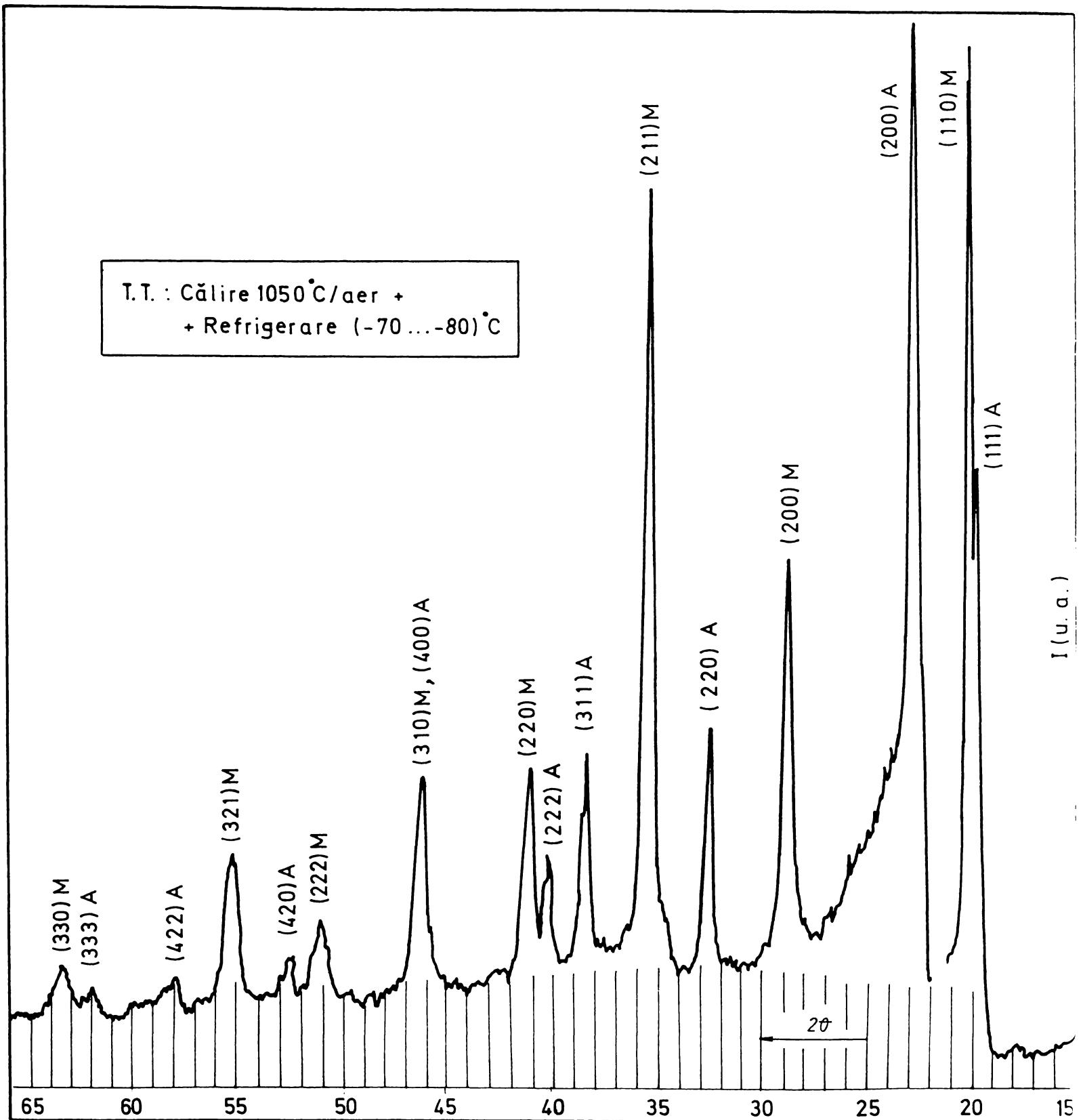


Fig.3.39

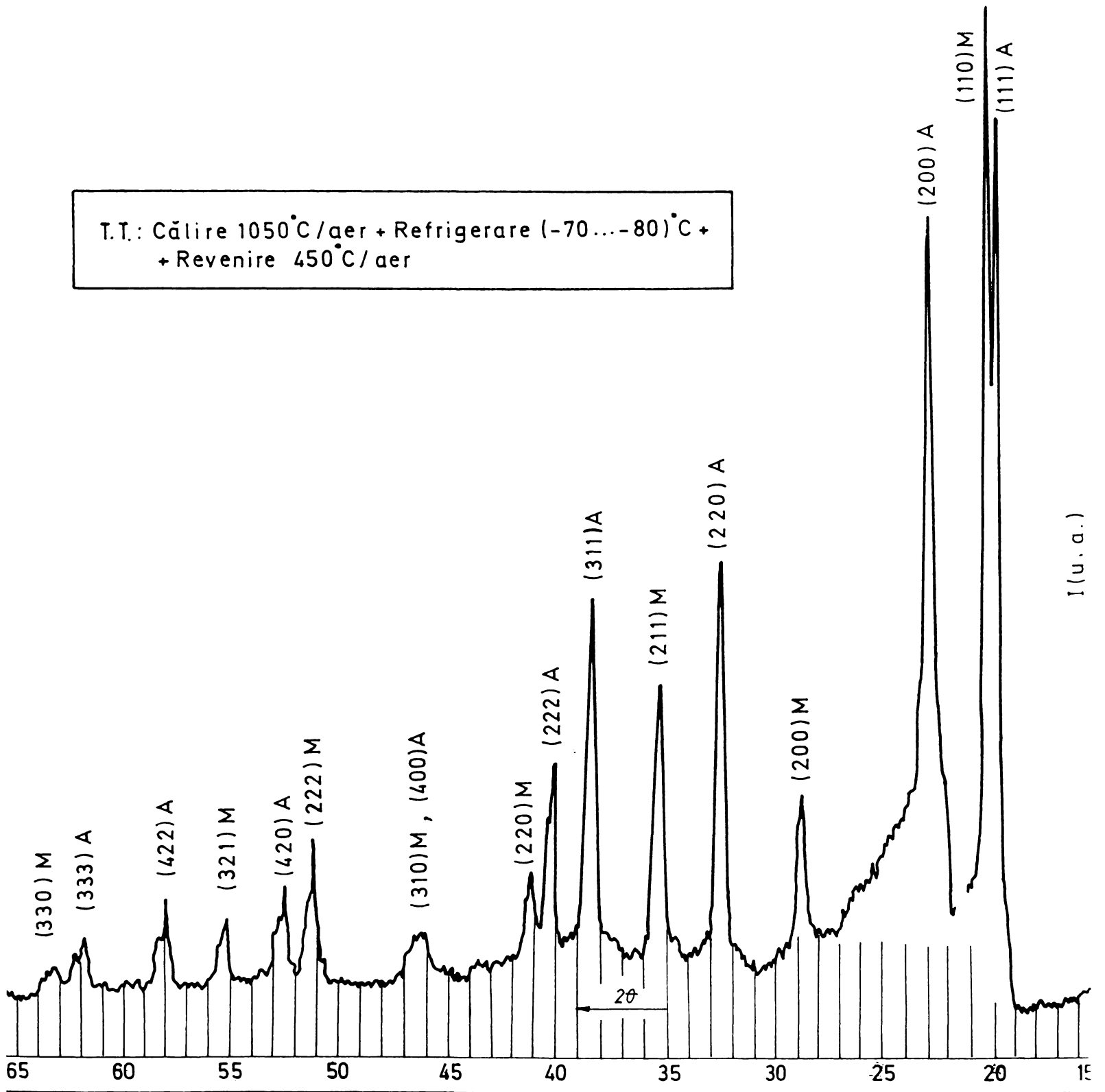


Fig.3.40

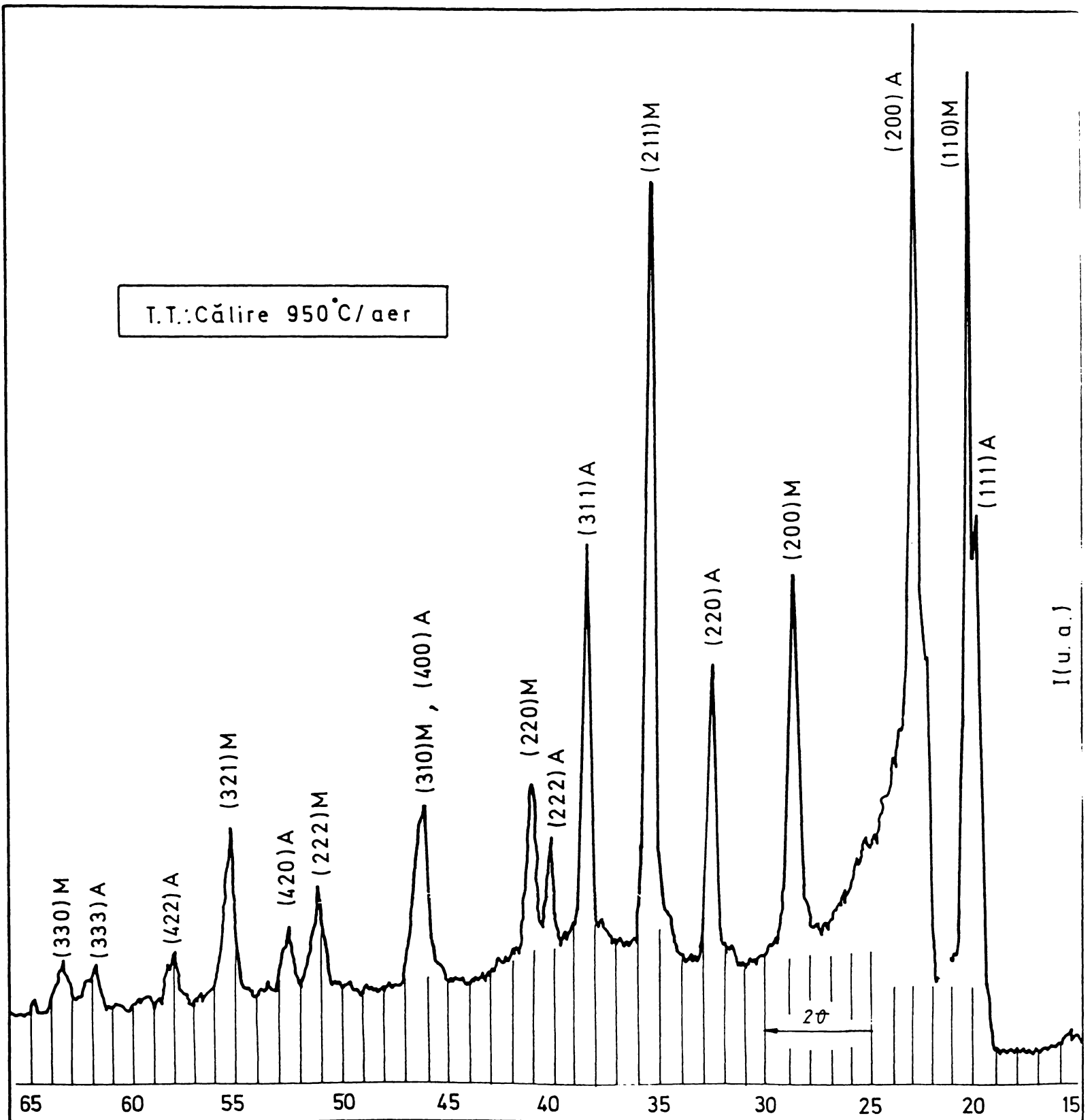


Fig.3.41

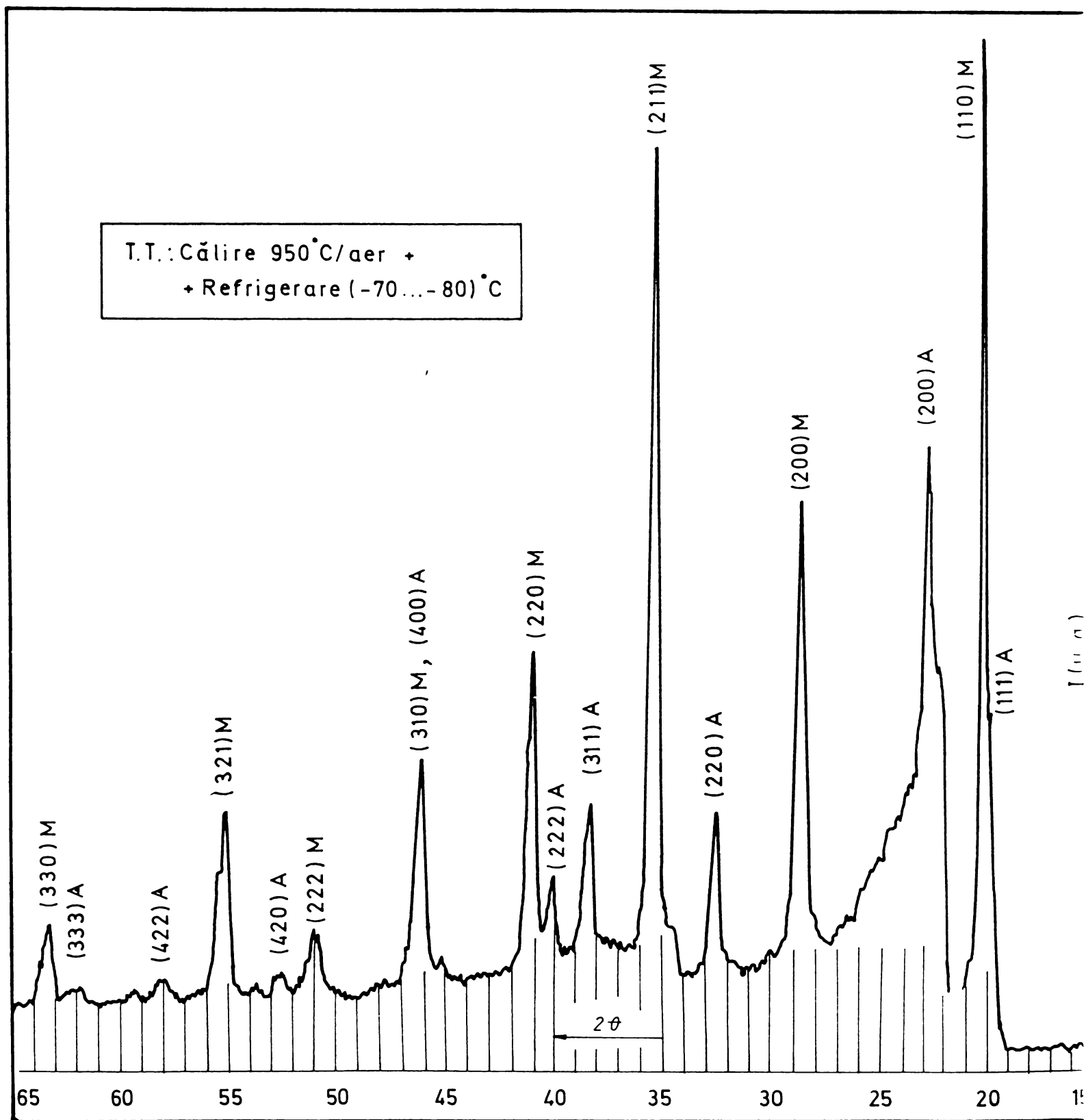


Fig.3.42

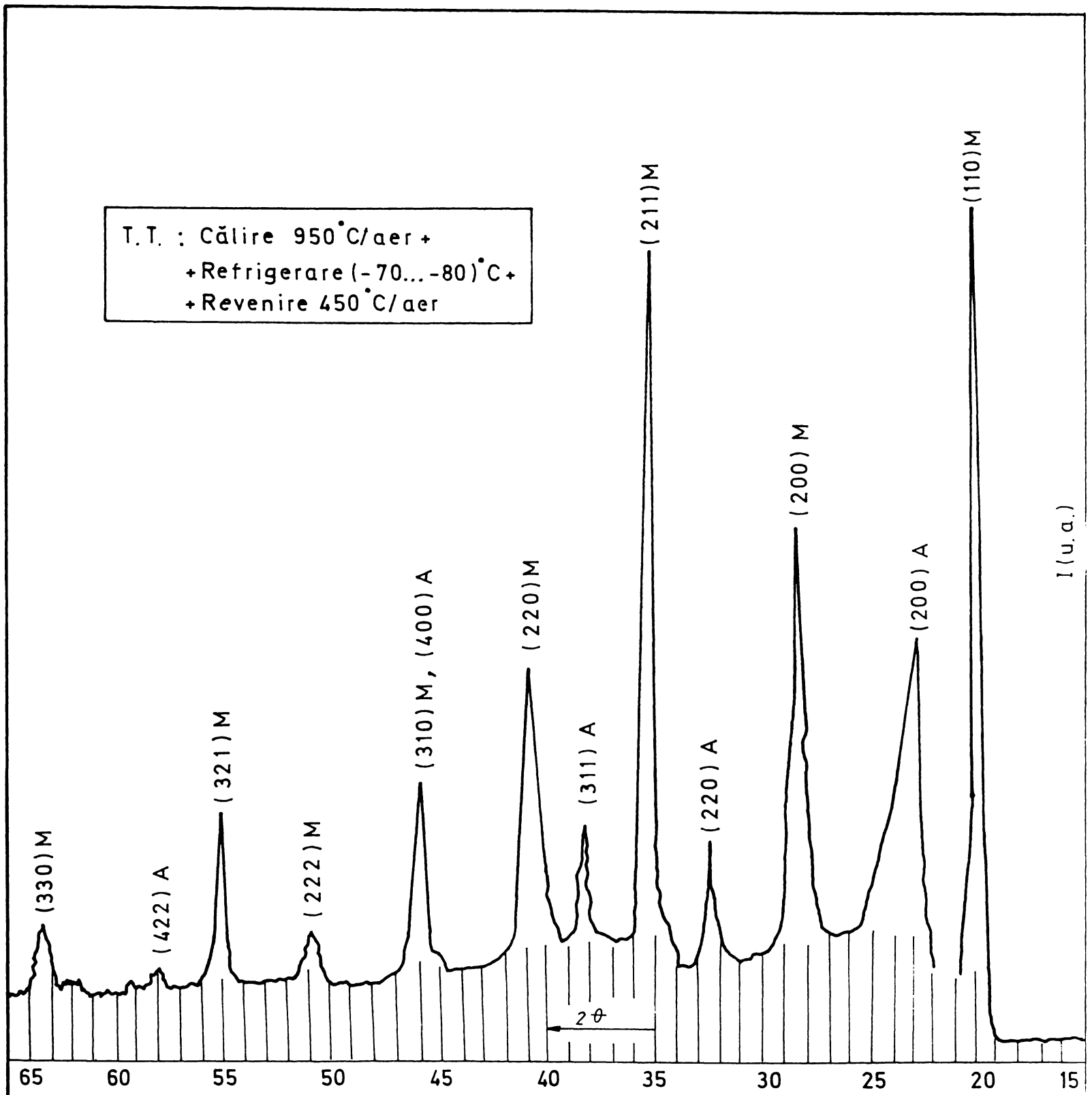


Fig.3.43

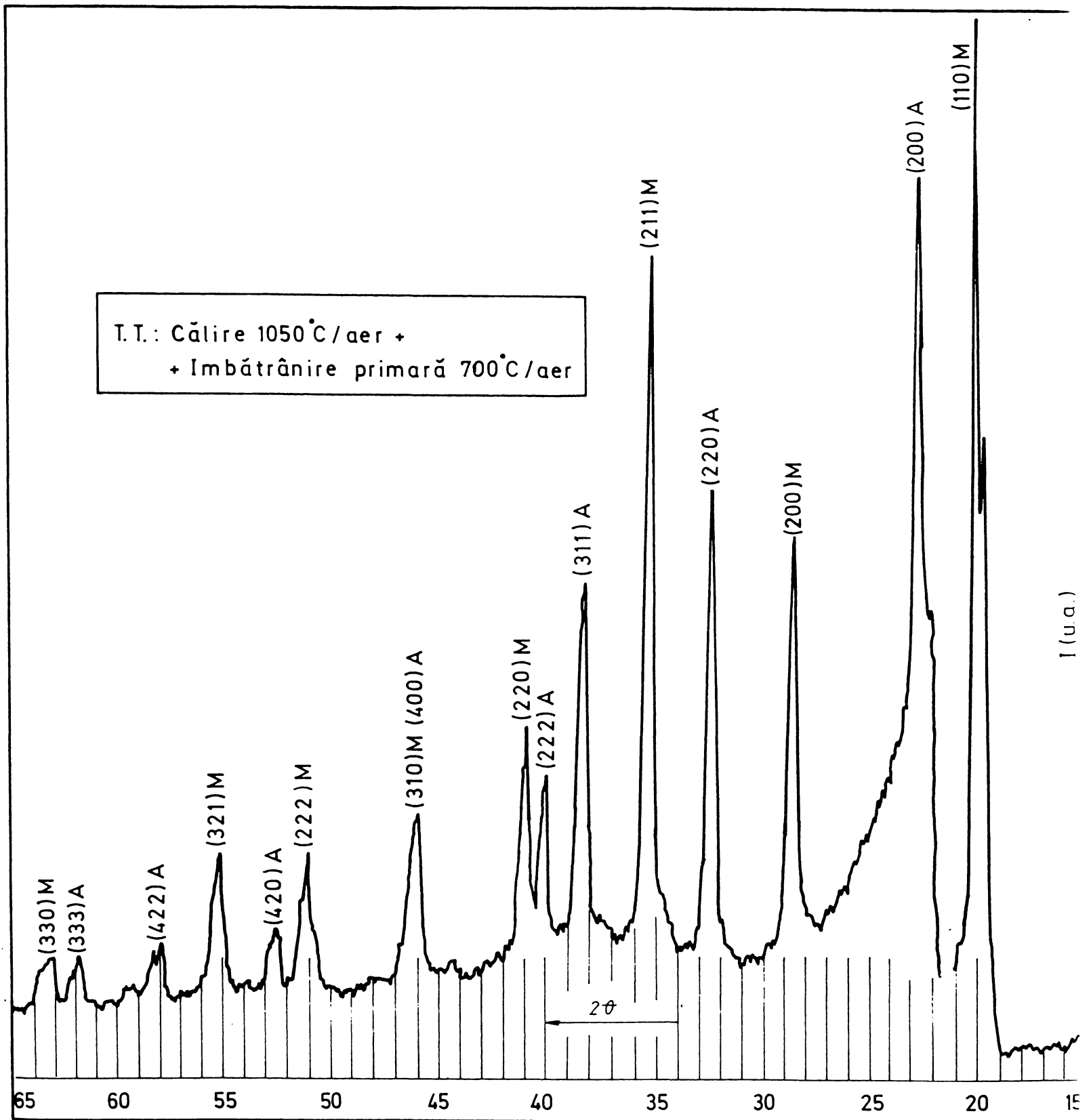


Fig.3.44

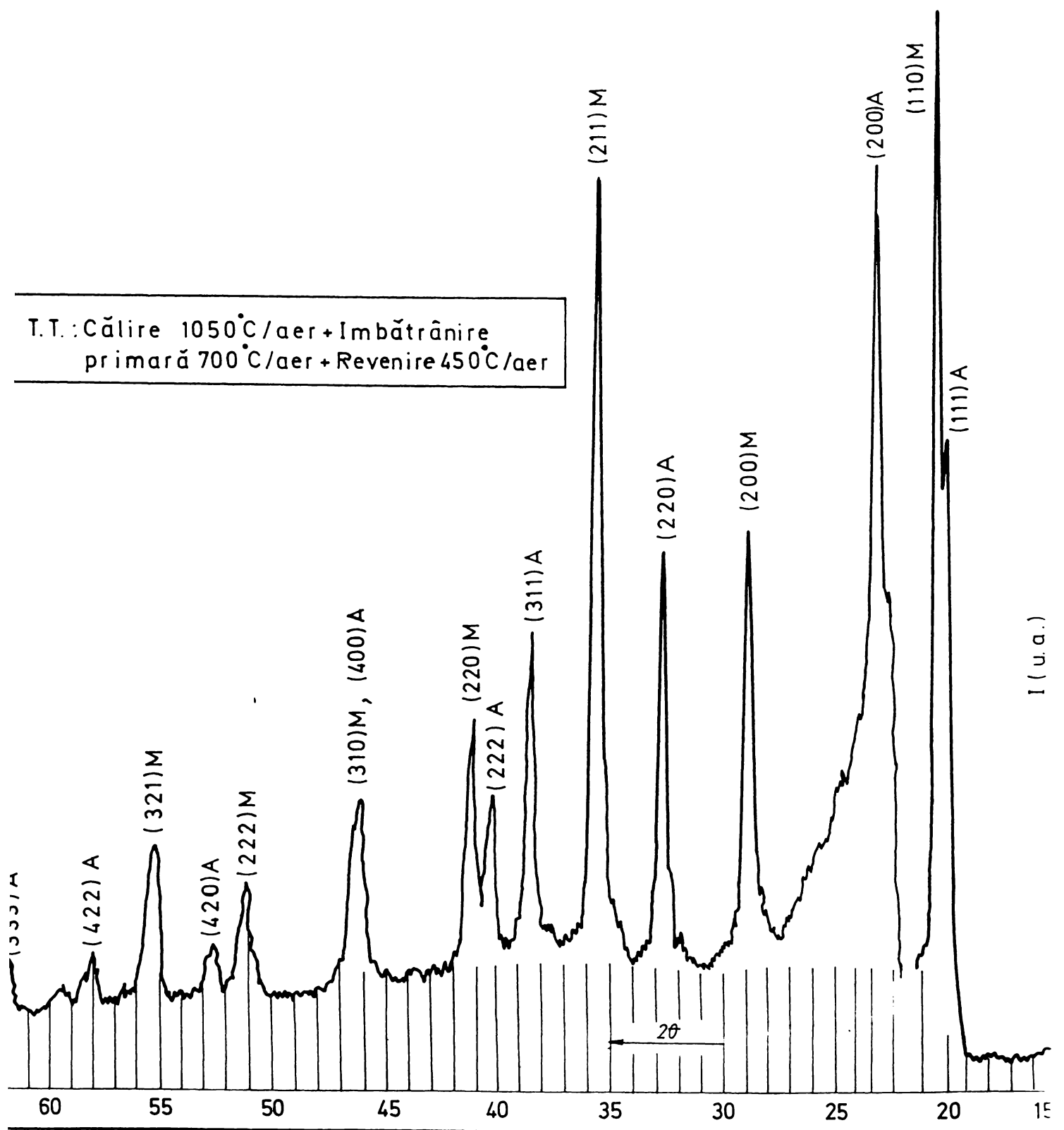


Fig.3.45

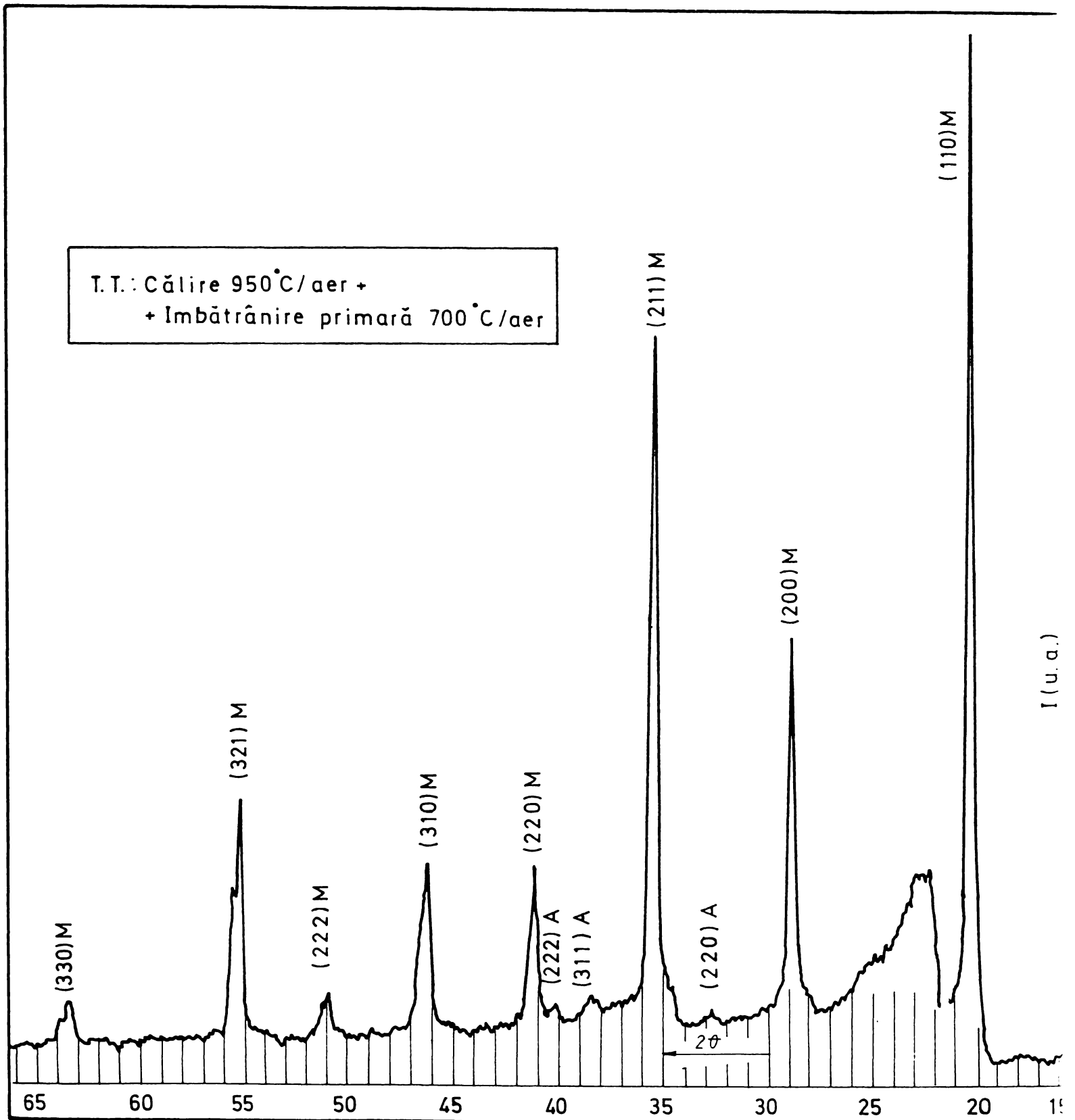


Fig.3.46

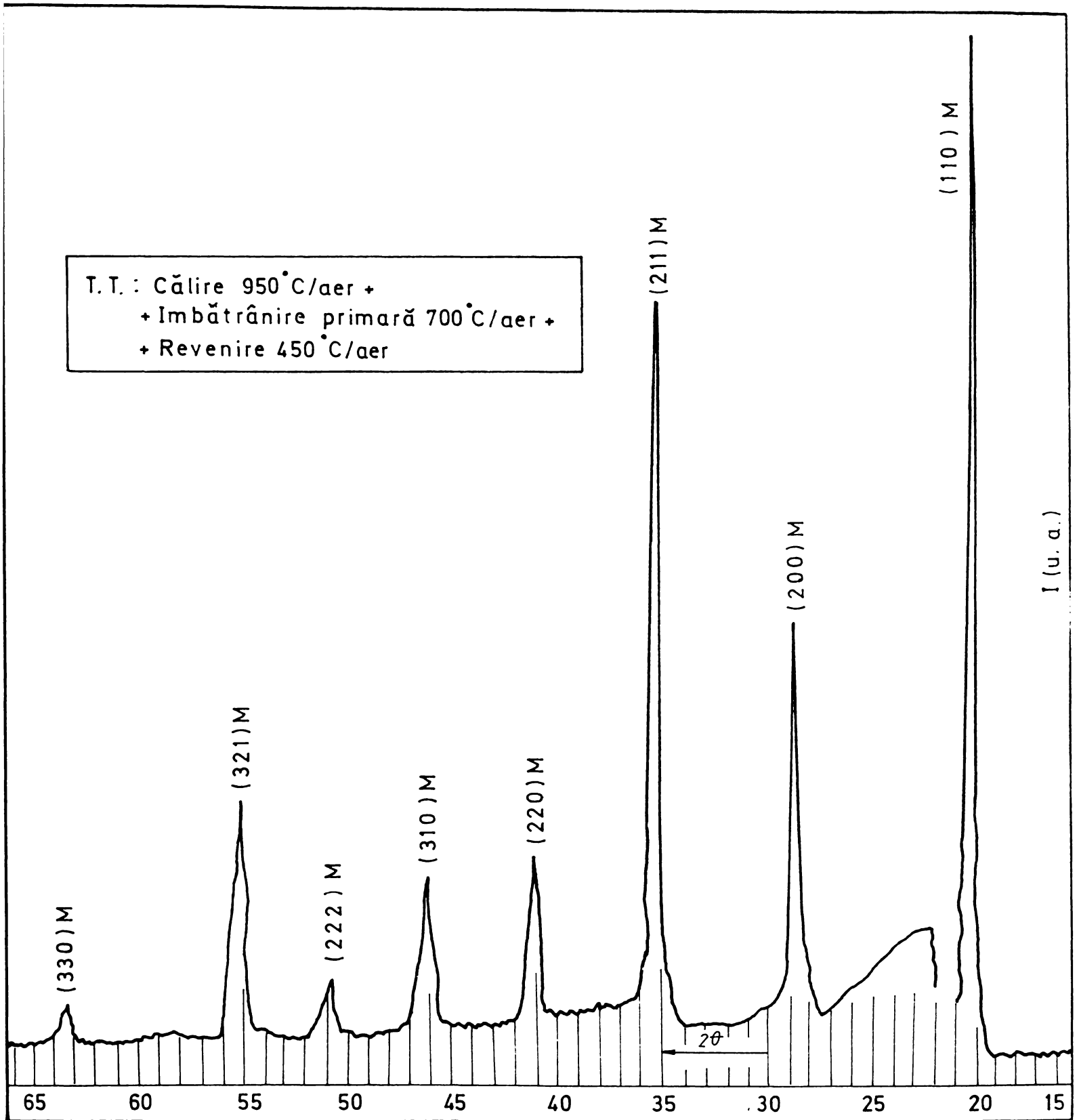


Fig.3.47

3.6.2 Determinarea cantității de austenită netransformată

În vederea determinării cantității de austenită netransformată s-a utilizat linia (211) a martensitei și linia (311) a austenitei.

De menționat că utilizarea radiației $Mo K\alpha$, prezintă avantajul adâncimii mari de pătrundere (0,25mm) a acesteia în material, deci conferă rezultate sigure în privința determinării cantității de austenită din stratul de suprafață, și o precizie mare de determinare cantitativă a acesteia, sub 1%, fapt care poate fi asigurat de o bună aliniere a difractometrului.

Calculul procentului de austenită în acest caz se realizează cu ajutorul relației :

$$\% A = [I_A / (I_A + 3,38 I_M)] \times 100, \%$$

unde I_A și I_M reprezintă intensitățile integrale ale liniei de austenită, respectiv de martensită.

În vederea determinării cantității de austenită, respectiv cantității de martensită au fost ridicate difractograme, cinci pentru fiecare probă, în intervalul unghiular $2\theta \in (34^\circ \dots 42^\circ)$ în care se găsesc cele două linii, a austenitei (311), respectiv a martensitei (211). Pentru mărirea gradului de precizie al determinărilor s-a ales viteza detectorului de 1° și viteza hârtiei de 720 mm/h. Pentru exemplificarea aspectului acestor linii, prezentăm câte o difractogramă pentru fiecare regim de tratament în figurile 3.48...3.58.

În urma determinărilor efectuate, prin măsurarea intensității integrale a liniilor menționate, de austenită și de martensită, și medierea rezultatelor celor cinci măsurători, în cazul fiecărui ciclu de tratament, au rezultat valorile cantității de austenită și martensită pe care le prezentăm în histogramele din figurile 3.59...3.60.

Rezultatele obținute vin să confirme investigațiile metalografice privind modalitățile de promovare a transformării martensitice fie printr-o călire la temperaturi scăzute, fie printr-un tratament de îmbătrânire primară pentru destabilizarea austenitei.

S-a arătat anterior că valoarea punctului critic M_s poate fi modificată semnificativ de temperatura de încălzire pentru punere în soluție. Astfel, o temperatură de încălzire mai scăzută (950°C) se manifestă printr-o concentrație mai redusă în carbon și în elemente de aliere pentru austenită, deci printr-o ridicare a punctului critic M_s și în consecință o proporție mai redusă de austenită netransformată (cca. 25%).

Din contră, o temperatură de austenitizare de 1050°C , provoacă dizolvarea în mai mare măsură a carburilor și a altor combinații chimice în austenită, respectiv se produce o deplasare a punctului critic M_s la o valoare apropiată de cea a camerei și ca urmare va apare

o creștere a stabilității la transformare a austenitei subrăcite; se poate observa că în urma călirii în aer de la 1050°C cantitatea de austenită netransformată este de circa 70%.

Tratamentul de călire la temperaturi scăzute a fost condus într-un mediu refrigerent compus din zăpadă carbonică și eter de petrol având o temperatură cuprinsă între -70 și -80°C.

Analizele cantitative cu raze X arată că în urma acestui tratament la probele austenitizate la 950°C, cantitatea de austenită netransformată este de cca.20% iar la cele austenitizate la 1050°C, aceasta este de cca.29%. Examinările sclerometrice au demonstrat că prin acest tratament la prima categorie de probe apare o creștere de duritate de 20,3%, iar la a doua categorie de probe, sporul de duritate este de 44,7%. De aici se desprinde concluzia că prin călire la temperaturi scăzute, la probele austenitizate la 1050°C se favorizează transformarea unei proporții mai mari de austenită în martensită. Totuși, trebuie să remarcăm faptul că și după tratamentul de refrigerare se păstrează în microstructură o proporție însemnată de austenită netransformată, care va fi benefică pentru obținerea unor bune caracteristici de tenacitate și ductilitatea ale oțelului.

Deoarece tratamentul de călire la temperaturi scăzute este mai dificil de aplicat în practica industrială îndeosebi la piese cu dimensiuni mari de gabarit, s-a încercat stimularea transformării martensitice printr-o îmbătrânire primară la 700°C realizată după călirea pentru punere în soluție.

Acest tratament favorizează precipitarea intensă a carburilor $M_{23}C_6$ și prin aceasta are loc o micșorare a concentrației în carbon și în crom a austenitei ; ca rezultat, temperatura M_s va fi mai ridicată, iar prin răcire în aer de la temperatura de îmbătrânire primară la cea a camerei se va promova transformarea unei părți din austenita metastabilă în martensită.

Existența în microstructură alături de austenita metastabilă a unei cantități mici de ferită δ va mări viteza de precipitare a carburilor $M_{23}C_6$ și deci procesul de îmbătrânire primară va fi favorizat. Acest fenomen se explică prin creșterea suprafețelor de separare dintre austenită și ferită δ , acestea constituind nuclee de precipitare a carburilor $M_{23}C_6$, iar transformarea austenitei cu un conținut mai redus în carbon și în elemente de aliere (punctul M_s va fi mai ridicat) va fi ușurată. Modificarea temperaturii de austenitizare între 950 și 1050°C face ca proporția de austenită netransformată rezultată după îmbătrânirea primară la 700°C să varieze între 12 și 30%.

În fine, tratamentul final de revenire la 450°C provoacă un proces de durificare prin precipitare, iar schimbările cantitative ale austenitei netransformate sunt ne semnificative. În

concluzie, putem aprecia că analizele cu raze X privind efectul tratamentului aplicat asupra cantității de austenită netransformată din oțelul analizat sunt în deplină concordanță cu examinările sclerometrice și investigațiile metalografice.

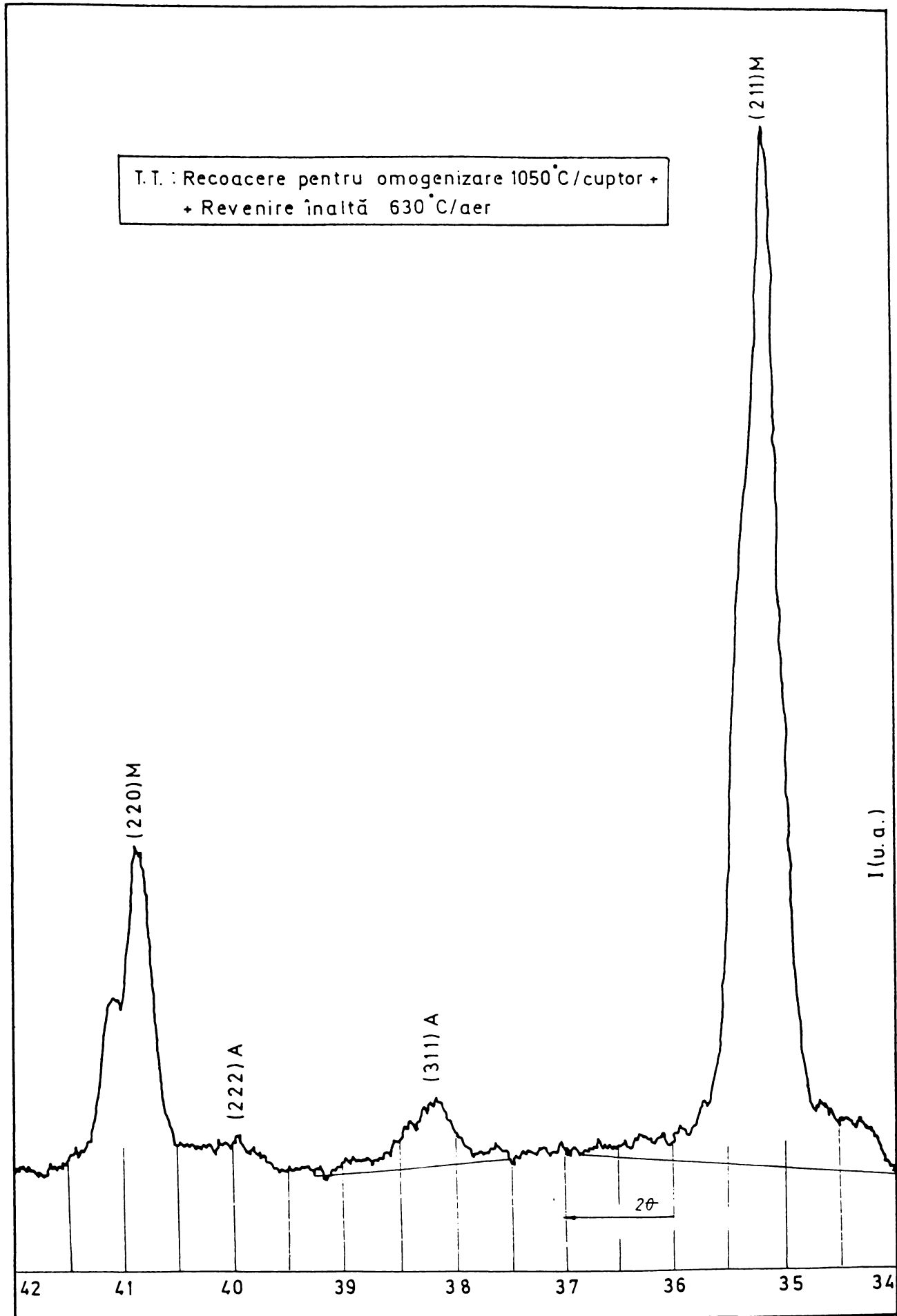


Fig.3.48

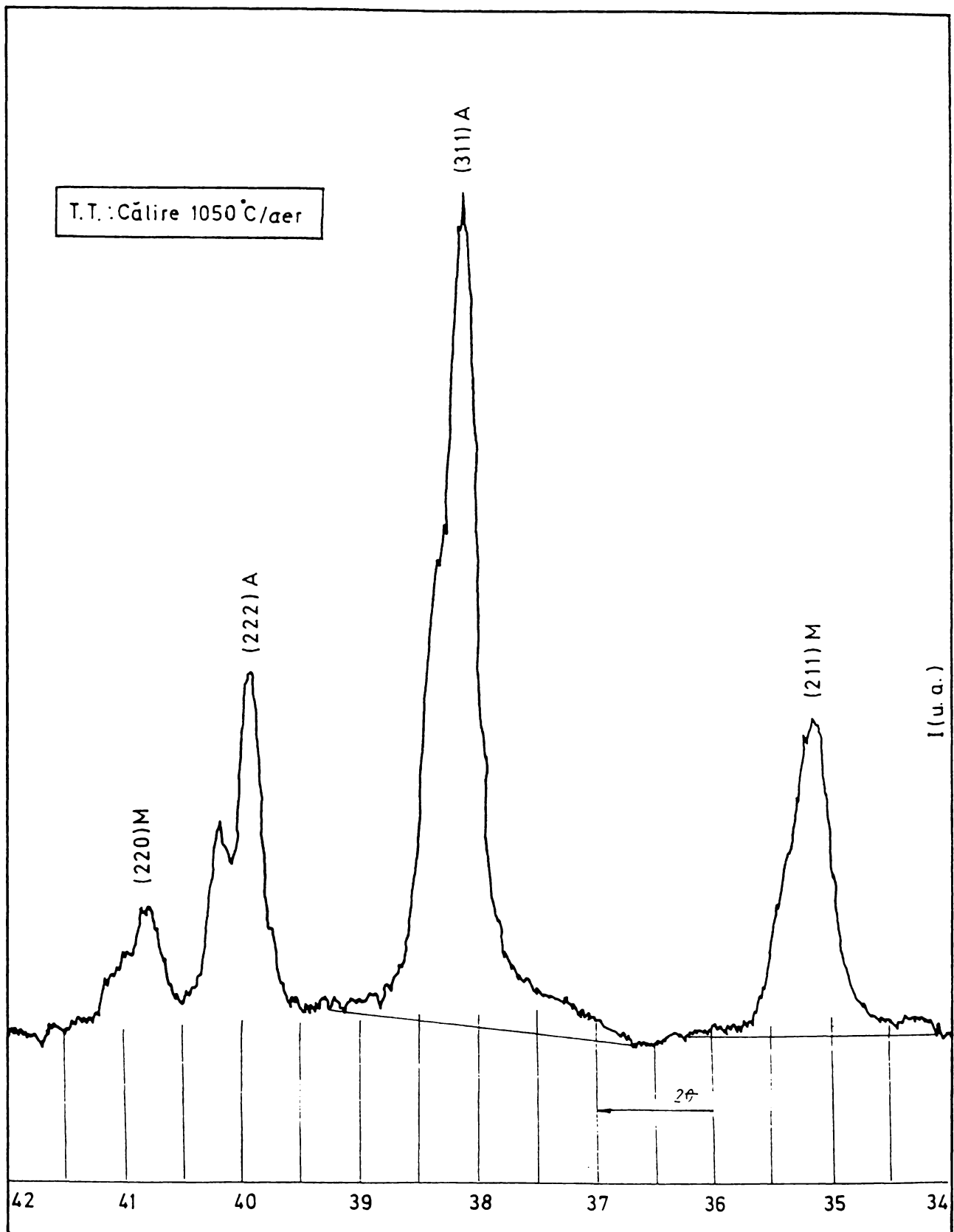


Fig.3.49

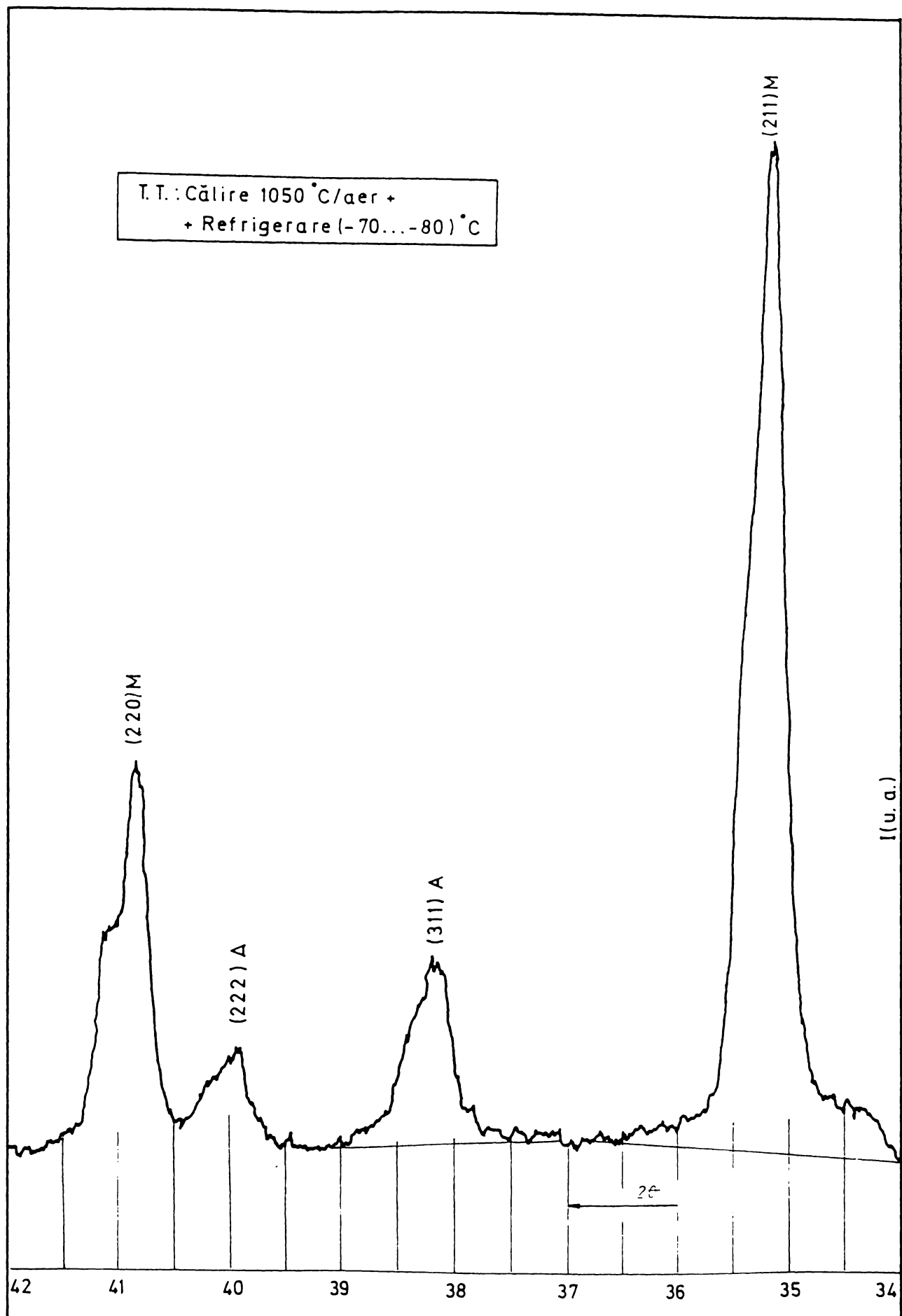


Fig.3.50

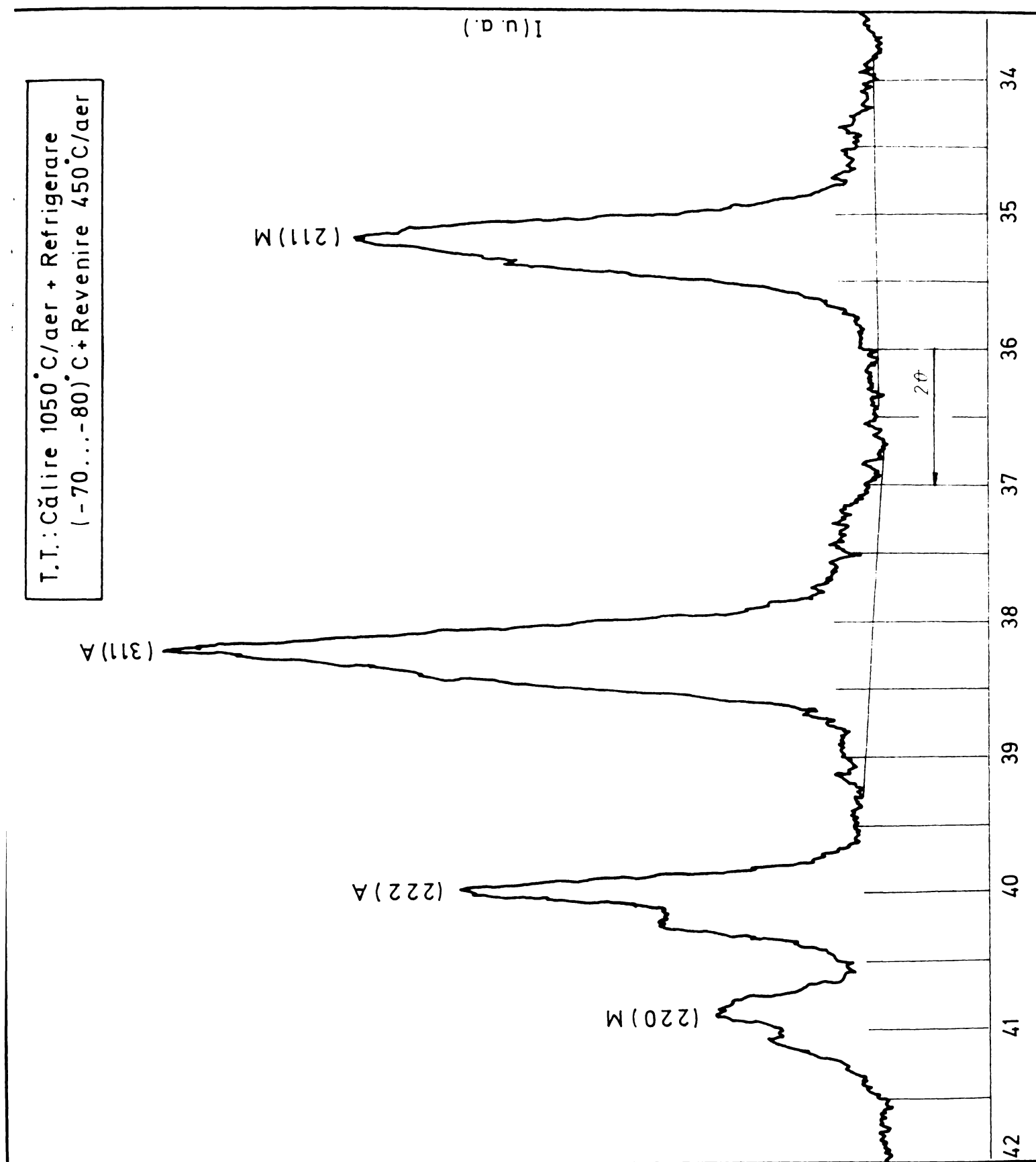


Fig.3.51

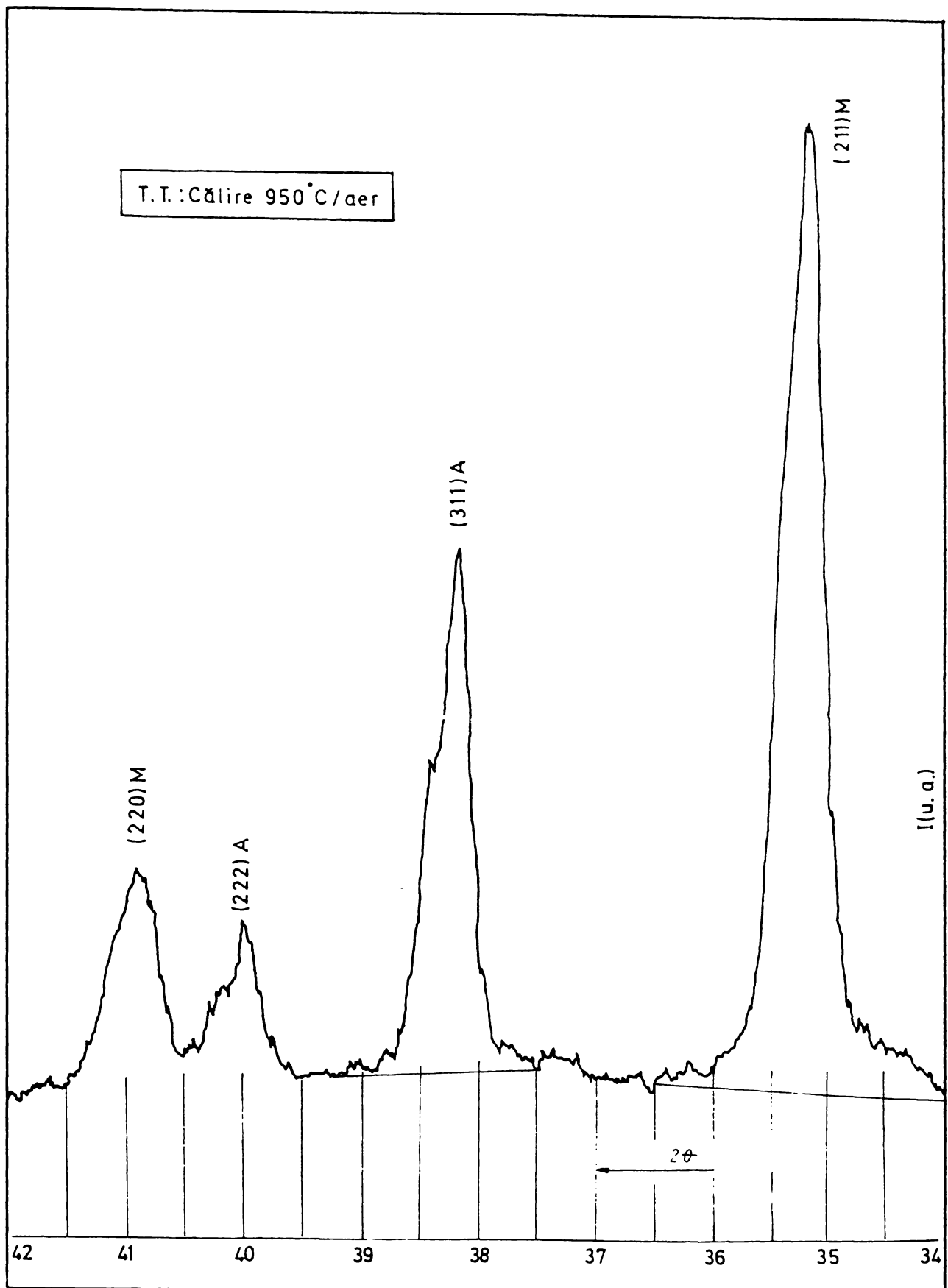


Fig.3.52

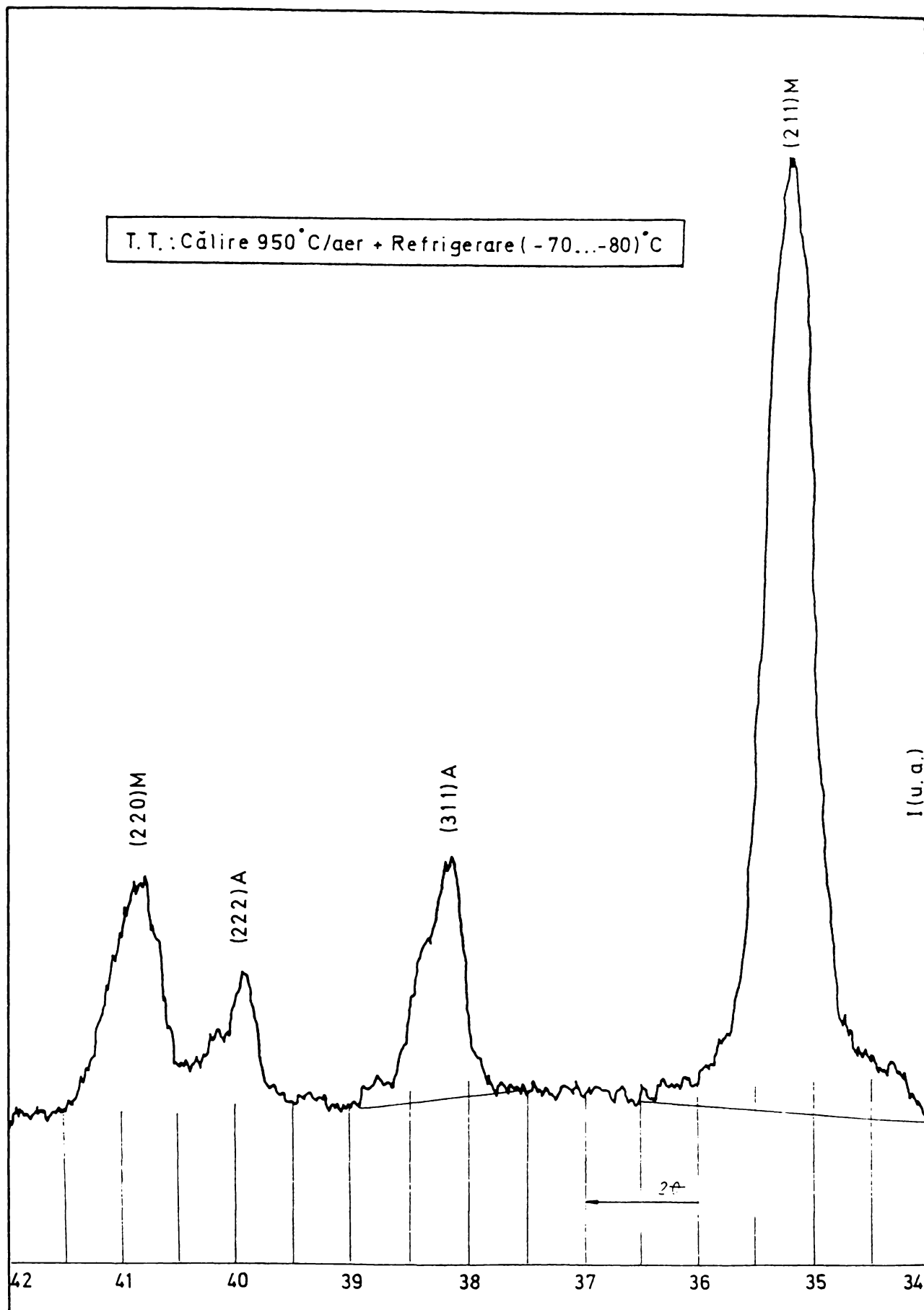


Fig.3.53

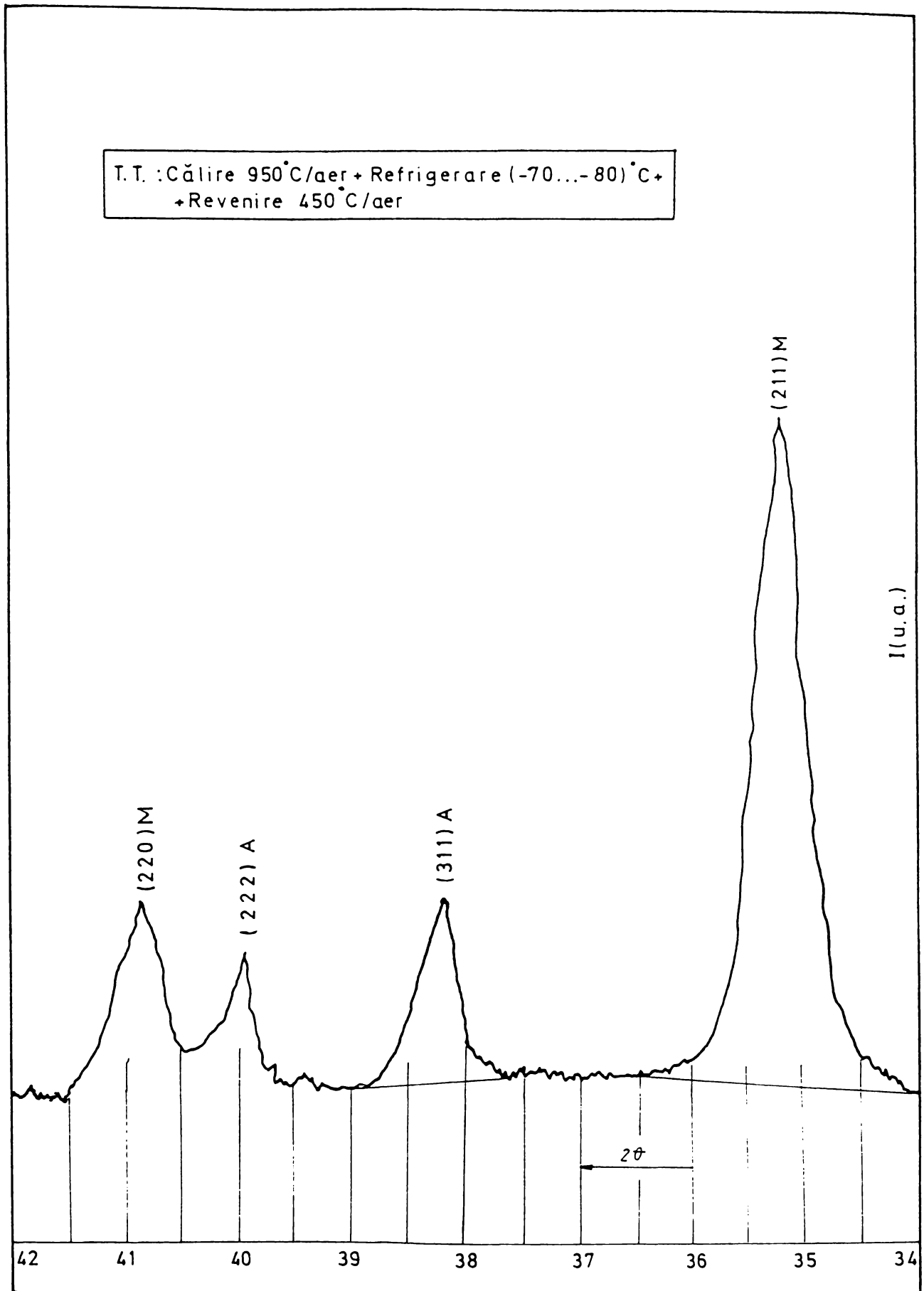


Fig.3.54

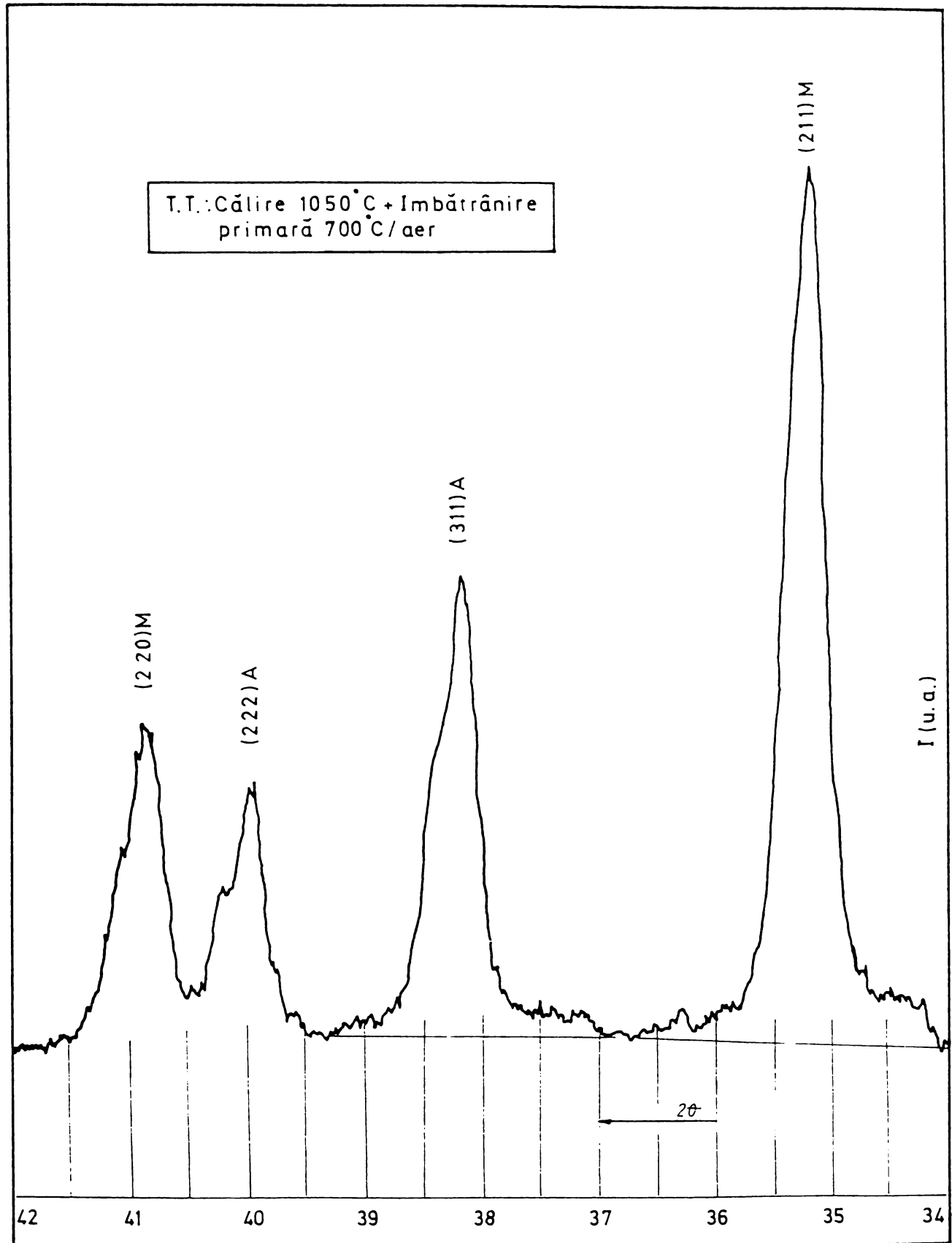


Fig.3.55

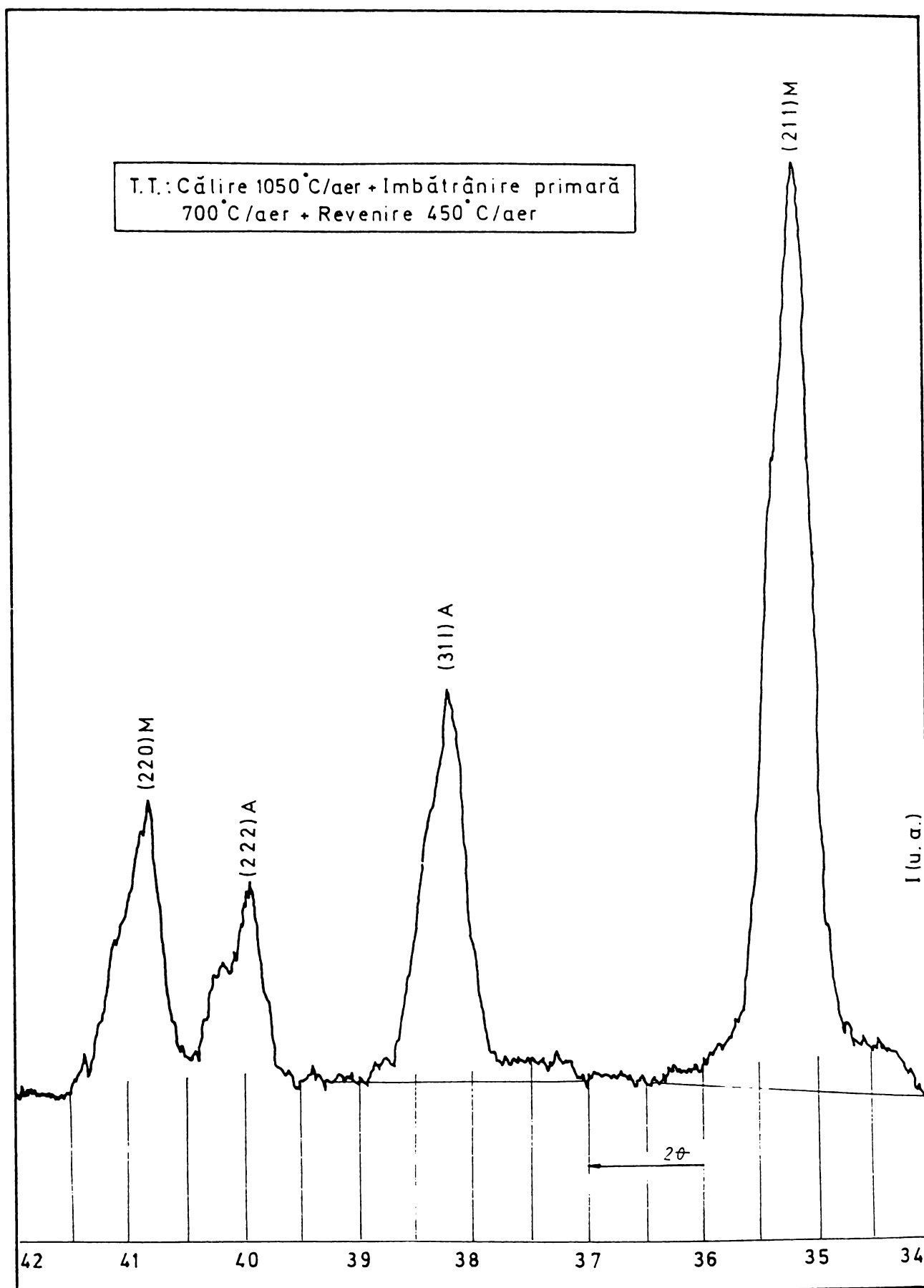


Fig.3.56

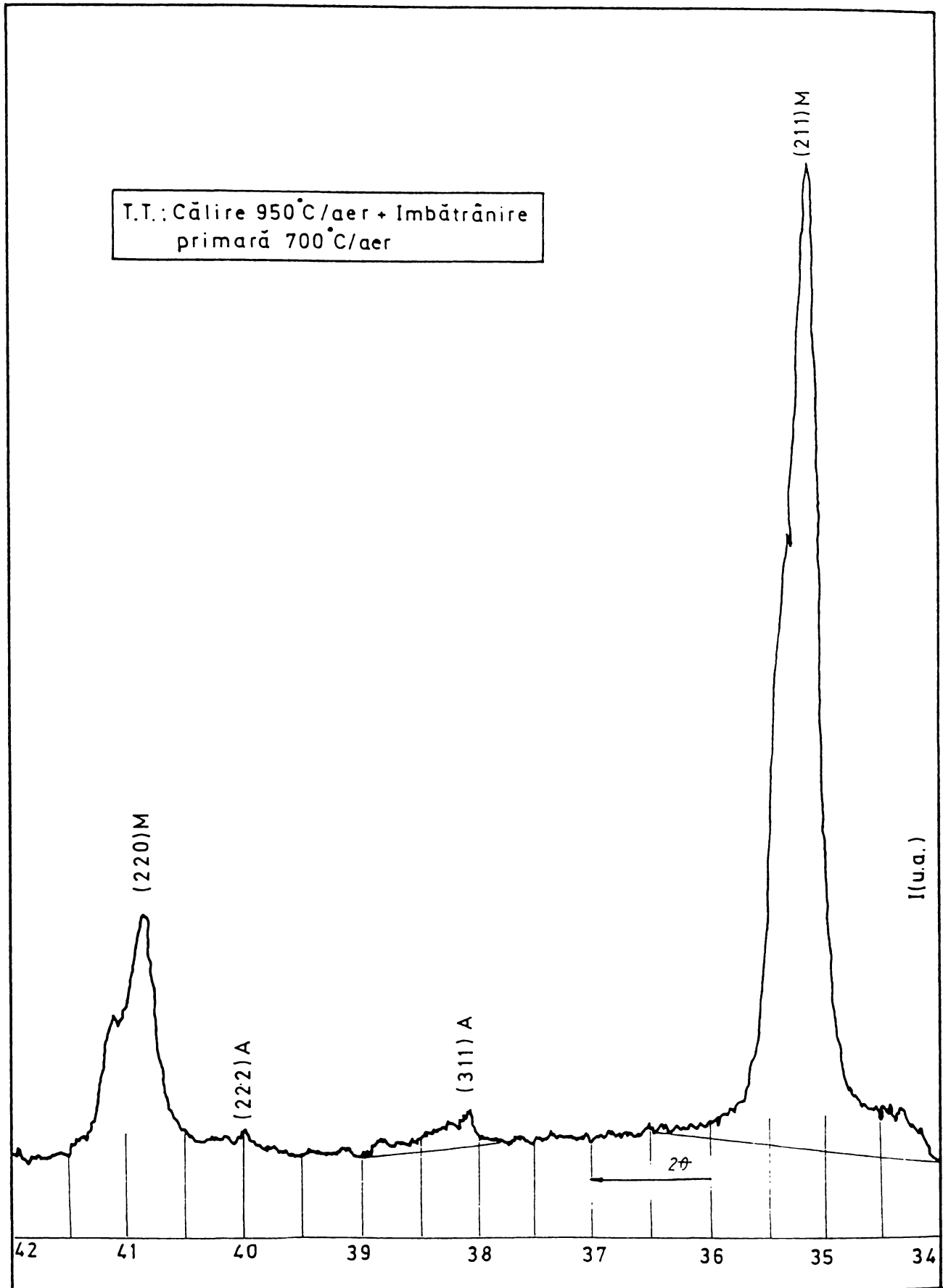


Fig.3.57

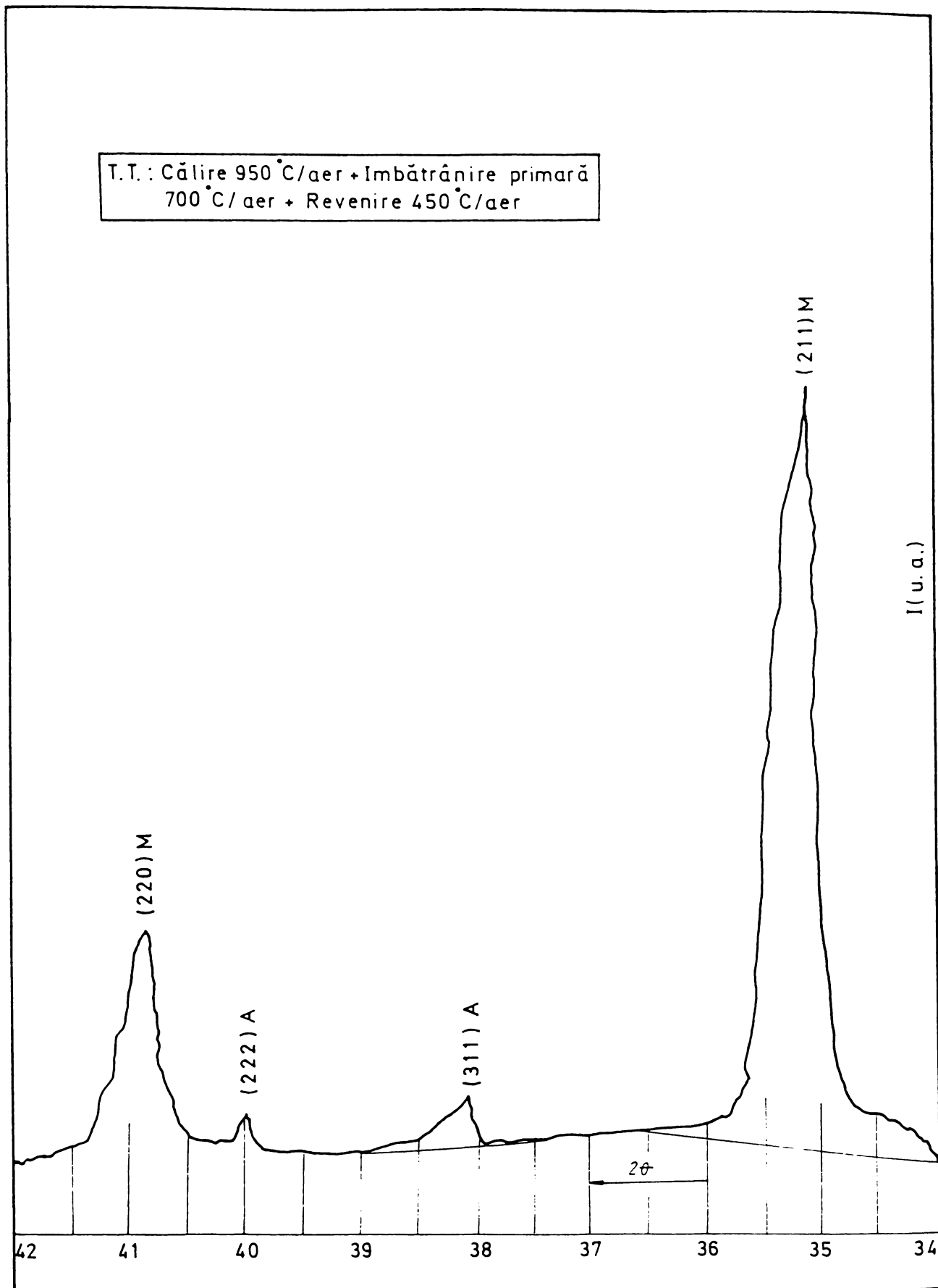
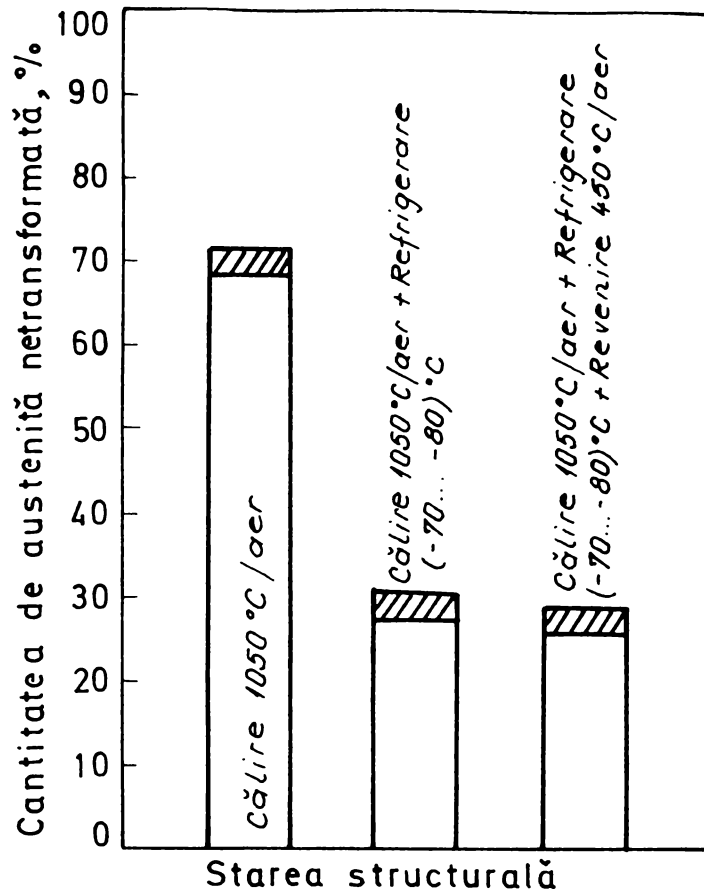
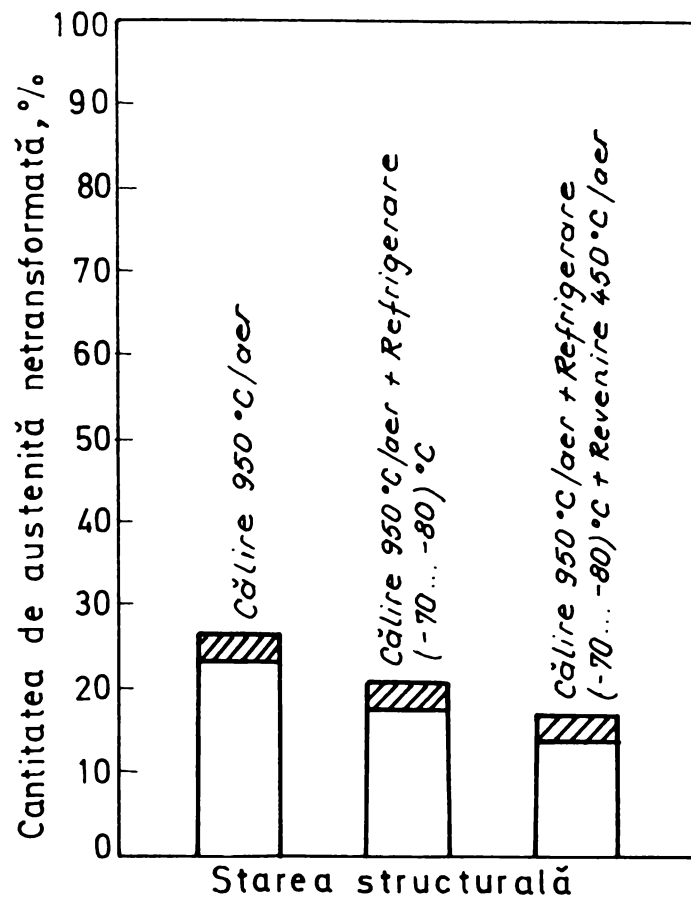


Fig.3.58

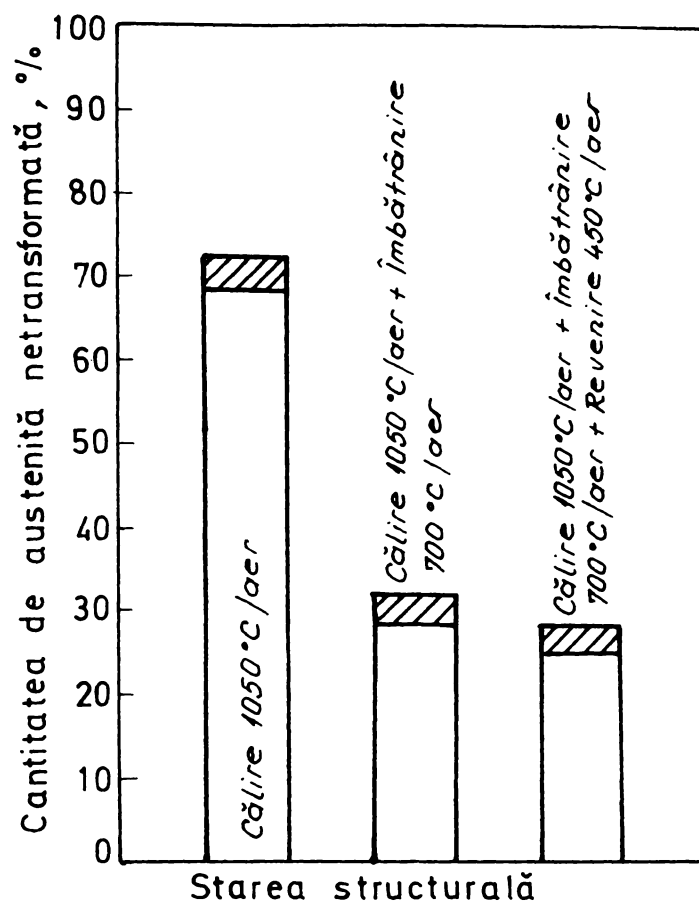


- a -

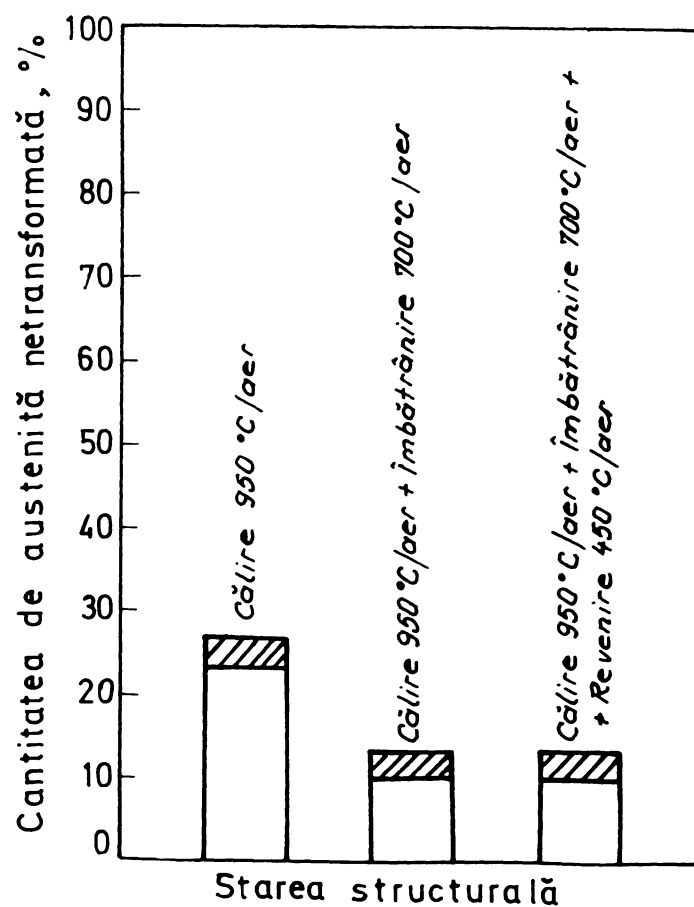


- b -

Fig.3.59 Efectul temperaturii de austenitizare, al călirii la temperaturi scăzute și al revenirii asupra proporției de austenită netransformată



- a -



- b -

Fig.3.60 Efectul temperaturii de austenitizare, al îmbătrânirii primare și al revenirii asupra proporției de austenită netransformată

3.6.3 Determinarea tensiunilor interne de ordinul al II - lea

Având în vedere că modificarea proporțiilor celor două faze predominante, austenita și martensita, în cazul celor unsprezece stări de tratament s-a produs în limite foarte largi, pentru fundamentarea transformărilor fazice și structurale a fost necesară determinarea valorilor tensiunilor interne de ordinul al II lea.

După cum se cunoaște aceste tensiuni sunt localizate la scară microscopică la nivel de blocuri în mozaic.

Determinarea lor are la bază efectul de lărgire a liniilor cauzat de existența simultană în rețeaua unui bloc în mozaic, atât a unei întinderi cât și a unei comprimări a rețelei cristaline.

Astfel, din punct de vedere al difracției cu raze X, comprimarea, care presupune plane în care $d_{hkl} = d_0 - \Delta d$, conduce la o microdeplasare a liniei de difracție spre stânga, iar întinderea, care presupune plane în care $d_{hkl} = d_0 + \Delta d$, conduce la o microdeplasare a acesteia spre dreapta. Compunerea celor două efecte, asupra aceleiași linii de difracție, are ca efect lărgirea acesteia.

În cazul de față prezența tensiunilor de ordinul II a condus la variația relativă a parametrului rețelei cristaline $\Delta a / a$. Conform legii lui Hooke, din teoria elasticității, tensiunea σ este proporțională cu această deformație relativă a parametrului de rețea:

$$\sigma = -(\Delta a / a) \cdot (E / \mu)$$

unde E este modulul lui Young, iar μ este coeficientul lui Poisson. În cazul mărcii de oțel considerat s-a luat $E = 21 \times 10^4 \text{ N/mm}^2$ și $\mu = 0,25$.

Pentru calculul variației relative a parametrului de rețea $\Delta a / a$ se indică următoarea relație:

$$\Delta a / a = \sqrt{(B^2 - B_0^2)} \cos^2 2\theta / 4\alpha R \operatorname{tg} \theta$$

unde B_0 – este lărgimea liniei probei netensionate (proba recoaptă); B – lărgimea liniei probei tensionate; R = 192 mm – distanța probă – detector; α - raportul dintre viteza hârtiei și a detectorului; θ - unghiul de difracție Bragg pentru linia de difracție considerată.

Pentru determinarea stării de tensiune s-a efectuat difracția la unghiul $2\theta = 35,19^\circ$ pentru linia (211) a martensitei și la unghiul $2\theta = 38,20^\circ$ pentru linia (311) a austenitei. Determinările s-au efectuat în aceleași condiții geometrice.

Drept referință pentru maximul liniilor și al lărgimii acestora la semiînălțime s-au luat probele supuse tratamentului de recoacere. Pentru mărirea preciziei de determinare s-a ales viteza de deplasare a contorului de $1/8^\circ/\text{min}$ și viteza de deplasare a hârtiei de 2400 mm/h. Având în vedere caracteristicile mărcii de oțel (E și μ) valorile parametrilor experimentali (R și α) și valorile unghiului de difracție θ , au fost exprimate relațiile de calcul a tensiunilor asociate martensitei și austenitei sub forma:

$$\sigma_M = 7,2\sqrt{B_M - B_{0M}}, N/mm^2$$

$$\sigma_A = 7,2\sqrt{B_A - B_{0A}}, N/mm^2$$

Pentru fiecare regim de tratament termic s-au ridicat câte cinci spectre de difracție în domeniul unghiular $2\theta \in (34^\circ \dots 39^\circ)$. Spre exemplificare în fig.3.61 ...3.71, se prezintă pentru fiecare stare structurală un asemenea spectru caracteristic.

Pe spectrele de difracție au fost determinate lărgimile B, la semiînălțimea liniilor de difracție ale martensitei și ale austenitei, iar valorile medii ale tensiunilor calculate pentru cele două faze sunt redate în histogramele din fig.3.72 și 3.73.

Analiza acestor date reliefează următoarele:

- temperaturile de austenitizare în vederea călirii constituie o modalitate de control a transformărilor de fază și în consecință influențează în oarecare măsură nivelul tensiunilor interne;
- fenomenele de precipitare a fazelor secundare se manifestă prin creșterea tensiunilor interne atunci când ele sunt legate coerent cu rețeaua cristalină a matricei, respectiv printr-o scădere a acestora, când apare o separare a rețelelor cristaline;
- tratamentul de călire la temperaturi scăzute are un efect predominant în ridicarea nivelului tensiunilor interne;
- valorile maxime ale acestor tensiuni nu depășesc 90 N/mm^2 și în consecință ele nu devin periculoase pentru fisurarea sau deformarea pieselor realizate;
- variația tensiunilor interne în funcție de tratamentul aplicat este în concordanță deplină cu modificările cantitative ale constituenților structurali și cu schimbările de duritate analizate anterior.

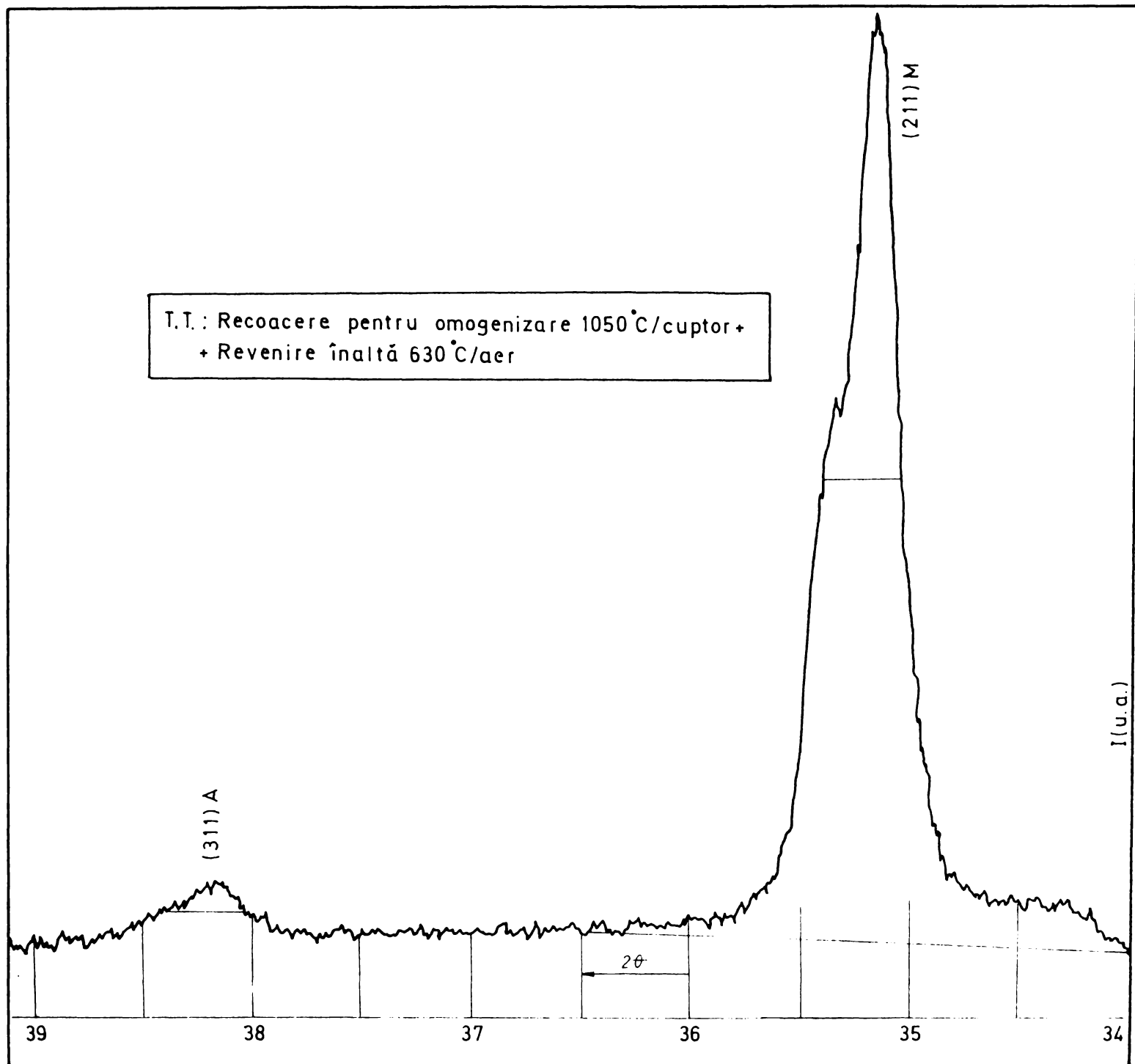


Fig.3.61

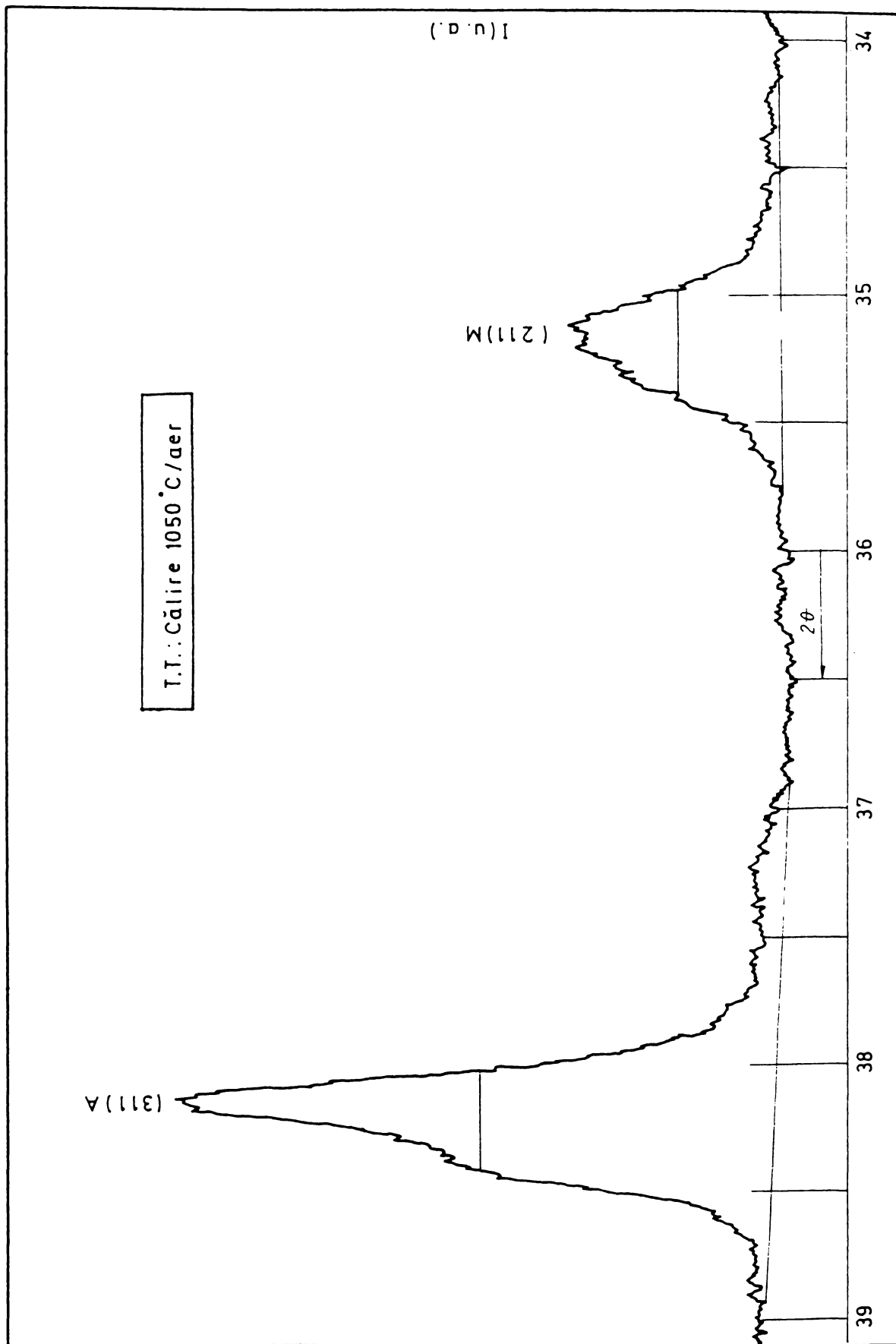


Fig.3.62

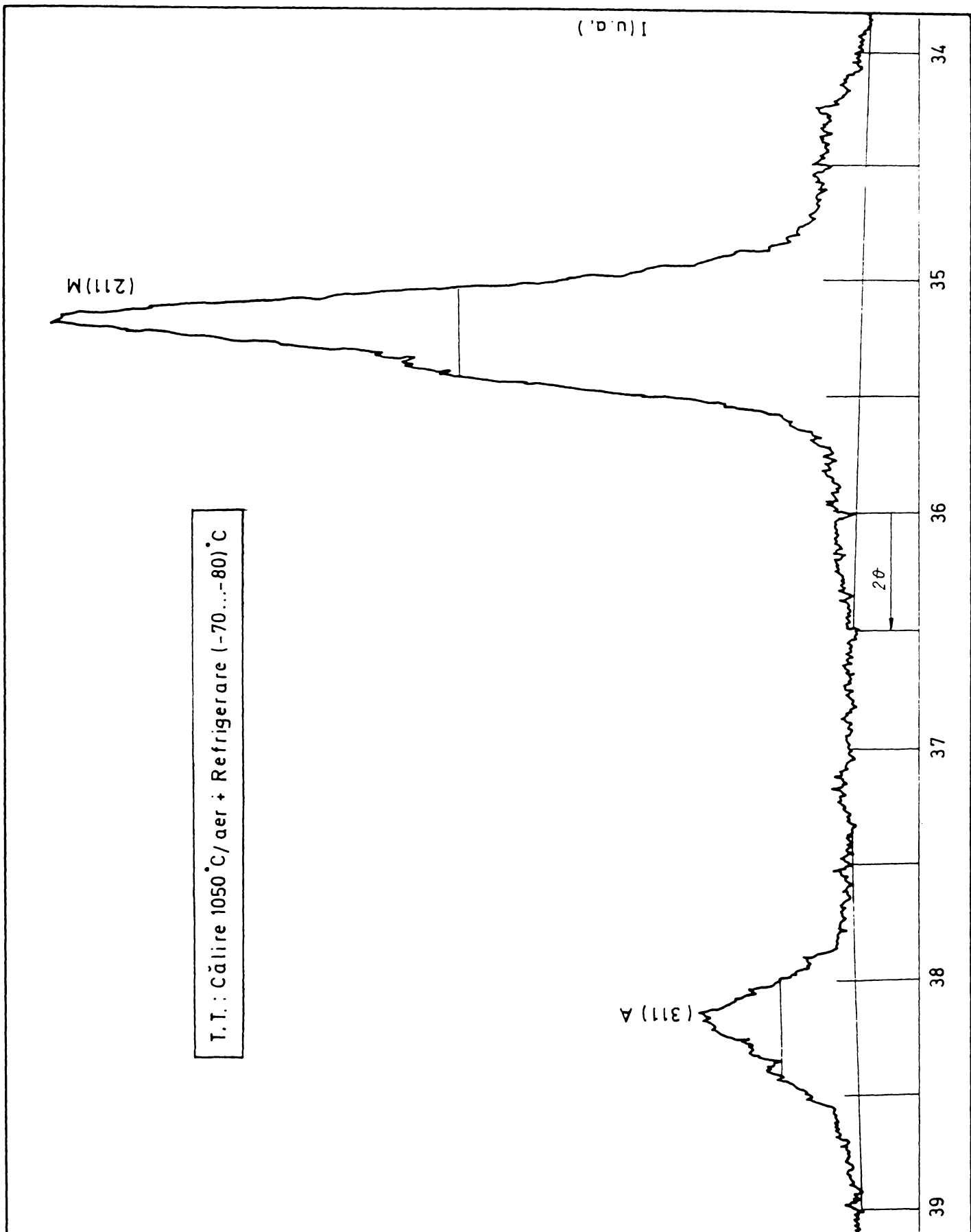


Fig.3.63

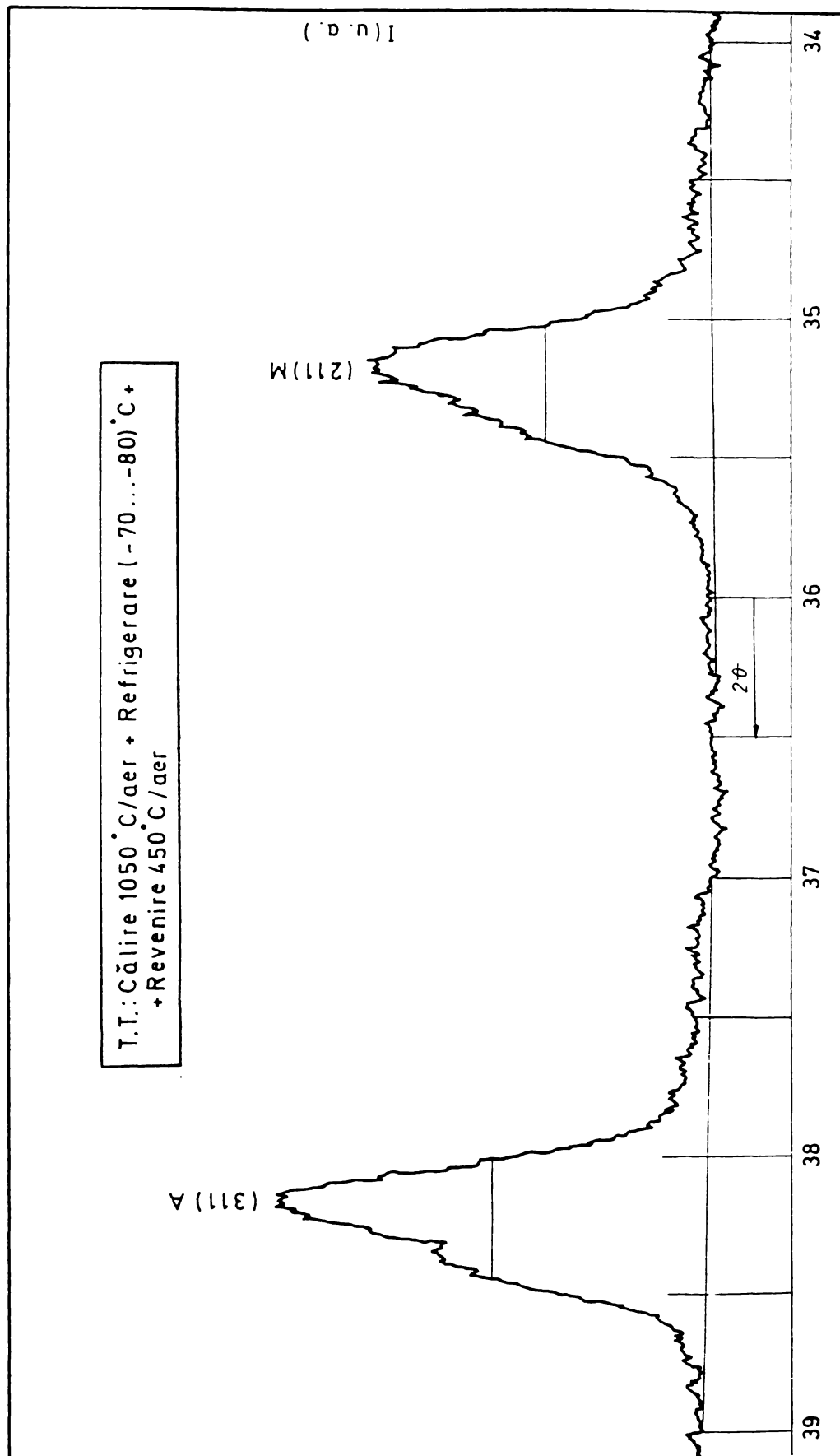


Fig.3.64

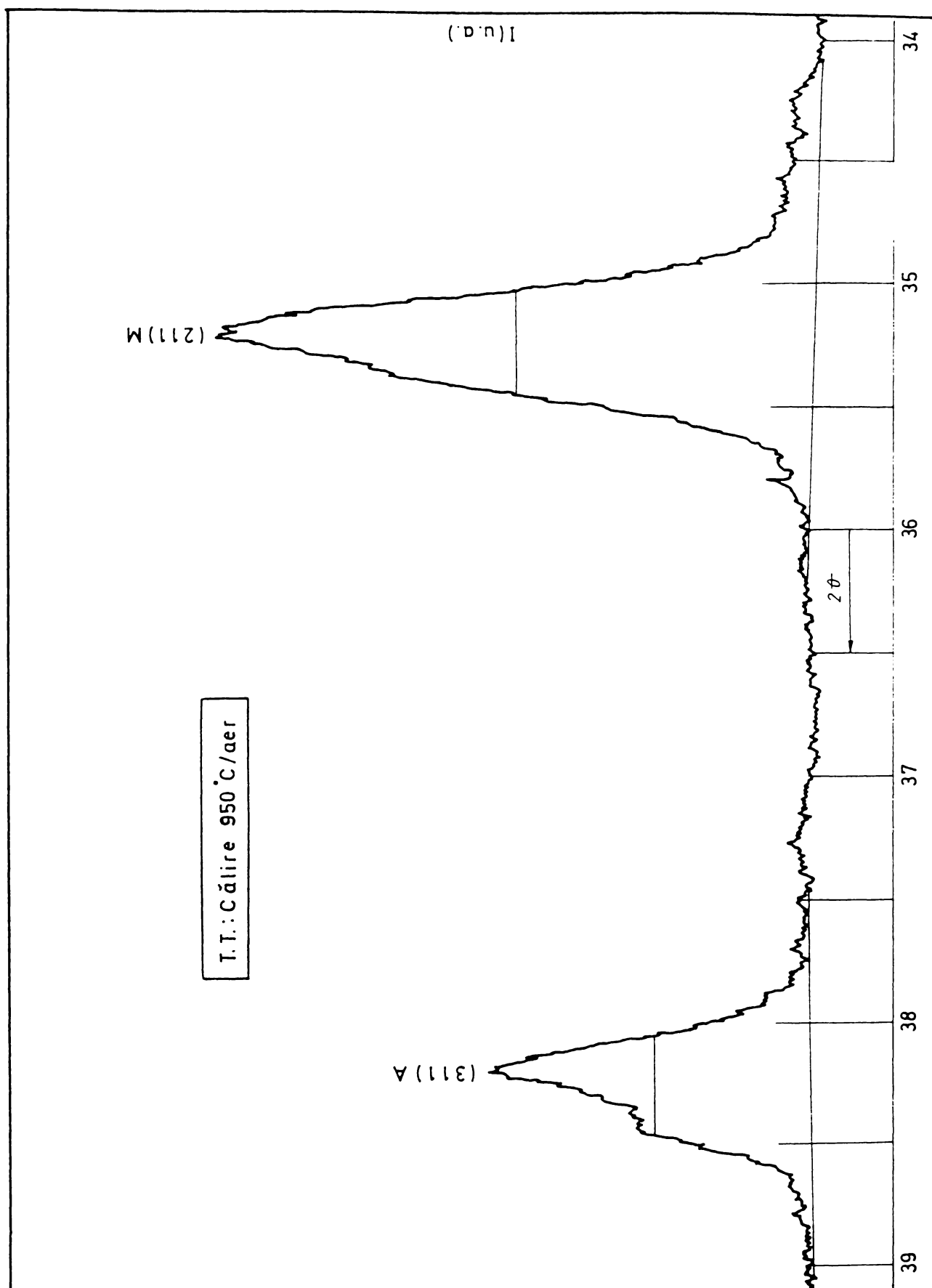


Fig.3.65

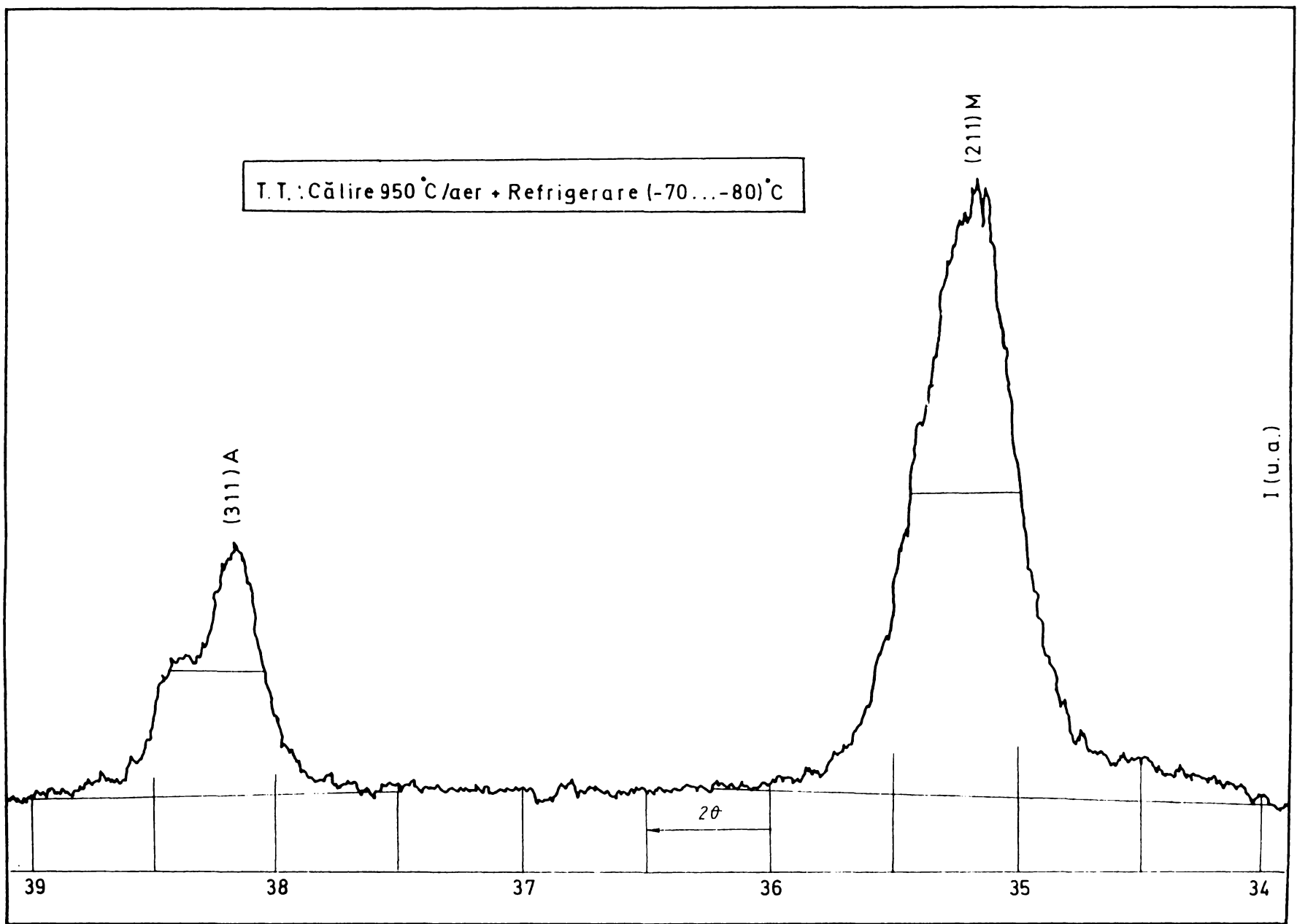


Fig. 3.66

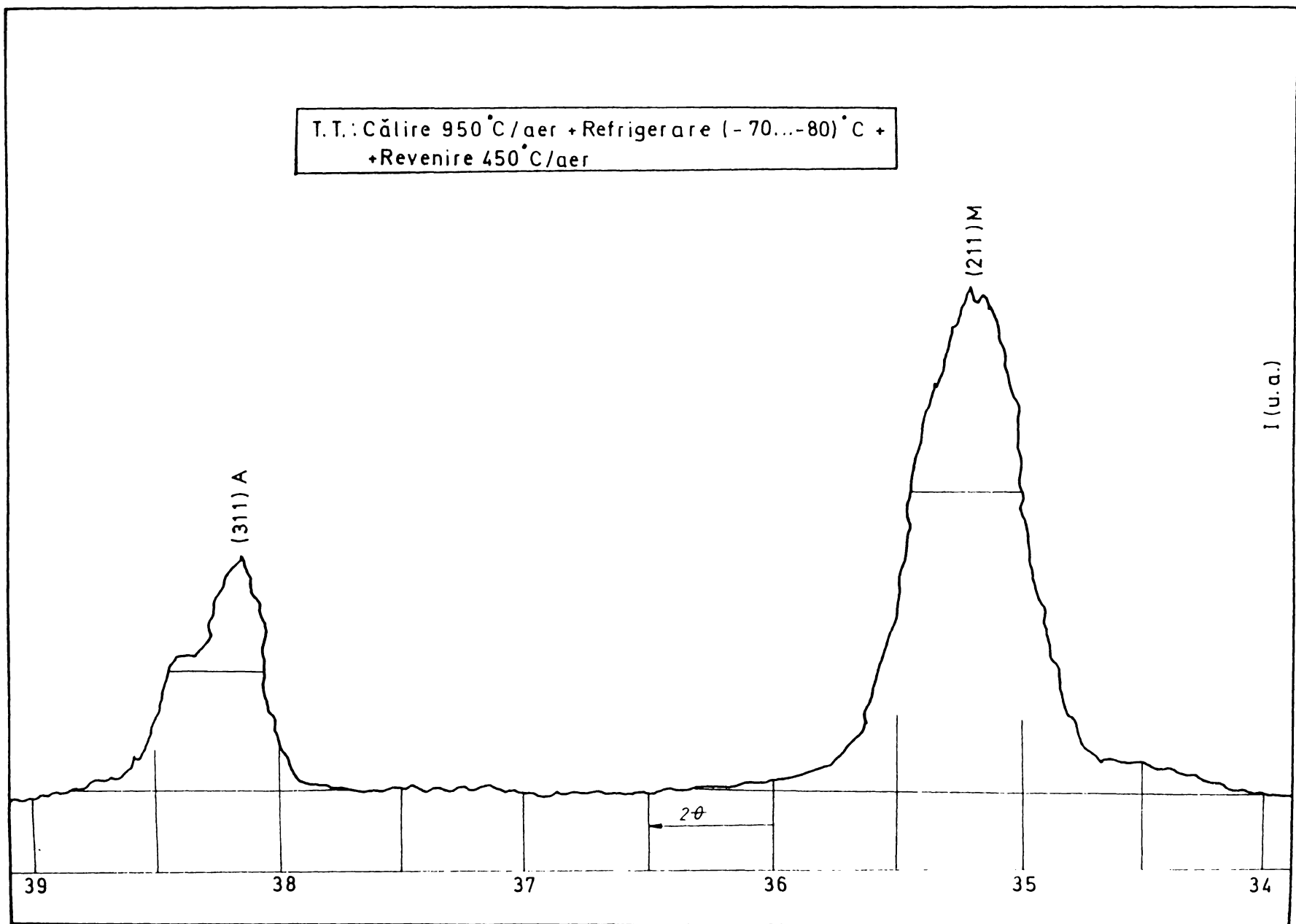


Fig.3.67

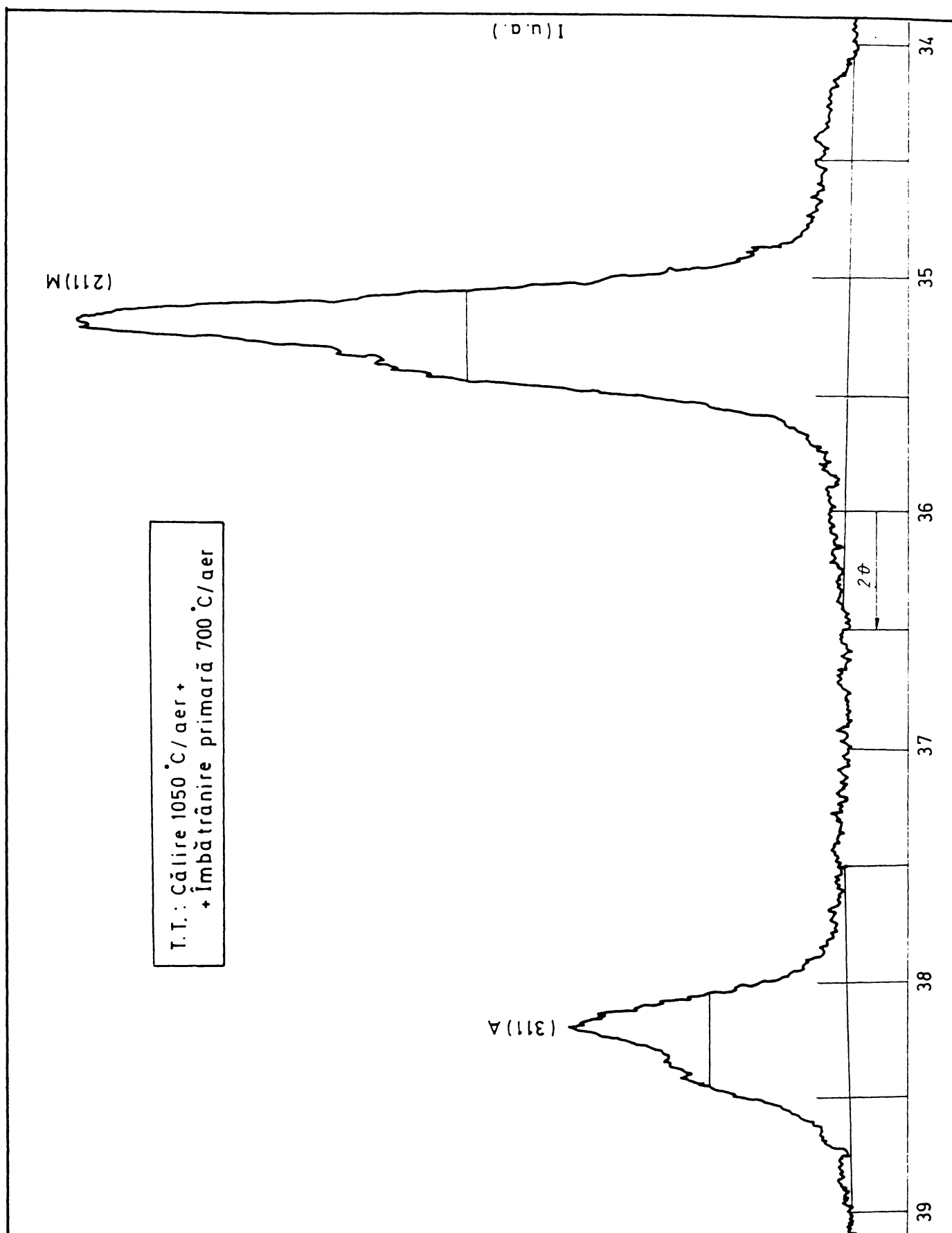


Fig.3.68

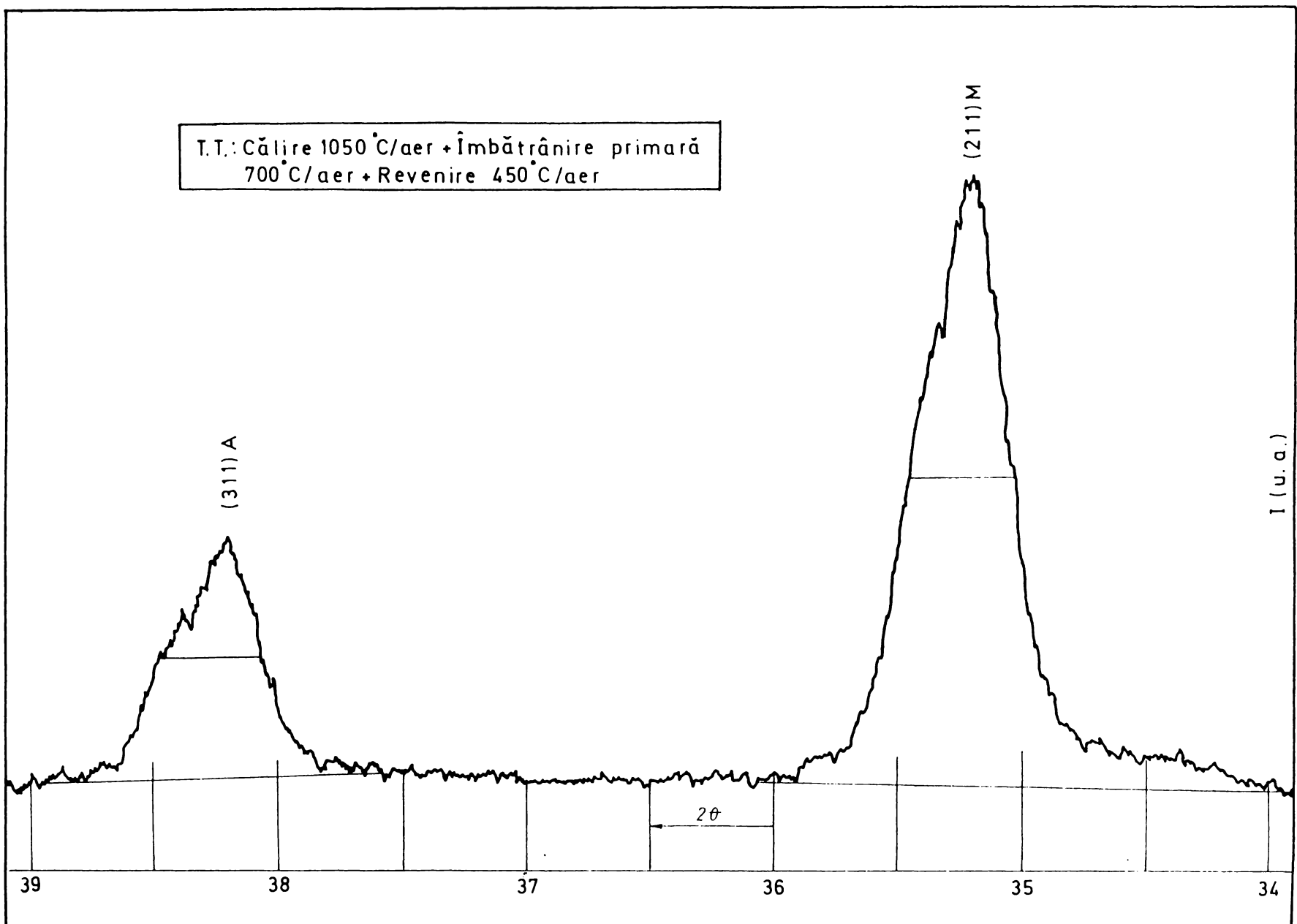


Fig. 3.69

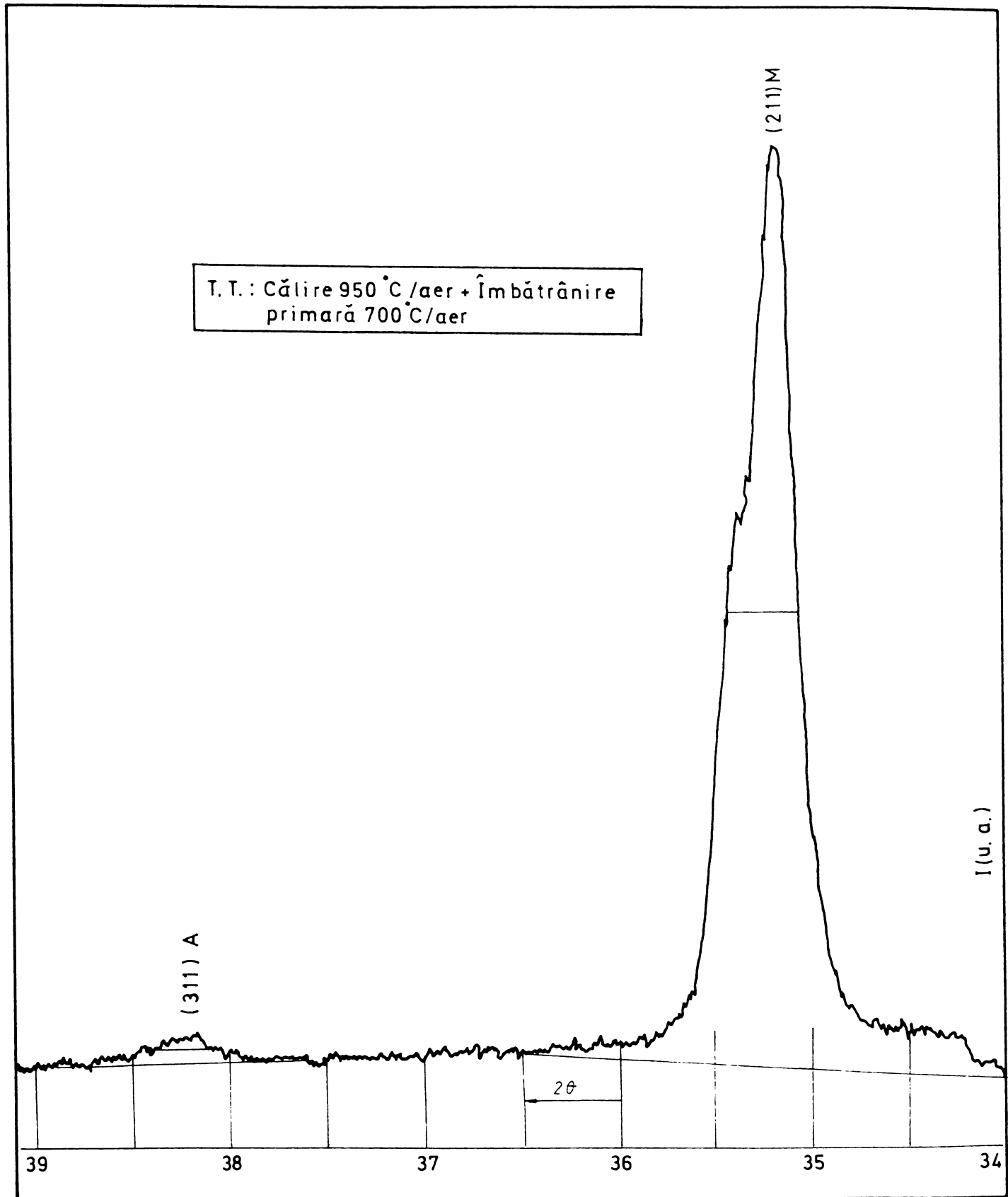


Fig.3.70

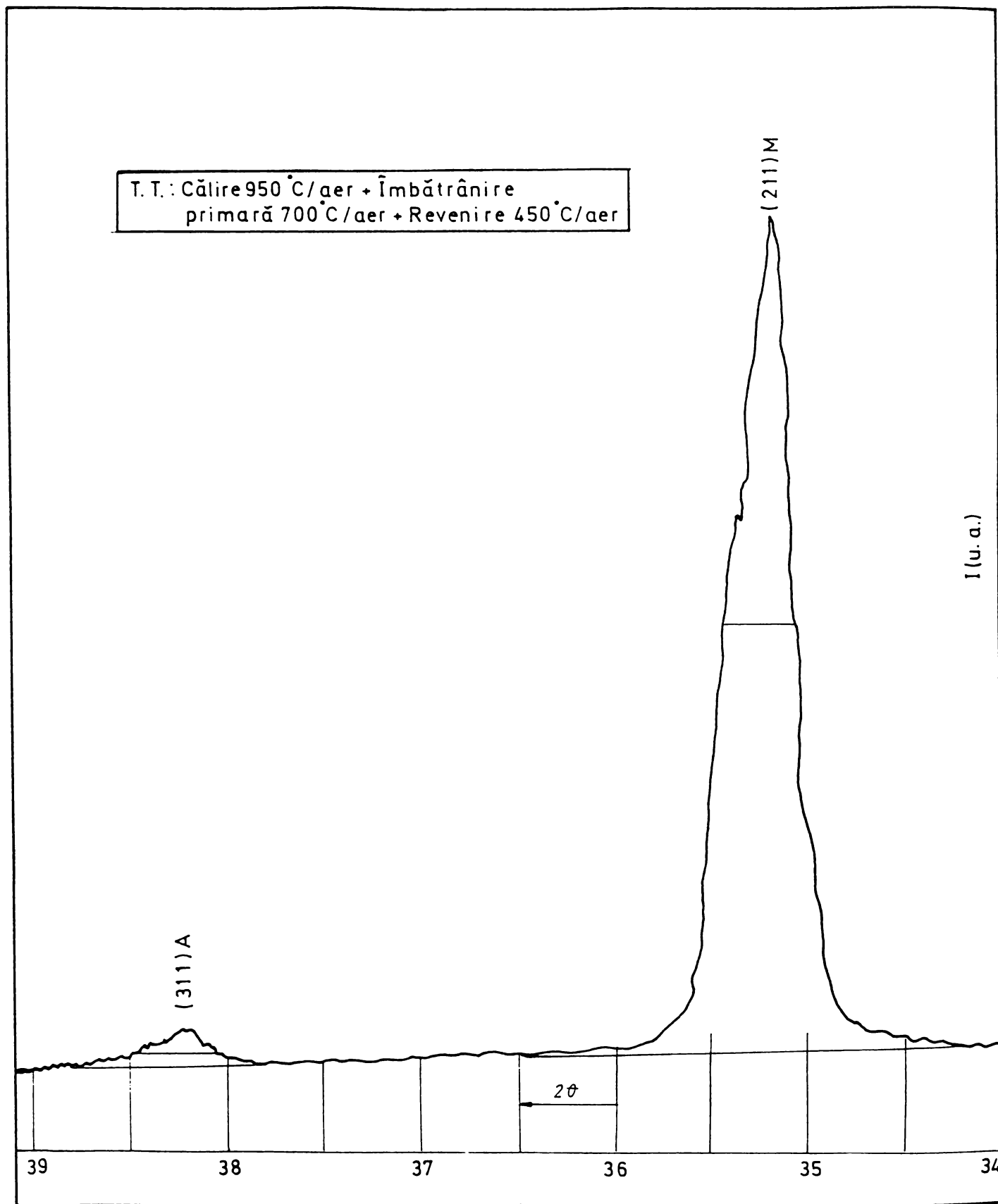
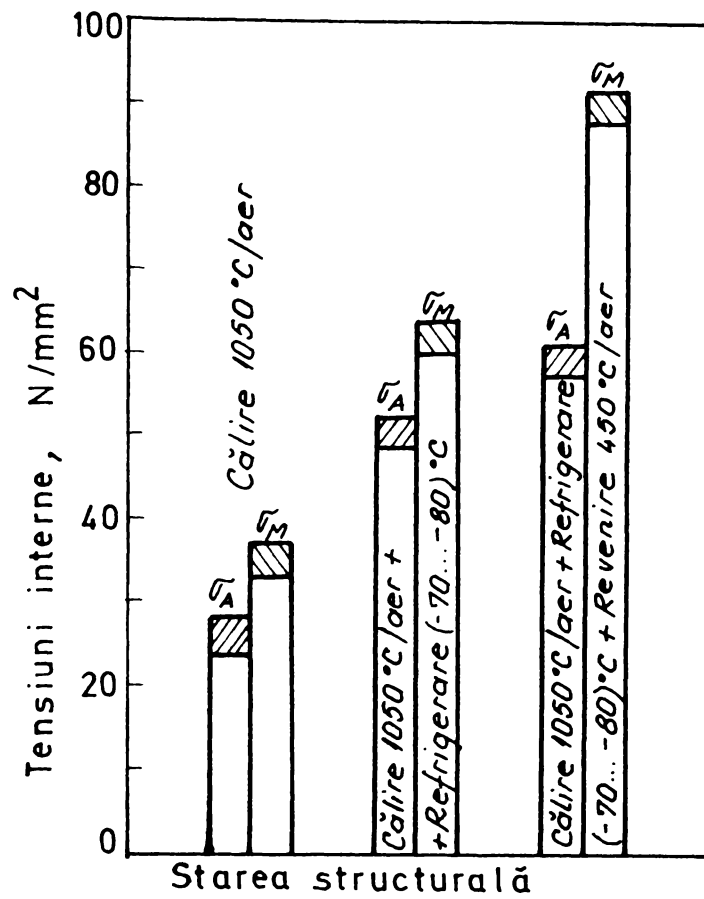
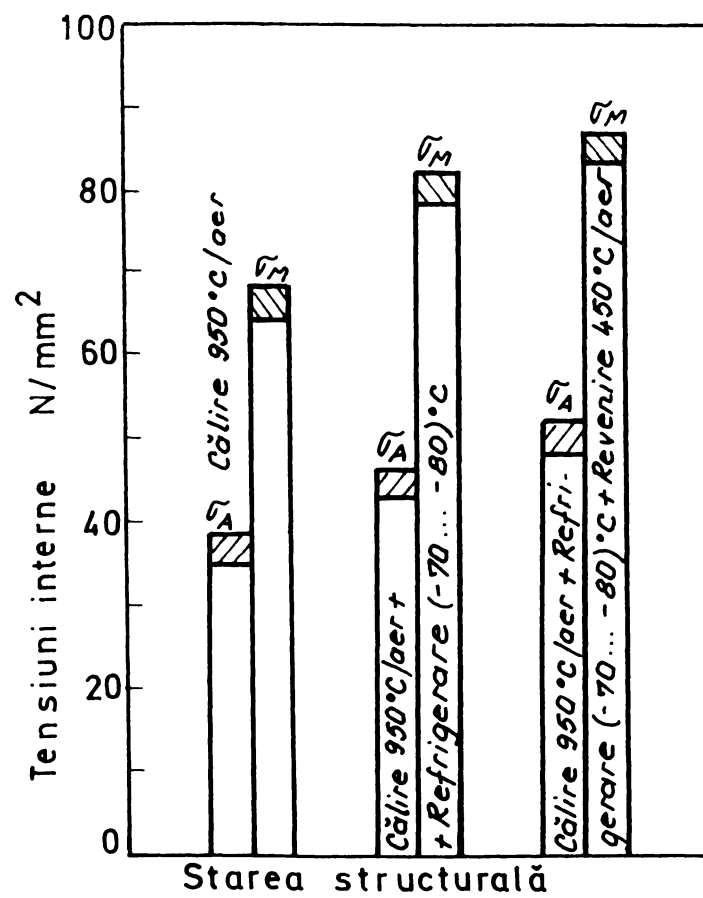


Fig.3.71

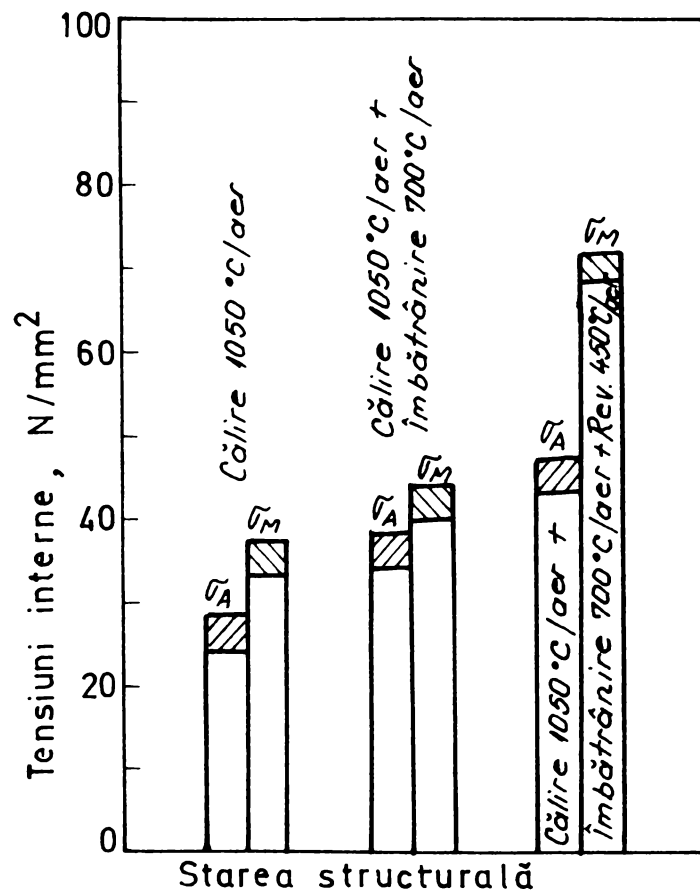


- a -

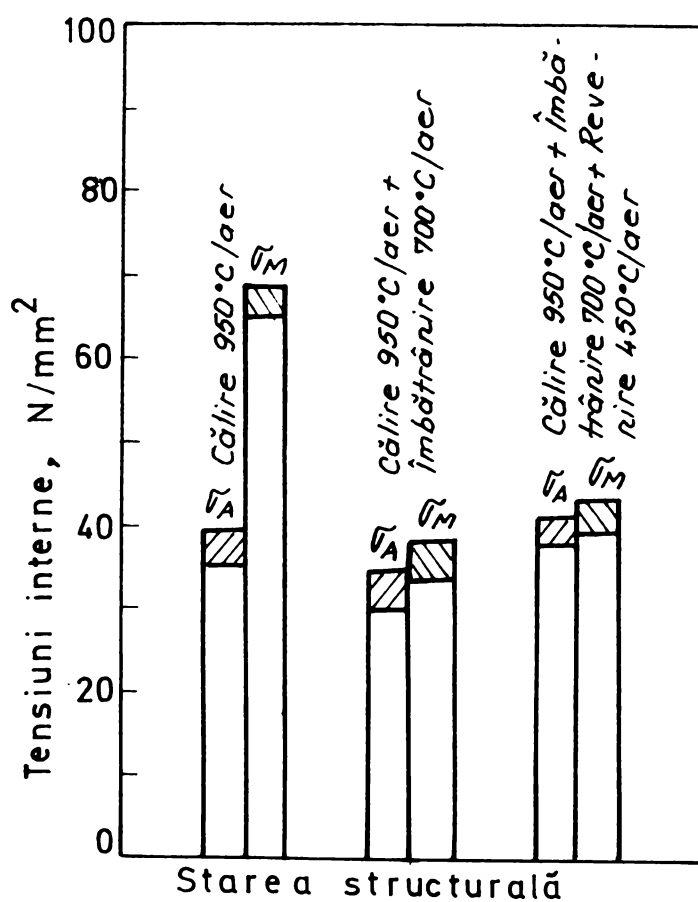


- b -

Fig.3.72 Efectul temperaturii de austenitizare , al călirii la temperaturi scăzute și al revenirii asupra nivelului tensiunilor interne



- a -



- b -

Fig. 3.73 Efectul temperaturii de austenitizare, al îmbătrânirii primare și al revenirii asupra nivelului tensiunilor interne

PROPRIETĂȚILE MECANICE ALE NOULUI OȚEL INOXIDABIL CU TRANSFORMARE CONTROLATĂ

4.1 Metodica de cercetare

S-a arătat anterior că oțelurile inoxidabile sunt aliaje complexe care au în compoziția lor chimică cel puțin 12% Cr și alte elemente de aliere pentru producerea claselor structurale feritice, martensitice, austenitice, duplex sau durificabile prin precipitare.

Dintre acestea, oțelurile durificabile prin precipitare oferă un spectru ridicat al caracteristicilor de rezistență mecanică și satisfăcătoare caracteristici de ductilitate și tenacitate.

Există trei subgrupe principale de asemenea aliaje: austenitice, semi-austenitice și martensitice.

Oțelul inoxidabil dezvoltat experimental la S.C. U.C.M. Reșița S.A. face parte din grupa celor semi-austenitice sau cu transformare controlată. Prin proiectarea acestui nou material s-a gândit realizarea unei combinații între cele mai atractive proprietăți ale oțelurilor austenitice și martensitice într-un singur aliaj, adică sudabilitatea și deformabilitatea bună a unui oțel austenitic supus călirii pentru punere în soluție, cu rezistența mecanică ridicată a unui oțel martensitic durificat prin călire – revenire.

S-a demonstrat anterior că în urma tratamentului termic de călire pentru punere în soluție, microstructura oțelului este predominant austenitică și pentru producerea transformării martensitice pot fi aplicate o serie de tratamente termice sau termomecanice.

Cercetările efectuate vor pune în evidență comportarea la transformare a acestui oțel, potențialul de proprietăți mecanice oferite în diverse condiții de tratament termic sau termomecanic și nu în ultimul rând o evaluare cantitativă și calitativă a efectelor singulare și cumulative ale transformării martensitice, ale deformării la rece și ale îmbătrânirii prin revenire asupra nivelului de durificare.

Aprecierea potențialului de proprietăți mecanice s-a efectuat pe probe de tracțiune statică și pe epruvete de reziliență prelevate din semifabricate forjate. Încercările mecanice au fost conduse la temperatura camerei și fiecare caracteristică mecanică reprezintă media aritmetică a cel puțin trei măsurători. Examinarea microfractografică a suprafețelor de rupere a oferit informații legate de nivelul deformațiilor plastice premergătoare ruperii, de modul cristalografic în care s-a produs ruperea, de aspectul suprafețelor de rupere și de caracterul precipitărilor de faze secundare.

4.2 Interpretarea rezultatelor experimentale

În figurile 4.1 și 4.2 sunt prezentate curbele de variație a caracteristicilor mecanice în funcție

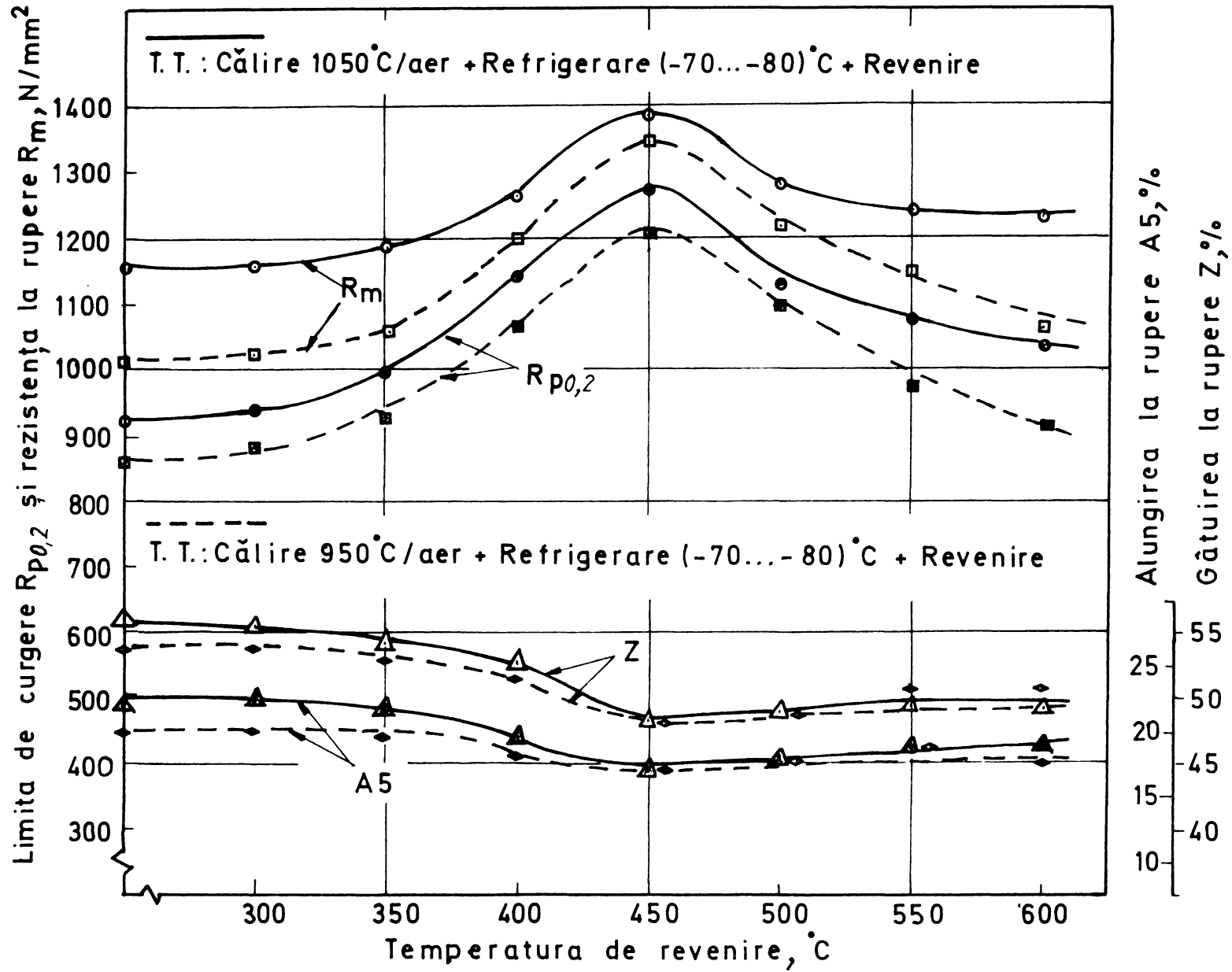


Fig.4.1 Curbele caracteristicilor de tracțiune statică ale oțelului deformat, care a fost călit de la temperaturi diferite de punere în soluție, supus refrigerării la (-70 ... -80)°C și revenirii la 300 - 600°C

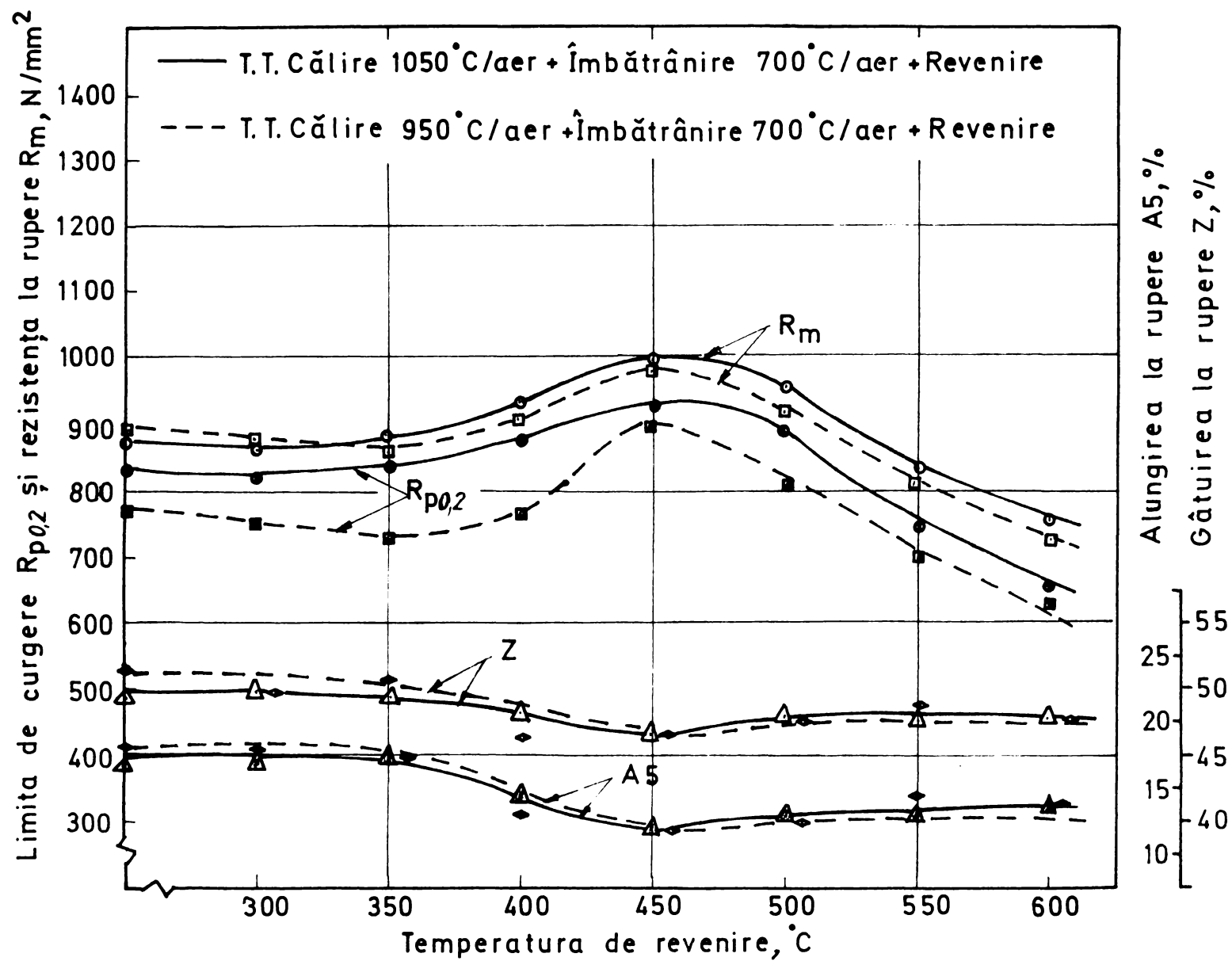


Fig.4.2 Curbele caracteristicilor de tracțiune statică ale oțelului deformat, care a fost călit de la temperaturi diferite de punere în soluție, supus îmbătrânirii primare și revenirii la 300 – 600°C

de temperatura de revenire, iar în figurile 4.3 ... 4.6 sunt arătate histogramele caracteristicilor de rezistență mecanică și de tenacitate pentru diferite regimuri de tratament termic.

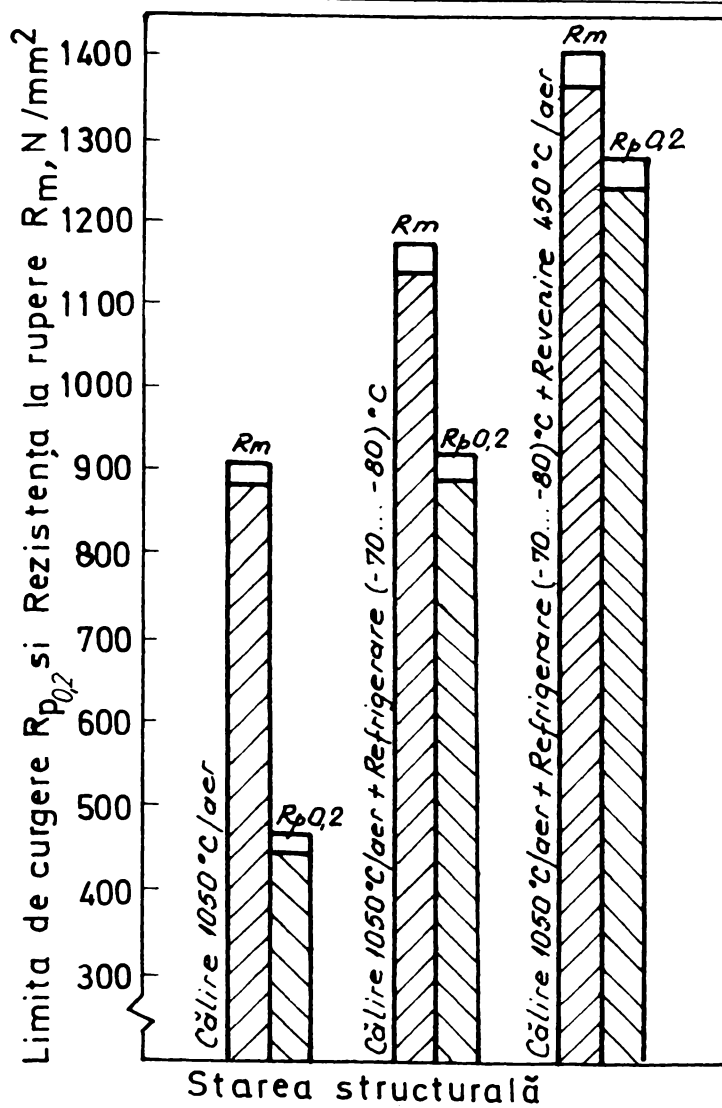
Se face mențiunea că și pentru aceste experimente, temperatura de încălzire pentru punere în soluție a fost de 950°C la unele probe, iar la altele, de 1050°C.

Curbele de revenire redată în figurile 4.1 și 4.2 confirmă pe deplin rezultatele investigațiilor microstructurale și examinărilor sclerometrice demonstrând că acest oțel posedă un spectru înalt al proprietăților mecanice și că acestea pot fi modificate în limite foarte largi în funcție de regimul de tratament termic aplicat.

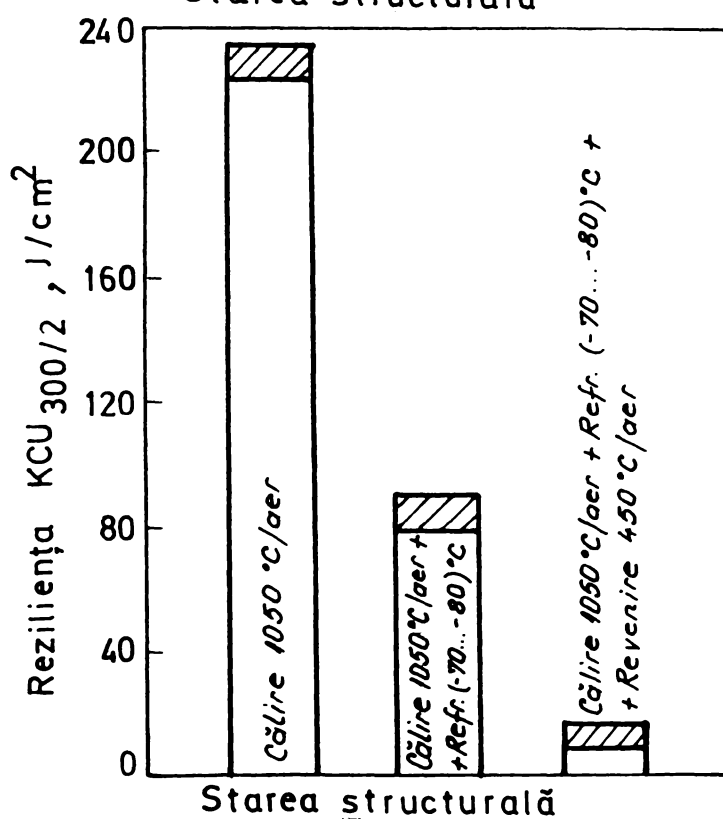
Pe ambele grafice se constată apariția unui vârf de durificare situat la temperatura de revenire de 450°C, nivelul durificării fiind influențat atât de temperatura de călire pentru punere în soluție cât și de tratamentul ulterior acesteia (călire la temperaturi scăzute, respectiv îmbătrânire primară). Așa cum era de așteptat, intercalarea unei căliri la temperaturi scăzute între tratamentul de punere în soluție și cel de revenire, conduce la cele mai ridicate valori ale caracteristicilor de rezistență mecanică. Asocierea tratamentelor de îmbătrânire primară și secundară promovează o durificare mai puțin intensă, fenomen datorat unui conținut mai redus în carbon al martensitei formate.

La analiza preliminară a rezultatelor cuprinse în histogramele din figurile 4.3 ... 4.6 apare ca surprinzător faptul că în urma călirii pentru punere în soluție de la 1050°C, rezistența la rupere R_m este destul de ridicată (cca. 900 N/mm²) iar limita de curgere $R_{p0,2}$ este foarte scăzută (cca. 450 N/mm²). În schimb, pentru o temperatură de austenitizare de 950°C, apar valori ridicate atât pentru rezistența la rupere cât și pentru limita tehnică de curgere ($R_m \cong 960$ N/mm², $R_{p0,2} \cong 820$ N/mm²).

Explicația acestor valori ale proprietăților mecanice are la bază două fenomene: pe de o parte, cu creșterea temperaturii de austenitizare are loc o coborâre a punctelor critice M_s , M_f , iar pe de altă parte, transformarea martensitică poate fi declanșată în cursul deformării plastice a epruvetei la încercarea de tracțiune. În consecință, dacă temperatura de călire pentru punere în soluție a fost de 950°C, punctele M_s , M_f sunt mai ridicate și transformarea martensitică se produce în bună măsură. În acest caz la temperatura camerei, microstructura obținută va fi constituită dintr-un amestec de austenită metastabilă și martensită, asigurând atât creșterea caracteristicilor de rezistență mecanică, cât și valori favorabile ale rezilienței KCU.

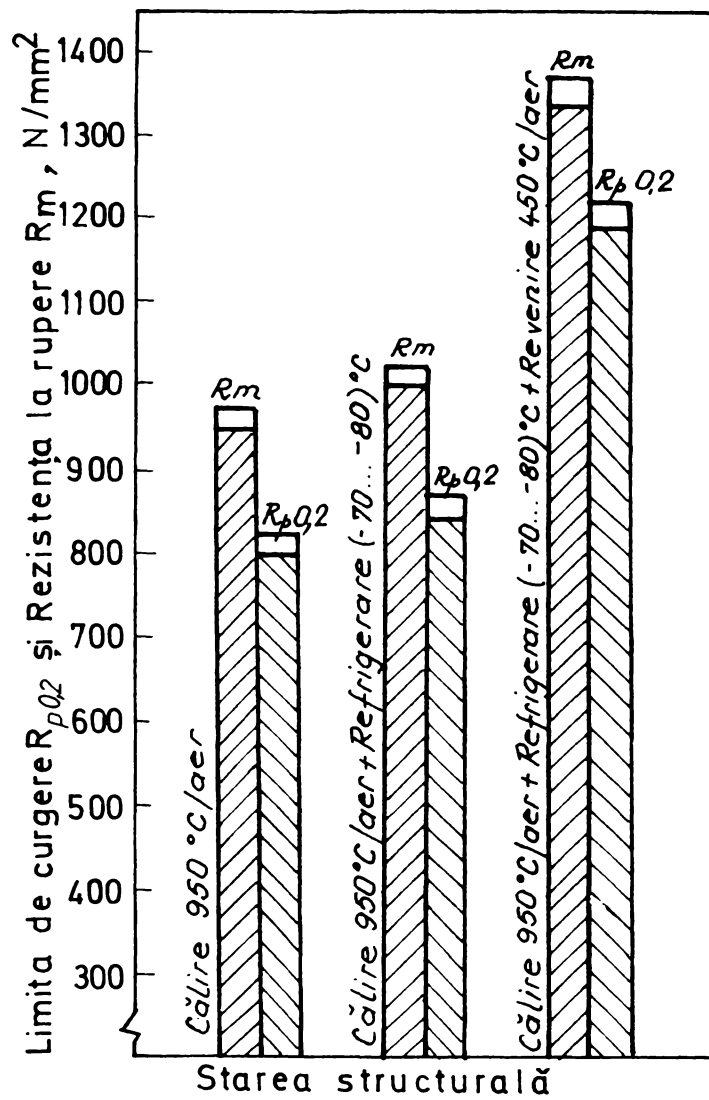


- a -

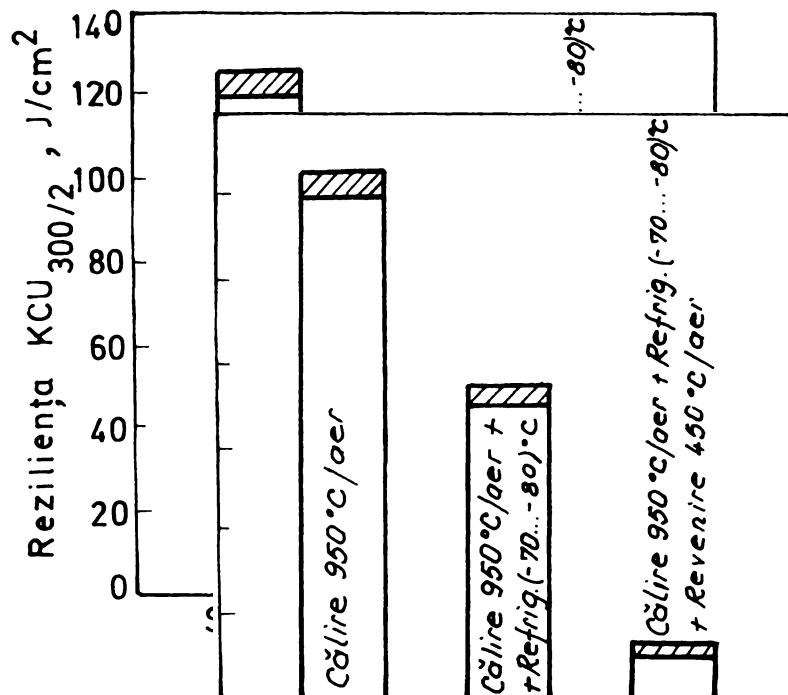


- b -

Fig. 4.3 Caracteristicile de rezistență mecanică (a) și de tenacitate (b) ale probelor călite în aer de la 1050°C, refrigerate la (-70 ... -80)°C și revenite la 450°C



- a -



- b -

Fig. 4.4 Caracteristicile de rezistență mecanică (a) și de tenacitate (b) ale probelor călite în aer de la 950°C, refrigerate la (-70 ... -80)°C și revenite la 450°C

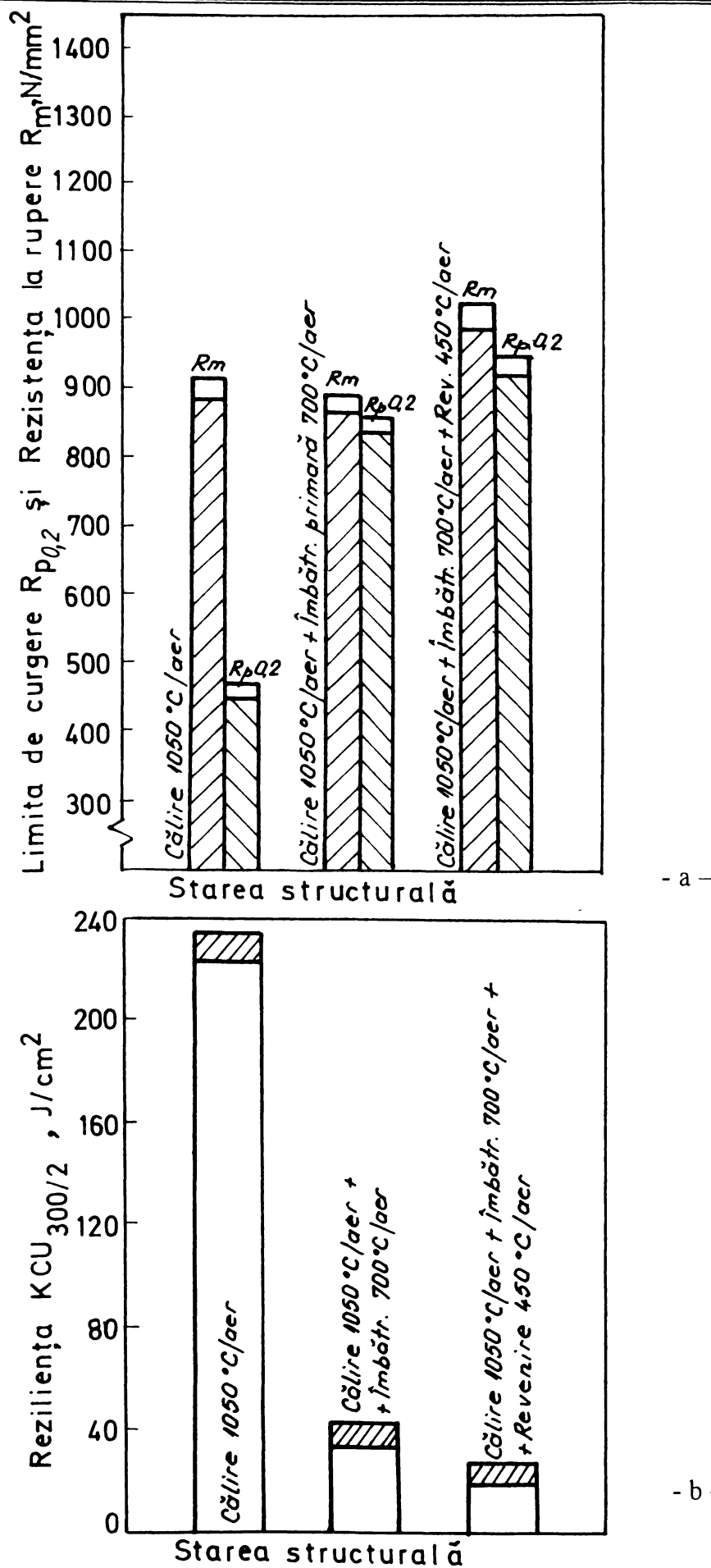


Fig. 4.5 Caracteristicile de rezistență mecanică (a) și de tenacitate (b) ale probelor călite în aer de la 1050°C, îmbătrânite primar la 700°C și revenite la 450°C

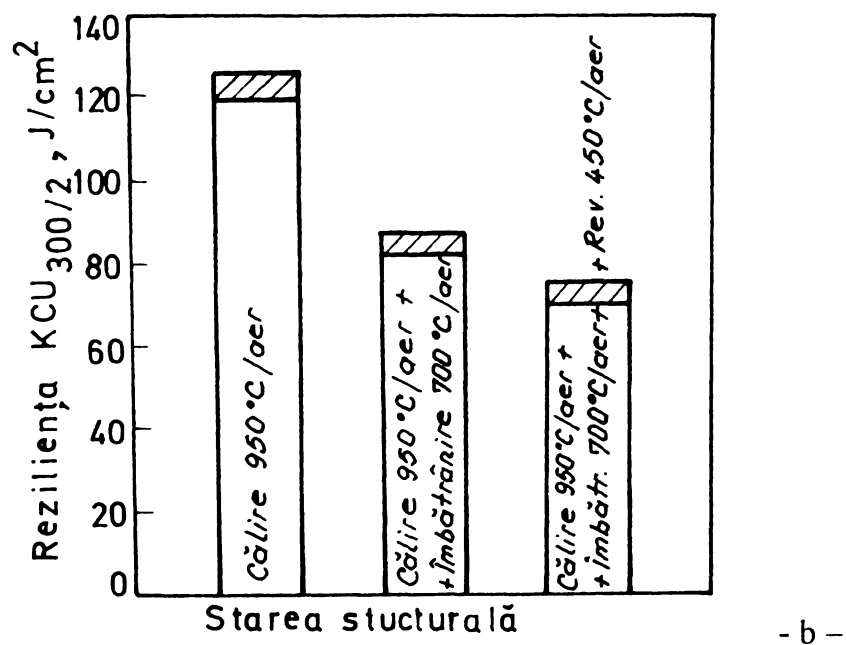
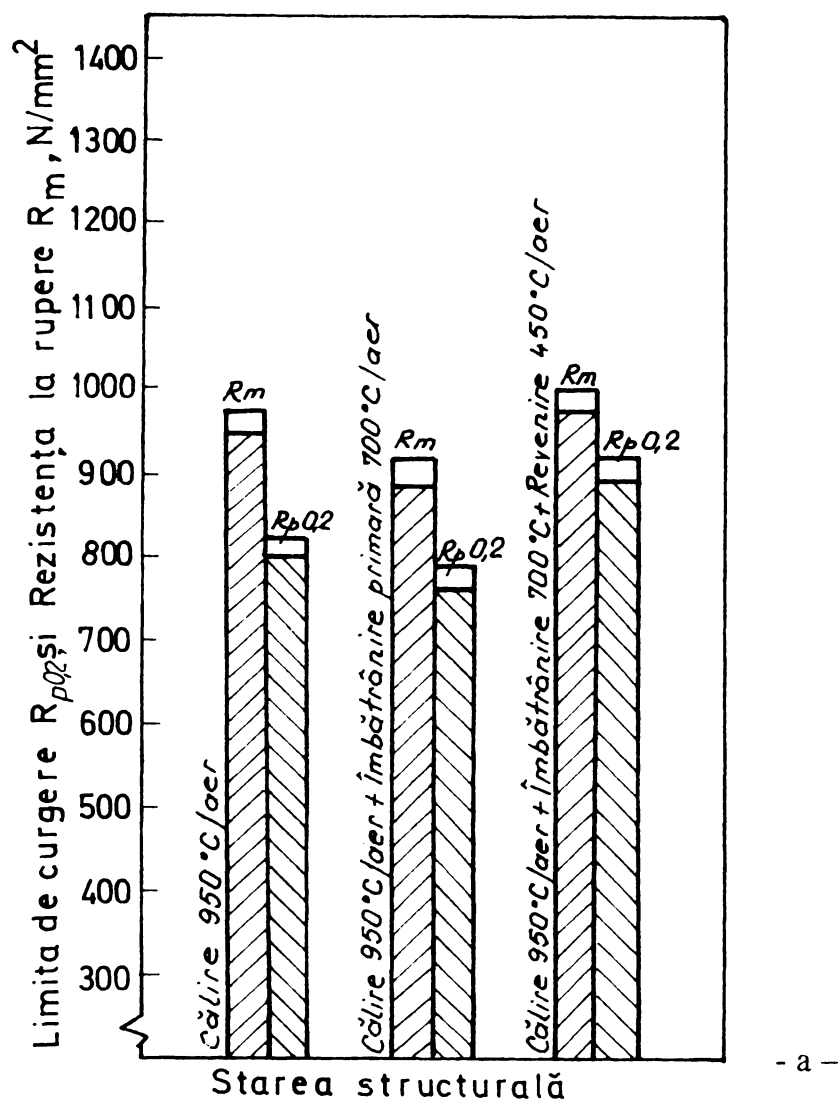


Fig. 4.6 Caracteristicile de rezistență mecanică (a) și de tenacitate (b) ale probelor călite în aer de la 950°C, îmbătrânite primar la 700°C și revenite la 450°C

O temperatură de călire mai ridicată, de 1050°C, coboară îndeosebi punctul Ms și deci microstructura obținută va fi alcătuită în principal din austenită metastabilă. Ori, se știe că microstructura austenitică se caracterizează prin valori scăzute ale limitei de curgere și valori foarte ridicate ale rezilienței. Din fig.4.3 se remarcă o discrepanță mare între valorile rezistenței la rupere și limitei de curgere, iar reziliența atinge 230 J/cm²; o valoare ridicată a lui Rm nu este o reflectare adevărată a situației deoarece aceasta este un rezultat al transformării extensive a austenitei în martensită care are loc în cursul găturii epruvetei de tracțiune înainte de a se produce ruperea.

Oțelul dezvoltat răspunde ușor la ambele modalități folosite pentru producerea transformării martensitice și anume: fie o refrigerare la (-70... -80)°C, fie o îmbătrânire primară la 700°C. Din figurile 4.1, 4.3 și 4.4 se observă că tratamentul de refrigerare aplicat imediat după călirea de punere în soluție se manifestă printr-o creștere semnificativă a caracteristicilor de rezistență mecanică îndeosebi la probele austenitizate la 1050°C. În acest din urmă caz rezistența la rupere se mărește de la 900 N/mm² la 1150 N/mm² (creștere cu 21%), iar limita de curgere, de la 450 N/mm² la 900 N/mm² (creștere cu 100%). Totodată, apare o mărire a raportului Rp_{0,2} / Rm de la 0,50 la 0,78 în cazul probelor austenitizate la 1050°C și apoi refrigerate, respectiv o menținere constantă a acestuia (la 0,84) pentru probele austenitizate la 950°C și refrigerate ulterior.

Explicația acestor diferențe rezidă esențial în proporțiile diferite de martensită formată prin refrigerare. Din acest punct de vedere se poate remarca faptul că la probele austenitizate la 1050°C, deși apar creșteri importante ale caracteristicilor de rezistență mecanică, totuși valoarea raportului Rp_{0,2} / Rm arată că în microstructură se mai conservă o cantitate apreciabilă de austenită netransformată.

Referitor la efectul îmbătrânirii primare asupra proprietăților mecanice se face observația că independent de nivelul temperaturilor de încălzire pentru punere în soluție se obțin valori ridicate atât pentru rezistența la rupere cât și pentru limita tehnică de curgere; în schimb, reziliența KCU este mai bună la probele călite în prealabil de la 1050°C. Pentru a explica acest fenomen se pornește de la curba de precipitare a carburilor din figura 4.7.

Această curbă ridicată în urma unui număr mare de experimente indică o precipitare rapidă a carburilor în gama de temperaturi cuprinse între 700 și 800°C. Trebuie subliniat faptul că separările de carburi M₂₃C₆ (îndeosebi carburi de crom care mai conțin Mo și Mn) și de

nitruri Cr_2N au loc din austenită. Aceste tipuri de faze secundare au fost puse în evidență de mai mulți cercetători americani pe oțeluri cu compoziții chimice apropiate de cel analizat.

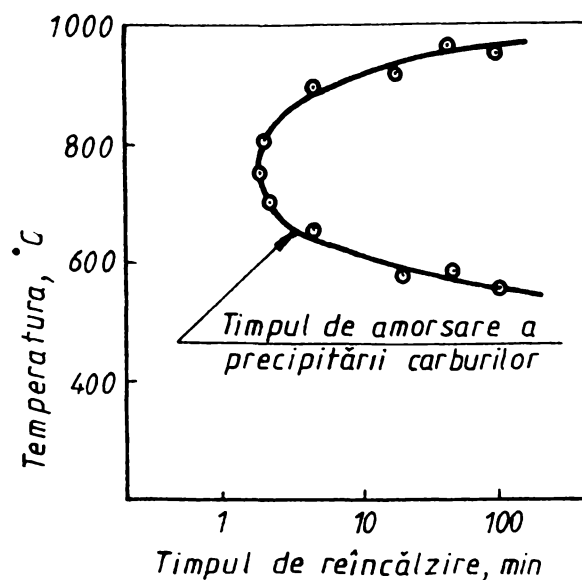


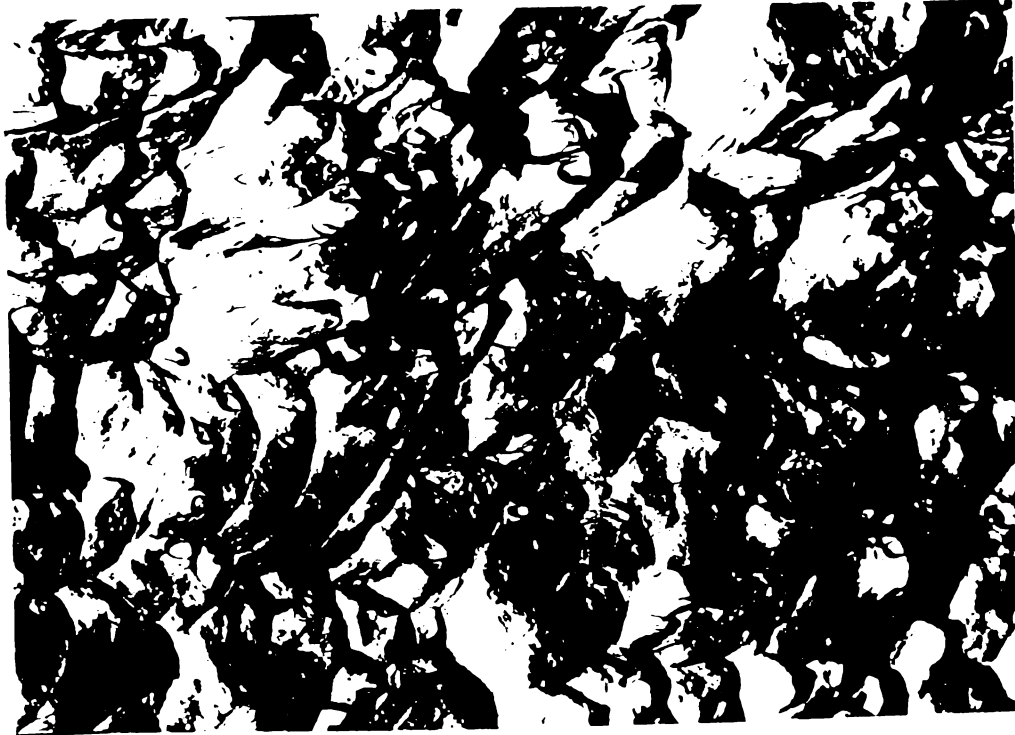
Fig.4.7 Curba de inițiere a precipitării carburilor la reîncălzirea oțelului

Precipitatul major este carbura M_{23}C_6 care va provoca o micșorare a conținutului în carbon și în elemente de aliere al matricei. Pentru evitarea fenomenelor de oxidare și a deformațiilor este preferabil ca tratamentul de îmbătrânire primară să fie realizat la temperatura minimă care produce o precipitare intensă (în cazul de față 700°C).

Prin precipitarea carburilor are loc o ridicare a domeniului transformării martensitice (complet peste temperatura camerei) și astfel, în cursul răcirii oțelului de la temperatura de îmbătrânire primară la cea ambientă se va produce o transformare martensitică.

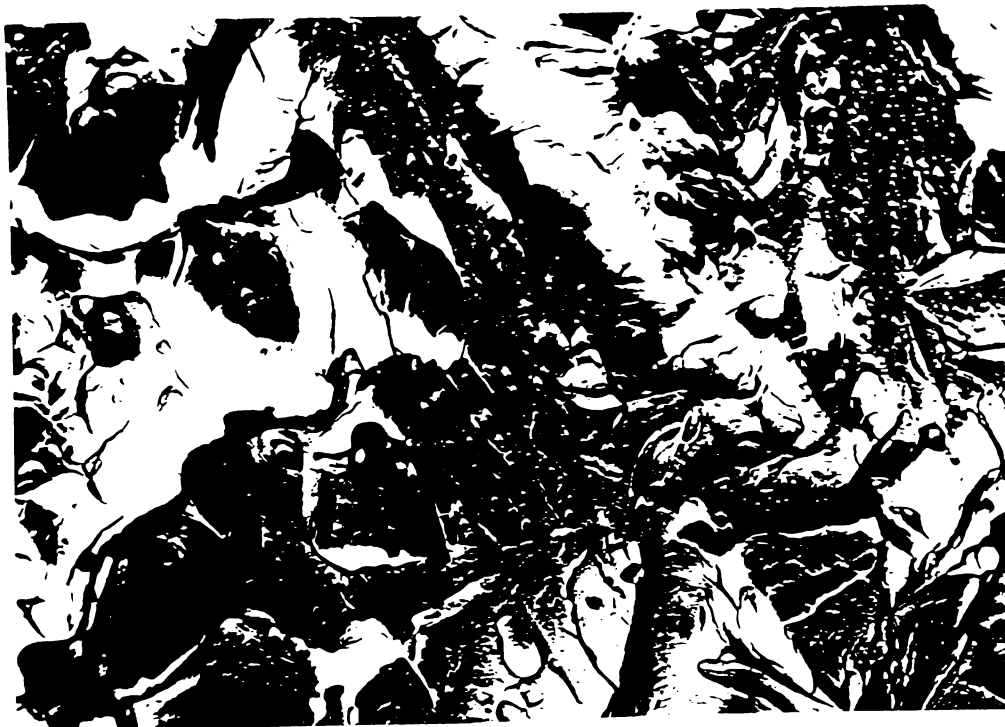
Întrucât, temperatura de călire pentru punere în soluție de 1050°C conduce la o proporție de austenită metastabilă mai mare comparativ cu cazul călirii de la 950°C , este de așteptat ca precipitarile de carburi să fie mai puțin extinse și deci reziliența materialului să aibă valori mai mari.

În figurile 4.8 ... 4.11 sunt exemplificate imaginile microfractografice ale suprafețelor de rupere la probele de tracțiune statică și de reziliență, tratate termic prin călire pentru punere în soluție de la temperaturi diferite, urmată fie de o călire la temperaturi scăzute și de o îmbătrânire prin revenire, fie de o îmbătrânire primară și o îmbătrânire secundară (prin revenire).



- a -

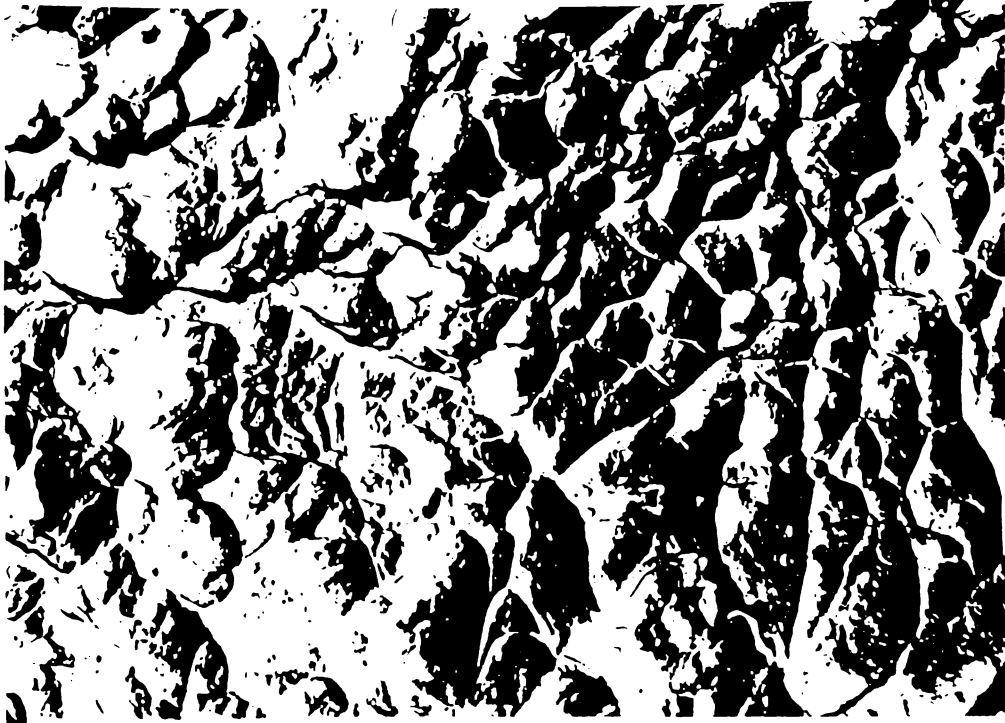
x 5000



- b -

x 5000

Fig. 4.8 Microfractografia probelor de tracțiune (a) și de reziliență (b) supuse călirii pentru punere în soluție de la 1050°C, urmată de refrigerare (-70 ... -80)°C și de revenire la 450°C



- a -

x 5000



- b -

x 5000

Fig. 4.9 Microfractografia probelor de tracțiune (a) și de reziliență (b) supuse călirii pentru punere în soluție de la 950°C, urmată de refrigerare (-70 ... -80)°C și de revenire la 450°C



- a -

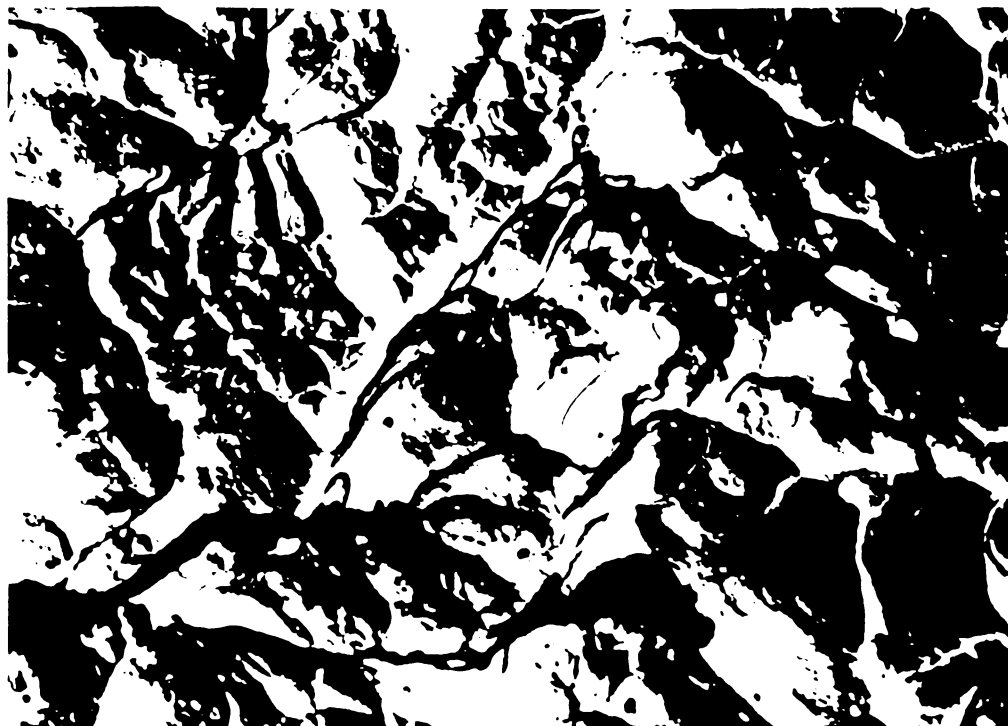
x 5000



- b -

x 5000

Fig. 4.10 Microfractografia probelor de tracțiune (a) și de reziliență (b) supuse călirii pentru punere în soluție de la 1050°C, urmată de îmbătrânire primară la 700°C și de îmbătrânire secundară la 450°C



- a -

x 5000



- b -

x 5000

Fig. 4.11 Microfractografia probelor de tracțiune (a) și de reziliență (b) supuse călirii pentru punere în soluție de la 950°C, urmată de îmbătrânire primară la 700°C și de îmbătrânire secundară la 450°C

Dacă la probele de tracțiune ruperea se produce în totalitate prin alunecare și are caracter ductil, la probele supuse solicitărilor dinamice, deși rămâne predominant caracterul ductil (pese 60%) se constată existența unor zone relativ mari de rupere fragilă.

Pe suprafețele de rupere ductilă se observă formarea unor scobituri sau cavități care au o structură concavă, rezultată în urma ruperii mai multor vacanțe care se inițiază și se multiplică în cursul procesului de deformare plastică.

La probele la care planul de rupere a fost perpendicular pe axa de solicitare, cavitățile formate sunt predominant echiaxiale.

În cazurile când planul de rupere a fost altul decât cel perpendicular pe axa forței, cavitățile au o formă alungită, ușor parabolică, orientate cu axa către tensiunea principală.

Alături de aceste cavități pe imaginile microfractografice mai apar alte caracteristici cum ar fi clivajul și precipitățile de carburi sau de alte faze secundare.

4.3 Sensibilitatea la durificare prin tratament termomecanic

Oțelurile inoxidabile cu transformare controlată se supun de fiecare dată tratamentului termic de călire pentru punere în soluție de la temperaturi cuprinse între 950 și 1050°C. În aceasta stare ele au o microstructură formată în principal din austenită metastabilă iar la unele compoziții chimice mai poate apare până la 20% ferită δ , constituent care persistă pe tot parcursul tratamentului termic. Întrucât aceste oțeluri sunt complex aliate, compoziția lor chimică trebuie să fie echilibrată foarte îngrijit. S-a demonstrat în paragrafele anterioare că pentru obținerea spectrului de proprietăți mecanice dorite este necesară transformarea austenitei într-o martensită cu conținut scăzut în carbon care să poată fi durificată ulterior prin tratament de îmbătrânire artificială. Promovarea transformării martensitice poate avea însă loc și prin aplicarea unor tratamente termomecanice.

Literatura de specialitate atestă că prin aplicarea unui tratament termomecanic pot fi obținute creșteri ale caracteristicilor de rezistență mecanică cu 25-30% pentru același nivel de plasticitate, deci se consideră a fi una dintre modalitățile eficace, practice și economice, de durificare a oțelurilor înalt aliate.

Cercetările efectuate și-au propus să contribuie la evidențierea naturii schimbărilor microstructurale și submicrostructurale responsabile de durificarea prin tratament termomecanic a acestui oțel inoxidabil, utilizând ca mijloace de investigație microscopia optică și analiza röntgenostructurală.

Un număr de semifabricate recoapte sub formă de bare cilindrice au fost supuse ciclului de tratament termomecanic din fig.4.12.

Deformarea la rece a microstructurii de călire pentru punere în soluție cu grade de reducere a secțiunii de 5...40% s-a efectuat fără nici o dificultate. Se știe că procesul de deformare plastică determină și stimulează desfășurarea transformărilor de fază, indiferent dacă acestea se bazează sau nu pe deplasarea prin difuzie a atomilor (transformări polimorfe, descompunerea soluțiilor solide, transformări ordine-dezordine, etc.). S-a arătat de exemplu că după deformarea plastică, mobilitatea prin difuzie crește în întregul material de 2 ori, iar pe limitele dintre grăunți de 3 ori. Dacă însă se formează o structură de poligonizare (prin mențineri îndelungate după deformare la anumite temperaturi) difuzia este încetinită prin efectul rețelei de dislocații de fixare a particulelor disperse. Apar așadar aspecte contradictorii, în funcție de starea materialului, deformarea promovând fie o accelerare a transformării, fie o creștere a stabilității structurale. Influența deformării plastice asupra stimulării transformărilor de fază trebuie analizată și din punct de vedere al rolului imperfecțiunilor de rețea cristalină (dislocații, vacanțe, defecte de împachetare, etc.), ca locuri preferențiale de germinare în procesele de precipitare.

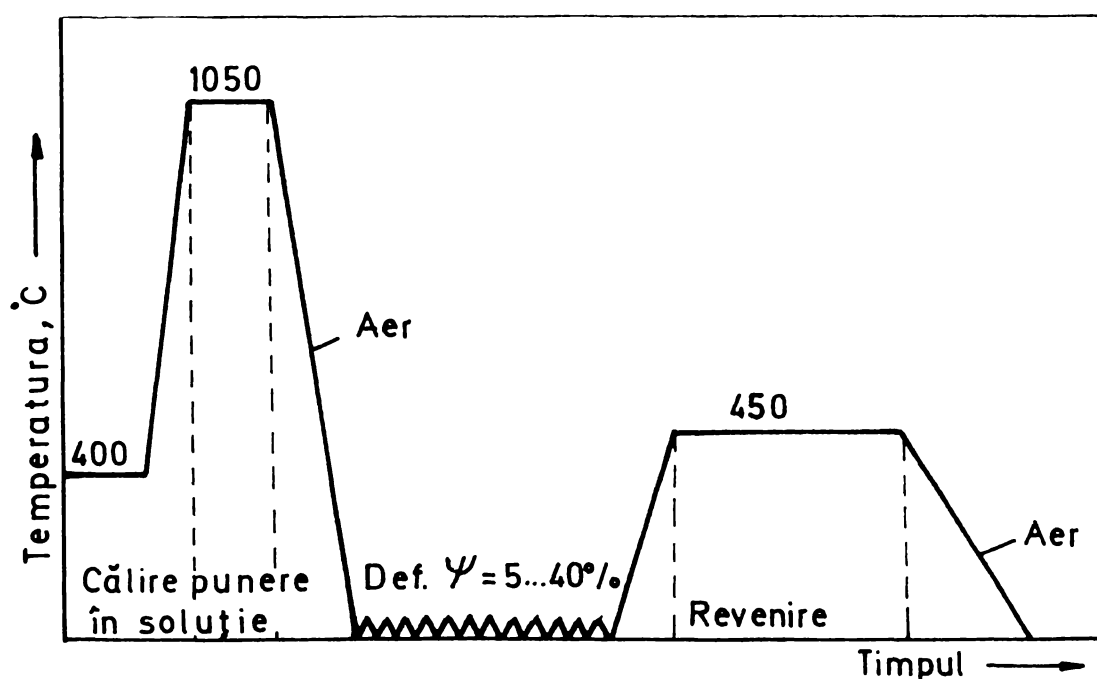


Fig.4.12 Ciclograma tratamentului termomecanic aplicat

Punerea în evidență a modificărilor micro- și submicrostructurale rezultate în urma aplicării acestei variante de tratament termomecanic va permite justificarea stării de înaltă rezistență atinse de acest material.

În urma călirii pentru punere în soluție microstructura acestui oțel este predominant austenitică, cu o proporție relativ redusă de martensită și de ferită δ (fig. 4.13).



Fig.4.13 Microstructura oțelului analizat după călire pentru punere în soluție de la 1050°C

Prin deformare la rece intervin modificări care ilustrează ecrusarea mecanică a austenitei și martensitei (distorsiuni și fragmentări ale grăunților cristalini), o ecrusare fazică determinată de transformarea austenitei în martensită și un proces evident de îmbătrânire la deformare.

Aceste fenomene se materializează prin:

- o ușoară alungire (orientare) a grăunților, mai pronunțată la grade mari de deformare ;
- mărirea proporției de martensită în microstructură, ca rezultat al ridicării temperaturii critice M_s ;
- prezența unui precipitat pe limitele grăunților austenitici și a lamelelor de martensită care sunt net conturate ca urmare a creșterii sensibilității lor la atacul metalografic ;
- la grade mai mici de deformare (5...15%) martensita apare sub formă de pachete de cristale aciculare subțiri orientate la fel, zimțate pe limite datorită îngrădirii

proceselor de alunecare; pe limitele și în interiorul lor se observă concentrarea unor carburi globulare mici care cresc cantitativ o dată cu gradul de reducere a secțiunii ;

- la deformări mari (30 – 40%) se constată o modificare a morfologiei martensitei (din aciculară în lamelară), o fragmentare a acesteia și o creștere a cantității și dispersiei particulelor fine de carburi precipitate .



Fig.4.14 Microstructura de călire – deformare cu $\psi = 15\%$



Fig.4.15 Microstructura de călire – deformare cu $\psi = 35\%$

În concordanță cu aceste aspecte microstructurale, duritatea și celelalte caracteristici de rezistență mecanică cresc atingând un maxim corespunzător gradului de deformare de 35% (fig.4.16).

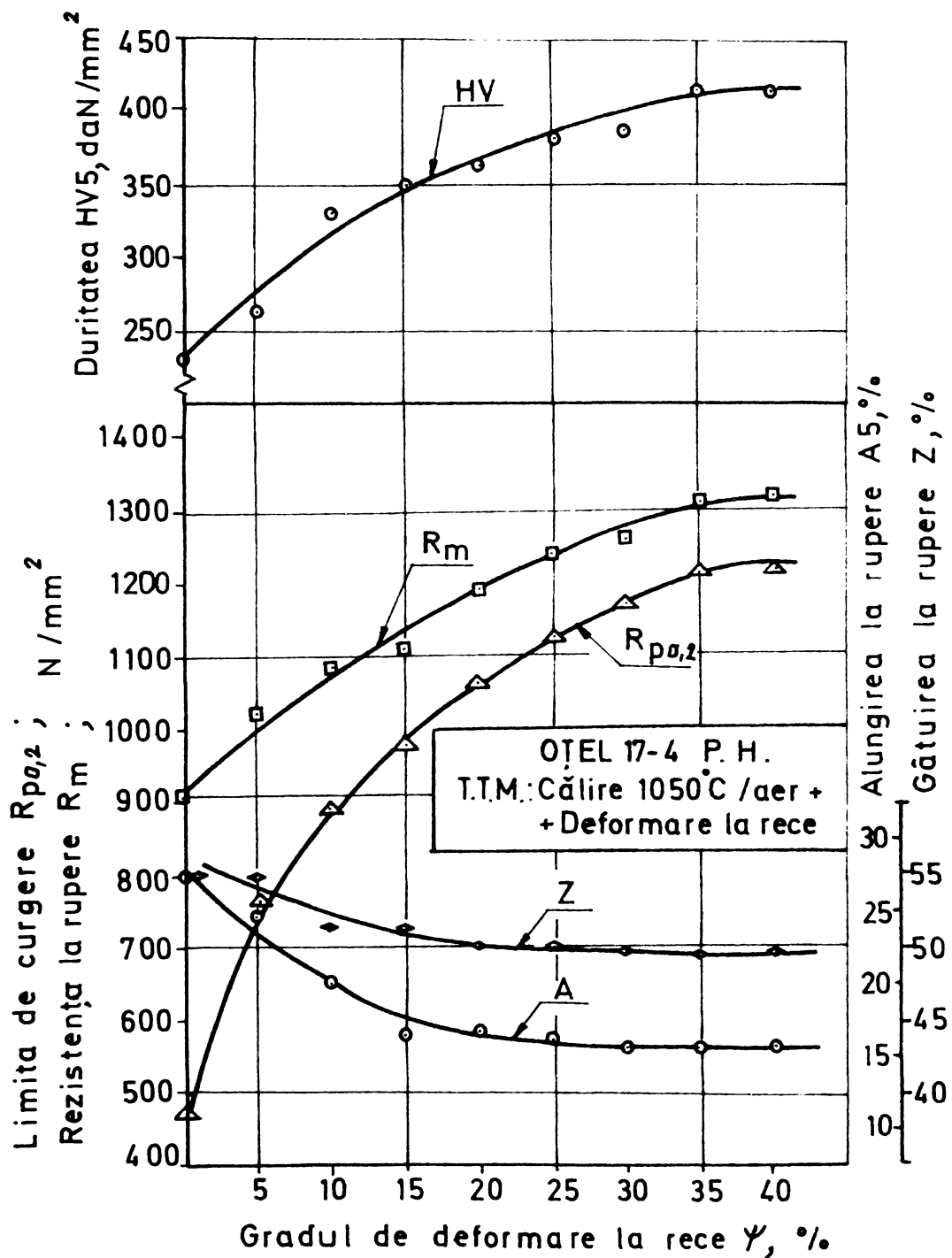


Fig. 4.16 Variația unor caracteristici mecanice cu gradul de deformare la rece

Pornind de la considerentele teoretice care explică mecanismul durificării realizate prin ecruisare fazică (la transformarea martensitică) și prin ecruisare mecanică (la deformarea austenitei și martensitei) se preconizează că și în cazul revenirii microstructurii deformate vor interveni modificări importante în ceea ce privește mecanismul de precipitare.

Microstructurile redată în fig.4.17 și 4.18 vin să confirme aceste afirmații, reliefând

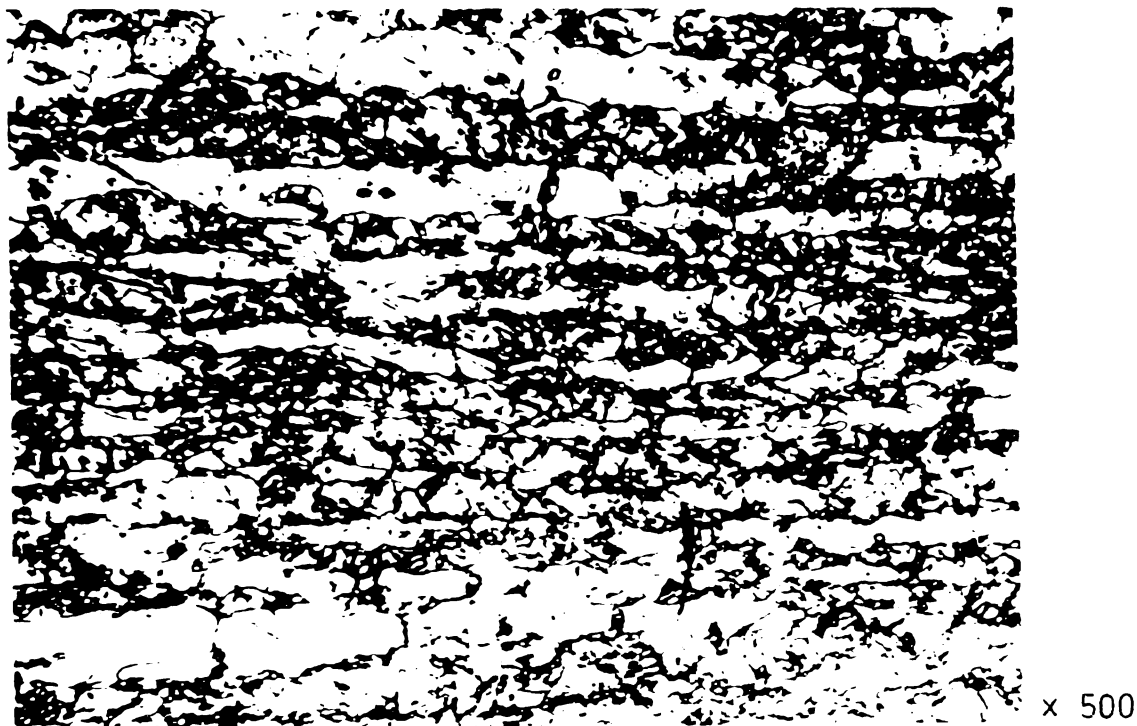


Fig 4.17. Microstructura de călire – deformare cu $\psi = 15\%$ și revenire la $450^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{aer}$



Fig.4.18 Microstructura de călire – deformare cu $\psi = 35\%$ și revenire la $450^{\circ}\text{C}/2\text{h}/\text{aer}$

creșterea gradului de dispersie a particulelor de carburi prin catalizarea proceselor de germinare pe numeroasele suprafețe preexistente (dislocații, macles, plane de alunecare, limite și sublimite) precum și de localizare a proceselor de difuzie în anumite microdomenii (rețele de sublimite). O asemenea structură fină explică durificarea suplimentară apărută în urma revenirii la temperatura considerată (fig.4.19).

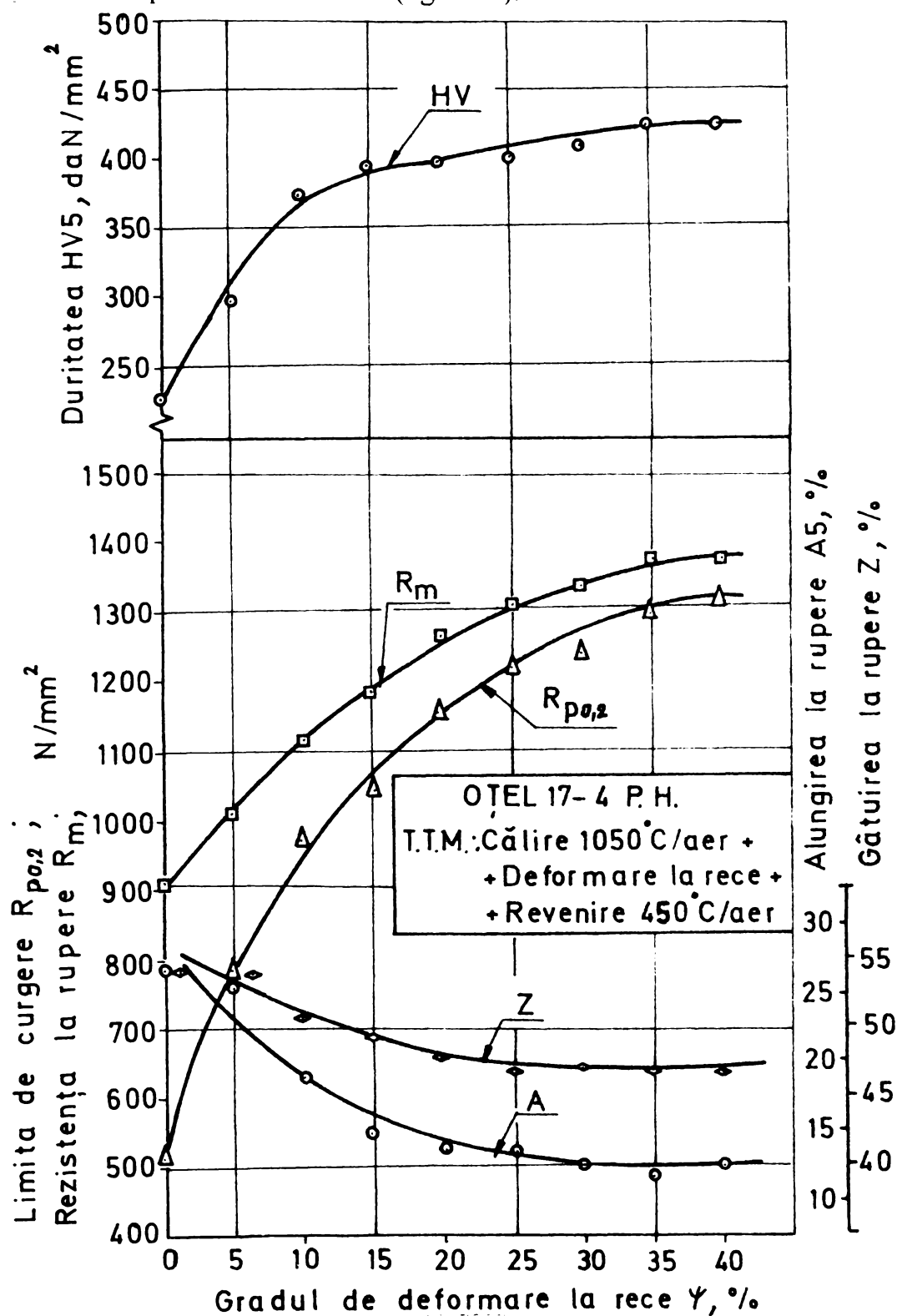


Fig.4.19 Variația unor caracteristici mecanice cu gradul de deformare la rece după revenire la 450°C

Determinarea anumitor elemente de substructură s-a făcut prin analiză röntgenostructurală. Pentru aceasta s-a utilizat un difractometru de tip DRON3 care a fost prevăzut cu un sistem de înregistrare automată a diagramelor lățirii liniilor de interferență.

Lățimea totală măsurată a liniilor de difracție fiind influențată și de condițiile experimentale, deci de factorii geometriei, influența lor se elimină considerând o probă etalon. După efectuarea unei corecții ținând seama de influența dubletului radiației K_{α} , rezultă o lățire reală a liniei de difracție, determinată numai de factorii structurali și care reflectă global efectul tratamentului termomecanic asupra structurii fine a oțelului.

În fig.4.20, 4.21 și 4.22 sunt prezentate 3 spectre de difracție reprezentative, care pun în evidență creșterea cantității de austenită transformată în principal în cursul deformării plastice la rece și în mai mică măsură prin revenirea ulterioară.

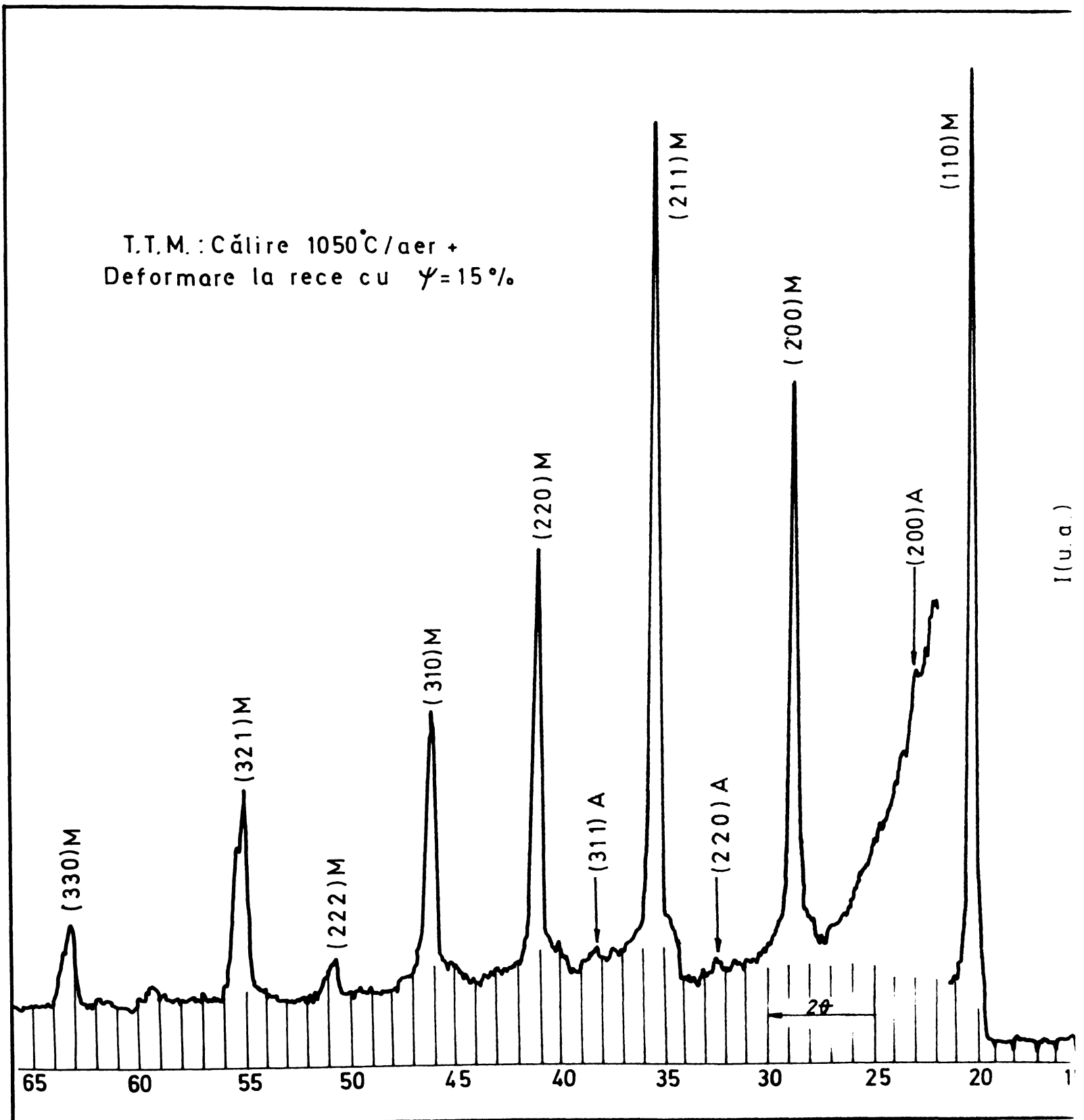


Fig.4.20 Spectrul de difracție caracteristic oțelului supus călirii pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de deformare la rece cu $\psi=15\%$

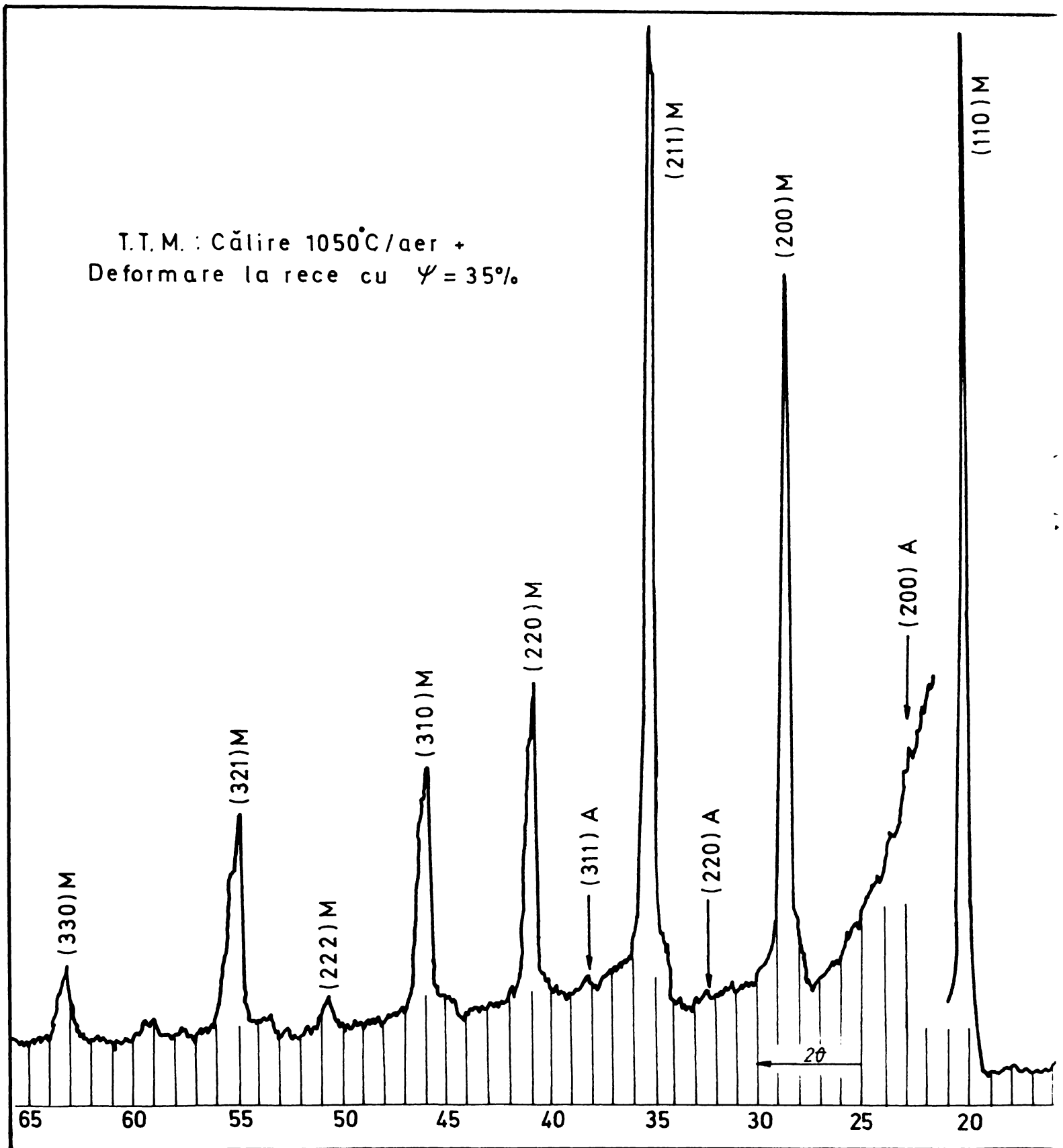


Fig.4.21 Spectrul de difracție caracteristic oțelului supus călirii pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de deformare la rece cu $\psi=35\%$

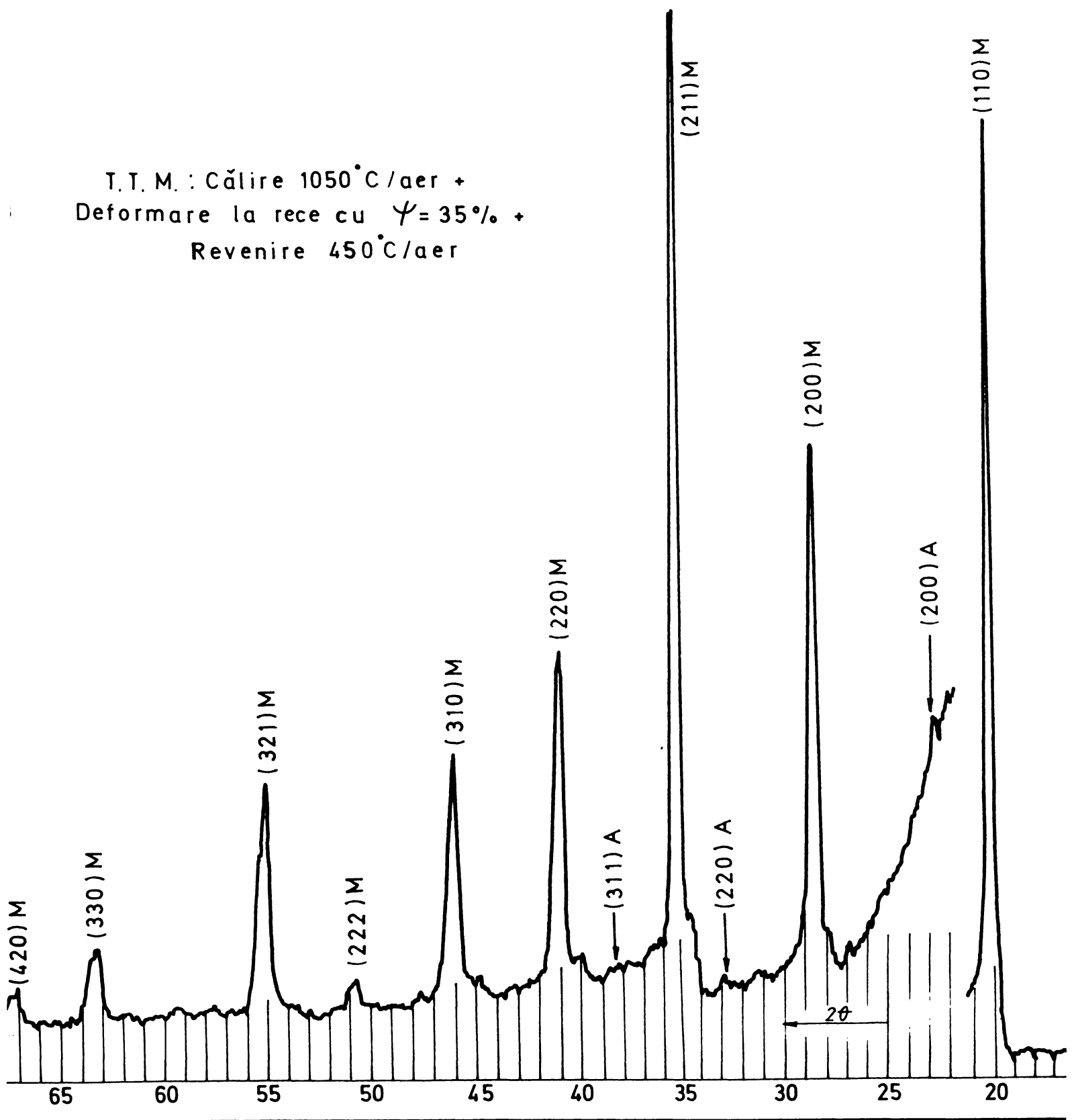


Fig.4.22 Spectrul de difracție caracteristic oțelului supus călirii pentru punere în soluție de la 1050°C urmată de deformare la rece cu $\psi=35\%$ și de revenire la 450°C

REZISTENȚA LA CAVITAȚIE ȘI LA COROZIUNE INTERCRISTALINĂ A OȚELULUI DEZVOLTAT

5.1 Introducere

Cavitația este un fenomen caracterizat prin apariția, dezvoltarea și surparea bruscă a unor goluri (cavități) umplute cu vapori și gaze în masa unui lichid atunci când temperatura sa este constantă iar presiunea scade la o anumită valoare critică (fig.5.1). În cazul turbinelor hidraulice acest fenomen se manifestă prin zgomote, vibrații, eroziune și scăderea randamentului.

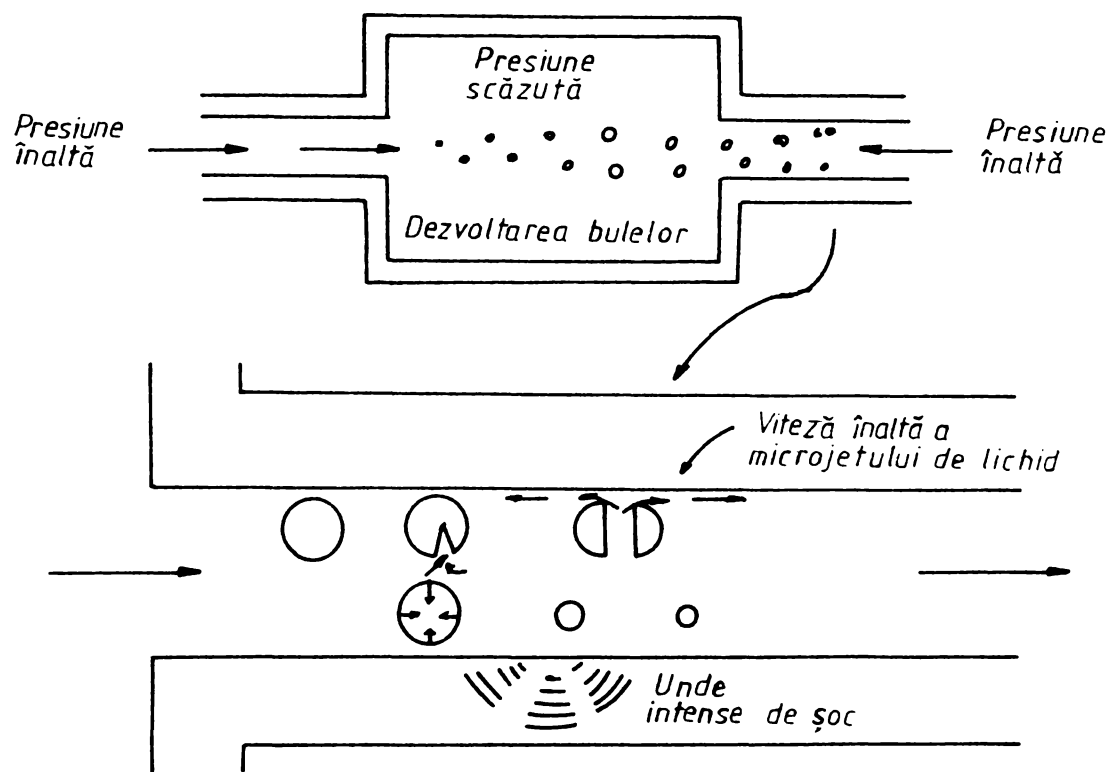


Fig.5.1 Fenomenul de cavitație

Procesul distrugerii cavitaționale a materialelor solide este extrem de complex deoarece implică două aspecte fundamentale distincte care se intercondiționează reciproc. Unul dintre acestea este de natură hidrodinamică specific fenomenului de cavitație, iar cel de-al doilea este de natură fizico-mecanică și este caracteristic solicitării și degradării materialului prin oboseală.

Cercetările efectuate până în prezent au condus la următoarele mecanisme posibile de distrugere prin cavitație:

a. **Mecanismul mecanic** caracterizat prin:

- acțiunea de distrugere a undelor de șoc, sau prin
- acțiunea microjeturilor;

b. **Mecanismul chimic** caracterizat prin

- acțiunea de distrugere pur chimică și
- acțiunea electrochimică.

5.2 Influența microstructurii asupra rezistenței la cavitație

Natura materialului solid caracterizată prin compoziția chimică și îndeosebi prin structura microscopică are o influență puternică asupra rezistenței față de distrugerea prin cavitație. Explicația are la bază pe de o parte rezistența diferită la deformare plastică, iar pe de altă parte, sensibilitatea diferită la ecrusare mecanică a constituenților structurali.

Astfel, **ferita** are cea mai mică rezistență la cavitație, degradarea inițiindu-se pe limitele grăunților și progresând în întreaga masă a acestora.

În cazul **microstructurii perlitice** cavitația apare pe limita de separație dintre faze (ferită și cementită) propagându-se treptat spre zona feritică.

La un oțel cu **matrice perlitică și rețea de ferită**, deteriorarea se amorsează și se dezvoltă treptat în grăunții de ferită pentru ca ulterior să atace și grăunții de perlită. Comportarea la cavitație depinde și de forma cementitei (lamelară sau globulară) perlitice. Experimental s-a demonstrat că perlita lamelară are o rezistență la cavitație de circa 10 ori mai mare decât cea globulară.

Distrugerea prin cavitație a **austenitei** începe la limitele grăunților, propagându-se spre interiorul acestora, apărând unele particularități. În funcție de natura și cantitatea elementelor de aliere, sub acțiunea șocurilor hidraulice austenita fie că se va deforma plastic și se va distruge (austenită stabilă), fie că se va transforma în martensită (austenită metastabilă).

Structura martensitică are cea mai mare rezistență la cavitație, datorită omogenității sale. Martensita aciculară grosolană obținută prin călire de la temperaturi ridicate, mult peste A_{c3} posedă o rezistență la cavitație mult sub cea a martensitei aciculare fine. Acest fenomen se poate explica prin microfisurile care ar putea apare în urma călirii de la temperaturi ridicate sau prin mărirea eterogenității structurale ca urmare a creșterii cantității de austenită reziduală.

5.3 Conducerea programului experimental

În general, comportarea materialelor la solicitări prin implozia bulelor cavitaționale este reprezentată prin curbele de pierdere masică în funcție de durata de testare. Această descriere integrală a reacției materialului constituie în prezent cea mai frecventă metodă folosită. Comparativ cu alte metode, ea are marele avantaj că poate fi condusă în laborator și că oferă rezultate cantitative.

Formarea și comportarea bulelor cavitaționale este foarte ușor influențată de schimbarea parametrului geometric și hidrodinamic. Totuși, este posibil ca în laborator prin conducerea îngrijită a cercetărilor să se obțină rezultate reproductibile.

Din oțelul tratat termic prin călire pentru punere în soluție urmată de refrigerare sau de îmbătrânire primară și de revenire la parametrii stabiliți anterior, au fost executate probe care au forma și dimensiunile din figura 5.2.

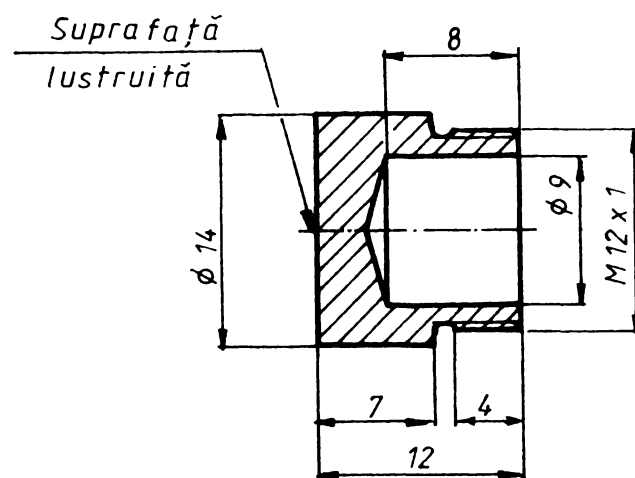


Fig. 5.2 Proba de cavitație

Acestea au fost testate la eroziune cavitațională într-o stațiune magnetostrictivă (fig.5.3) cu următoarele caracteristici:

- distanța de imersare a probei : 3 – 5 mm;
- frecvența de oscilație: 7000 Hz;
- amplitudinea oscilațiilor: 47 μm ;
- presiunea: presiunea atmosferică;
- mediul de lucru: apă potabilă la +20°C.

Durata totală a încercării a fost de 165 minute, fracționată în etape de 5, 10, 15 minute. După fiecare etapă de încercare probele au fost spălate în apă distilată, alcool și acetonă, iar ulterior au fost uscate în curent de aer și cântărite cu o balanță care permite citirea a șase cifre semnificative.

În urma testelor cavitaționale probele au fost secționare perpendicular pe suprafața de impact și pregătite metalografic în vederea evidențierii pe de o parte a sensibilității materialului la ecrisare mecanică, iar pe de altă parte, a modului de propagare a fisurilor de oboseală.

Totodată, suprafețele erodate au fost examinate la microscopul electronic cu baleiaj utilizând tehnica electronilor secundari .

Pe baza măsurătorilor gravimetrice au fost trasate curbele de pierdere masică (fig.5.4)

$\Delta m = f(t)$ și viteza de eroziune (fig.5.5) în funcție de timp,

în care:

$$v_{er} = \frac{\Delta m}{t} = f(t),$$

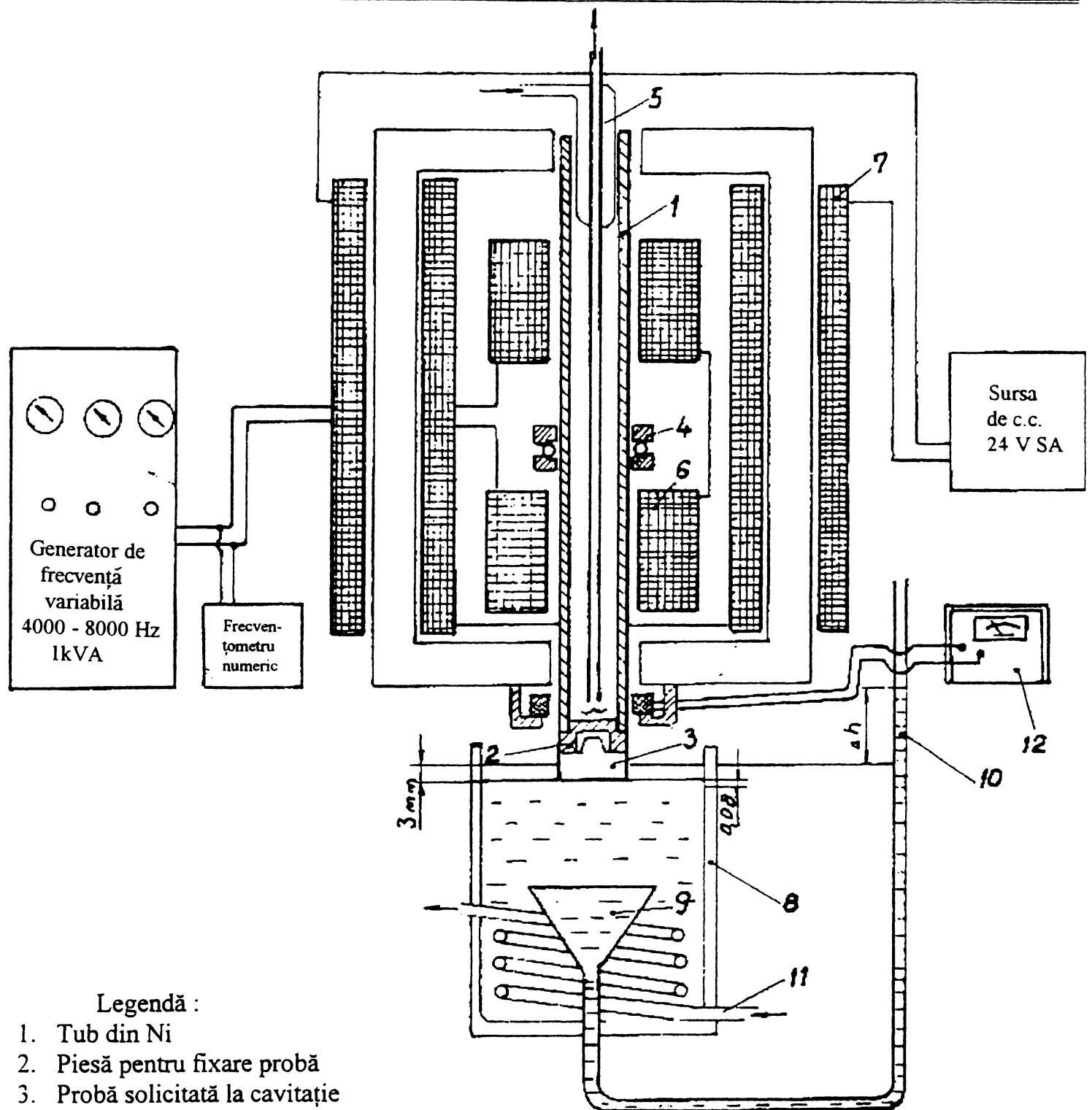
Δm – este diferența de masă față de valoarea determinată anterior;

t – reprezintă durata unei testări.

Analiza acestor curbe arată că oțelul inoxidabil cercetat posedă o rezistență deosebit de ridicată la eroziune cavitațională. Acest fapt se justifică prin structura microscopică fină obținută în urma tratamentelor termice aplicate, care asigură înalte caracteristici de rezistență mecanică. Ea este constituită în principal dintr-o martensită revenită în care precipitățile de carburi având un grad mare de dispersie și fiind în proporție relativ redusă contribuie la mărirea caracteristicilor de rezistență mecanică și deci la o rezistență mare la cavitație.

Degradarea lentă în timp cu viteză aproximativ constantă atestă o mică sensibilitate a oțelului la fenomenul de ecrisare mecanică.

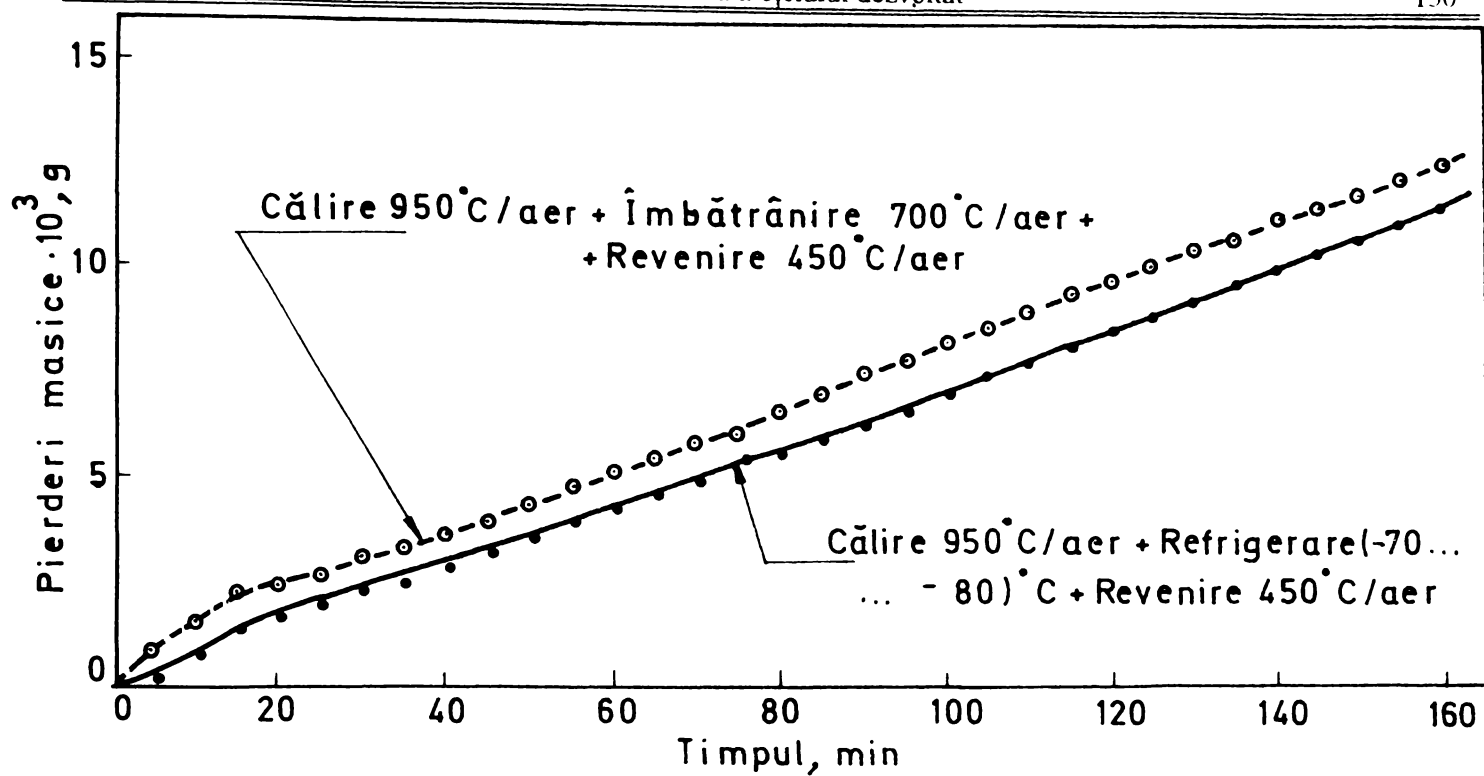
Curba gradient de duritate pe secțiunea transversală a probelor testate cavitațional (fig.5.6) evidențiază o grosime mică a stratului ecrisat și valori de duritate apropiate de cele ale materialului neafectat de deformare.



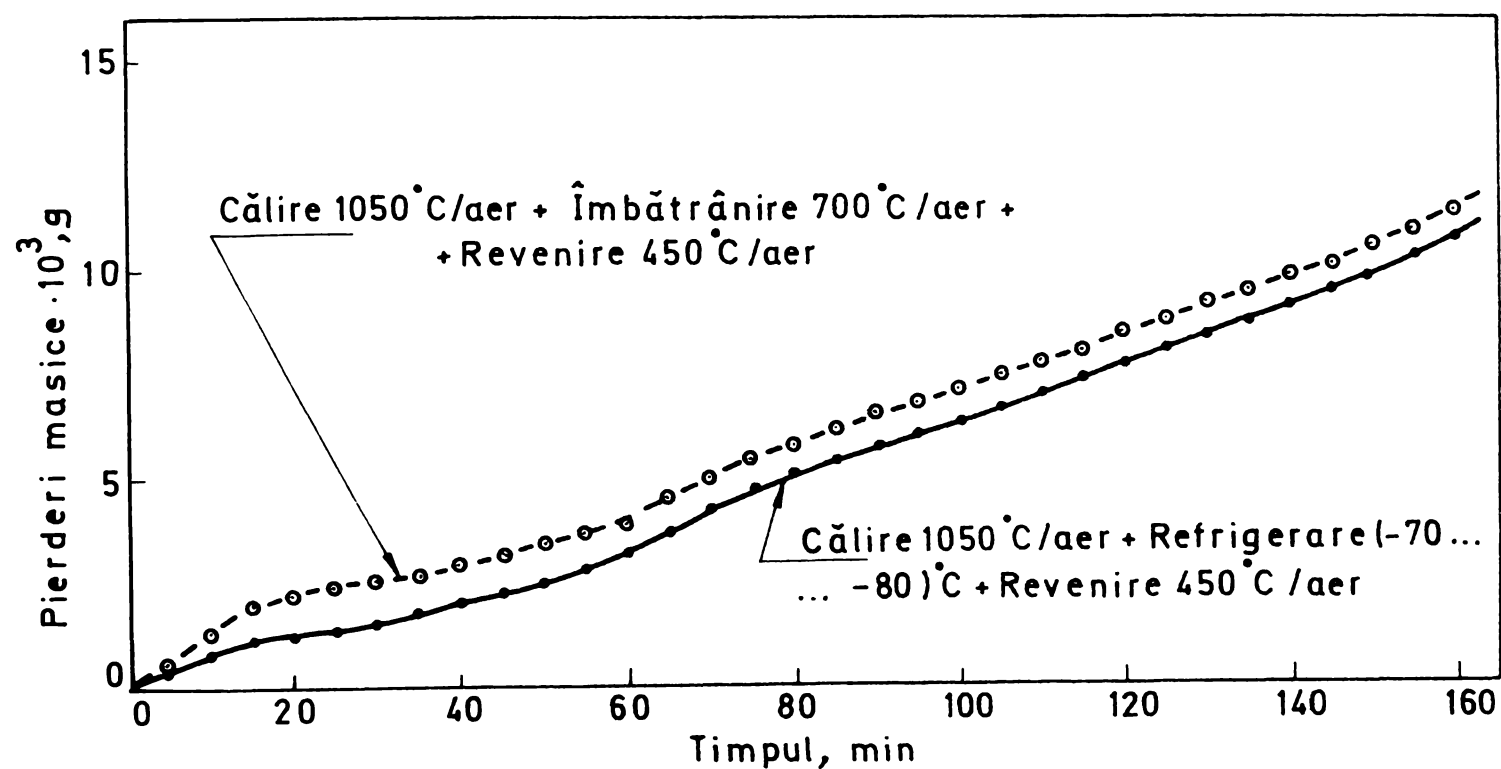
Legendă :

1. Tub din Ni
2. Piesă pentru fixare probă
3. Probă solicitată la cavitație
4. Sistem inelar pentru fixarea tubului din nichel
5. Sistem de răcire a tubului din nichel
6. Bobine de curent alternativ
7. Bobine de curent continuu
8. Vas cu lichid de lucru
9. Pâlnie pentru captare unde sonice
10. Piezometru pentru măsurarea amplitudinii vibrațiilor
11. Serpentină de răcire a mediului de lucru
12. Aparat electric pentru măsurarea amplitudinii vibrațiilor

Fig.5.3 Schema stațiunii magnetostrictive

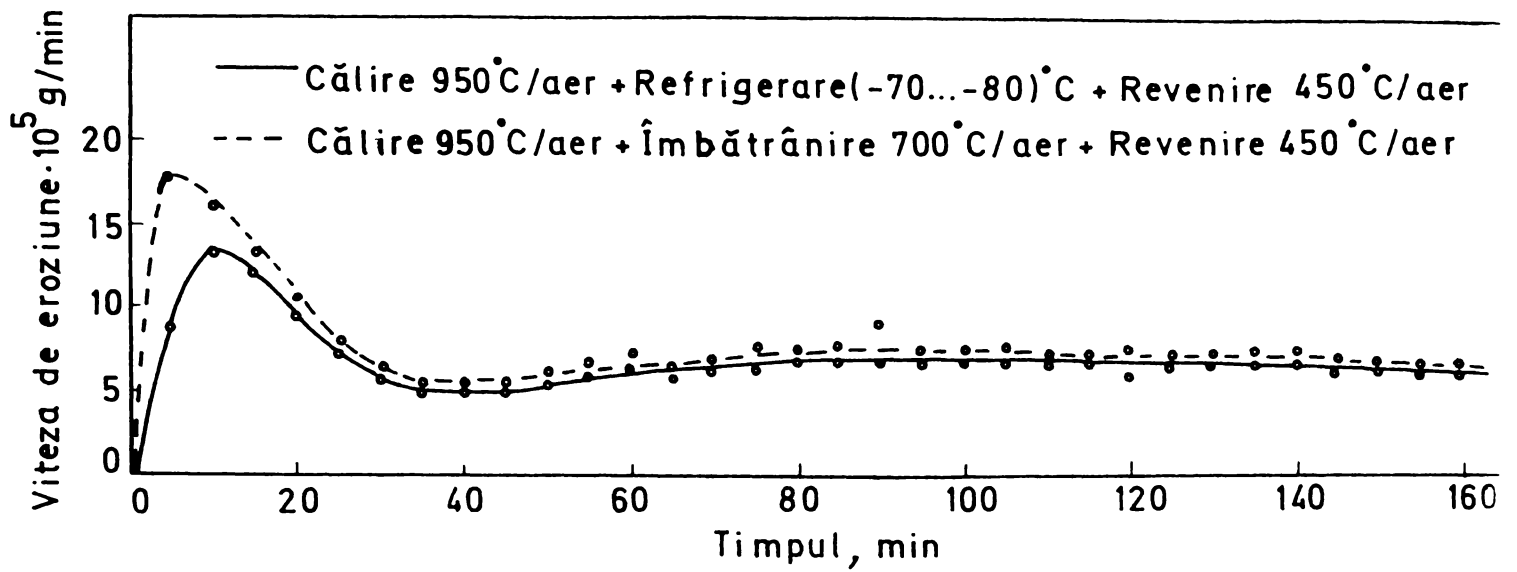


- a -

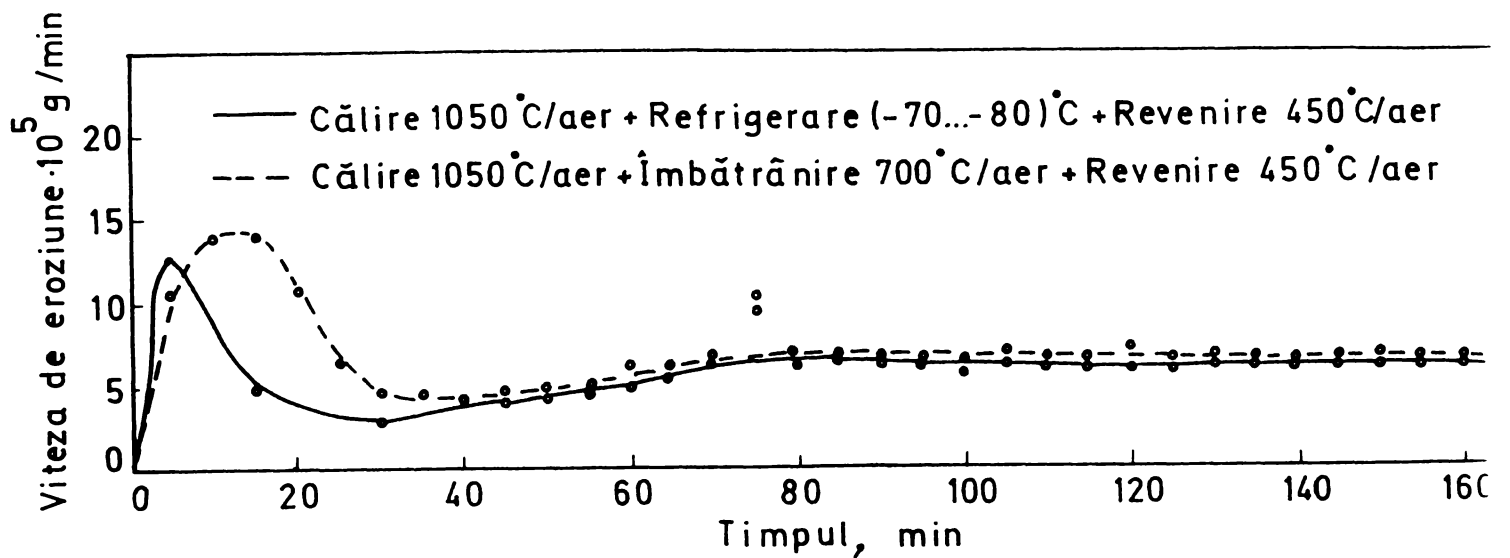


- b -

Fig.5.4 Evoluția în timp a pierderilor masice: a – temperatura de punere în soluție, 950°C;
b – temperatura de punere în soluție, 1050°C



- a -



- b -

Fig.5.5 Evoluția în timp a vitezei de eroziune: a – temperatura de punere în soluție, 950°C;
b – temperatura de punere în soluție, 1050°C

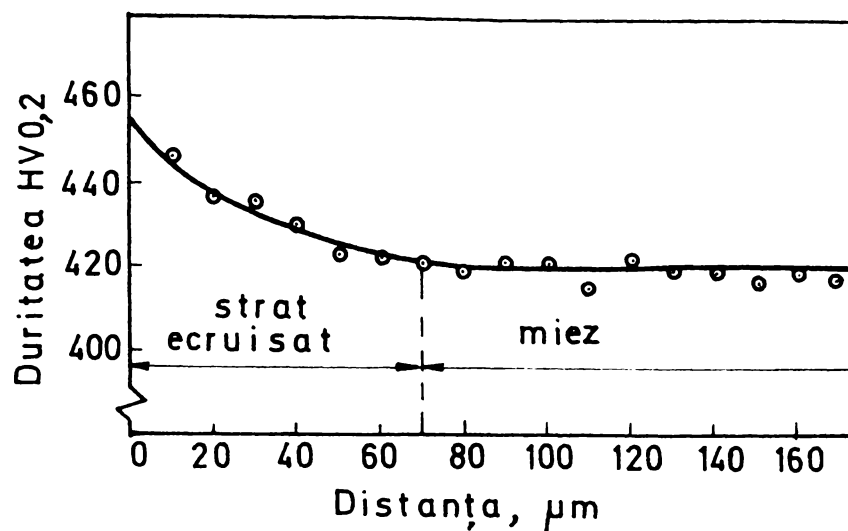
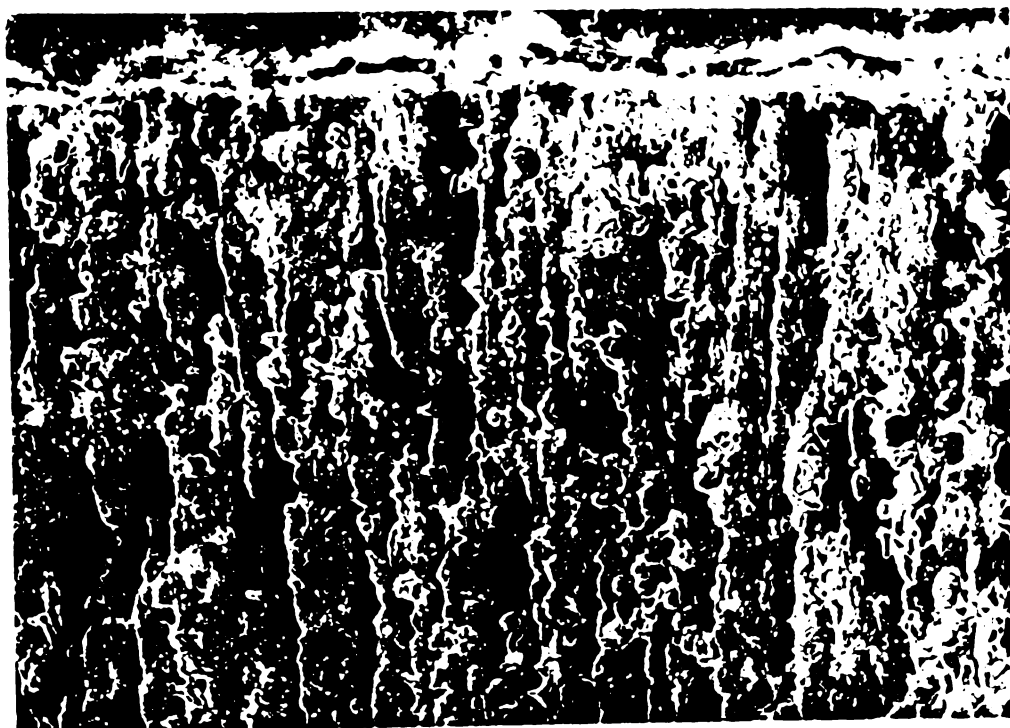


Fig.5.6 Curba gradient de duritate pe secțiunea stratului ecruisat mecanic – stare de tratament: călire pentru punere în soluție + refrigerare + revenire

Examinarea la microscopul electronic cu baleiaj (MEB) a secțiunilor prin probele erodate, reliefează prezența stratului de suprafață ecruisat mecanic și a smulgerilor de carburi și de alte faze secundare fragile incoerente cu rețeaua cristalină a masei de bază (fig.5.7).

De asemenea, pe suprafețele deteriorate, sub acțiunea imploziilor bulelor cavitaționale se observă formarea unei multitudini de microcratere cu un diametru de cca. 3 – 11 μm (fig.5.8).

Amorsarea smulgerilor de material are loc îndeosebi pe particulele de compuși fragili existenți în masa de bază feritică. Întrucât acest oțel prezintă înalte caracteristici de rezistență mecanică, vârfurile de presiune nu conduc la intense procese de curgere ci doar la creșterea semnificativă a densității de dislocații cu formarea ulterioară a fisurilor și propagarea ruperii prin oboseală.



- a -

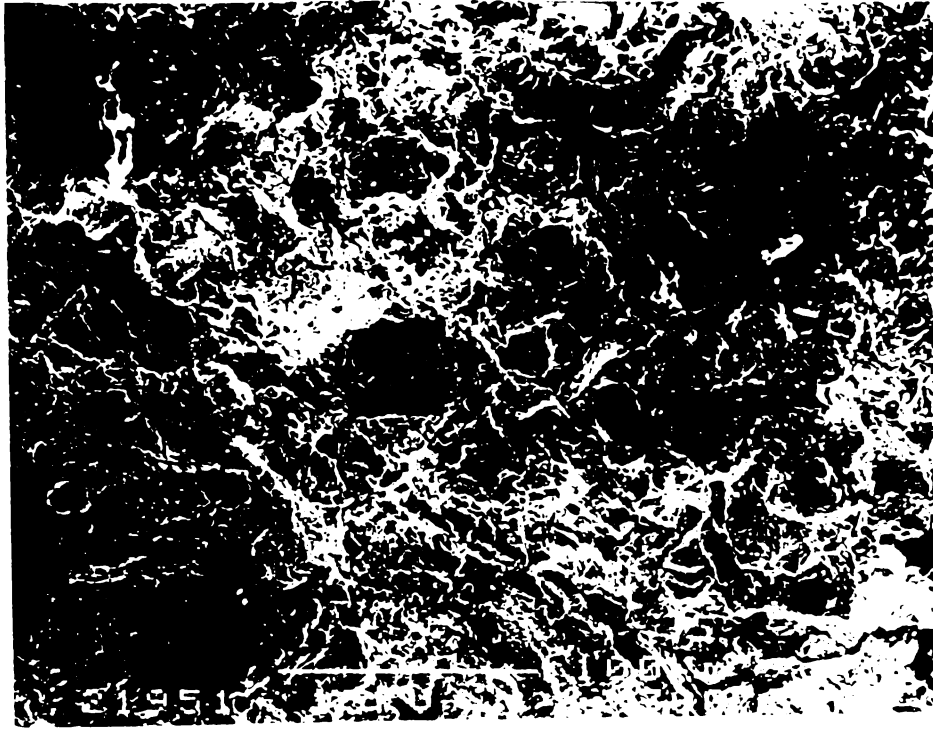
x 300



- b -

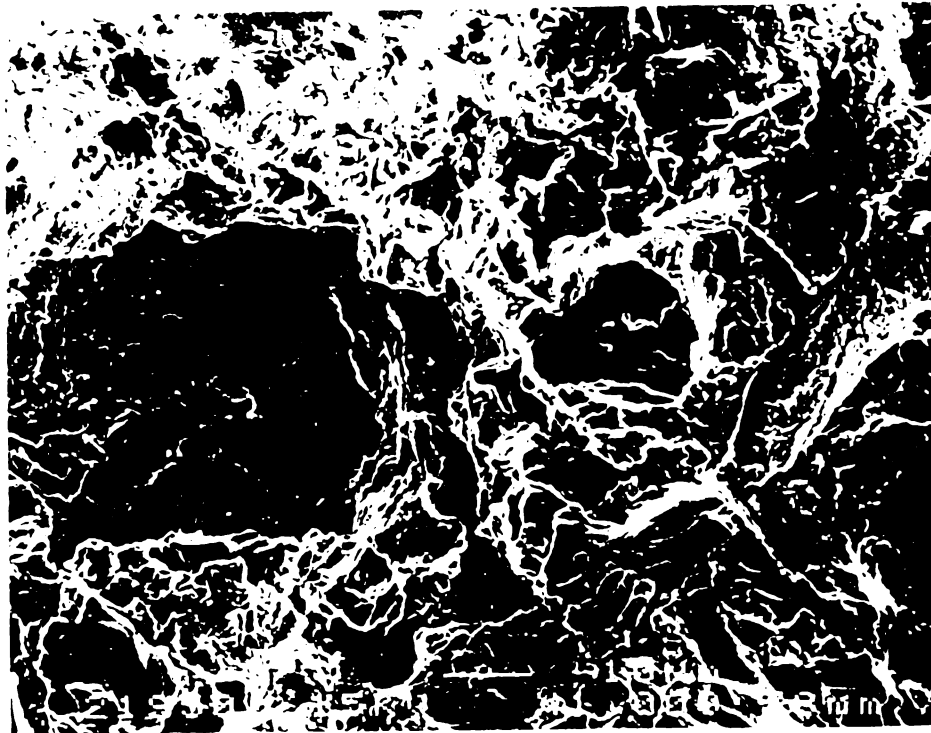
x 1000

Fig.5.7 MEB – Strat de suprafață ecruiat mecanic –stare de tratament: călire pentru punere în soluție 1050° C + refrigerare + revenire



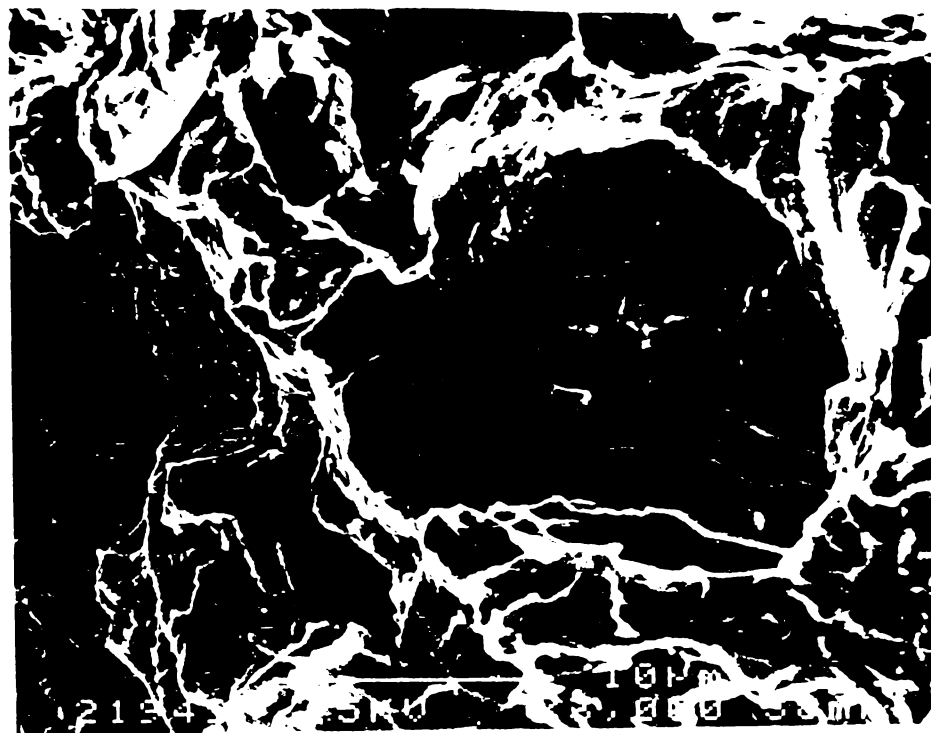
- a -

x 300



- b -

x 1000



- c -

x 3000

Fig.5.8 MEB - Aspectul suprafețelor deteriorate cavitațional; stare de tratament - călire pentru punere în soluție 1050°C + refrigerare + revenire 450°C

Degradarea suprafeței probelor are un caracter punctiform. Deoarece dimensiunea unei bule cavitaționale este de circa 0,1 mm, deci suficient de aproape de dimensiunile unor grăunți cristalini, orientarea atacului cavitațional se face către fiecare grăunte. Dacă solicitarea cavitațională depășește limita de curgere a cristalelor individuale, deteriorarea materialului se va produce prin efectul undelor de șoc. În cazul unei acțiuni de durată a undelor de șoc, materialul se va deteriora printr-un proces de oboseală mecanică. Existența unor striuri paralele mai mult sau mai puțin rectilinii pe suprafețele atacate cavitațional și examinate la microscopul electronic cu baleiaj, justifică prezența mecanismului de rupere prin oboseală. Evident, configurația acestor striuri depinde de amplitudinea ciclurilor de solicitare. Alături de aceste mici striuri, pe suprafețele degradate se va putea remarca existența unor zone de clivaj ductil care corespund planelor de alunecare.

5.4. Influența Cr și Ni asupra rezistenței la coroziune intercristalină

Coroziunea reprezintă fenomenul de distrugere a materialelor metalice sub acțiunea mediului ambiant. Atacul coroziv se declanșează la suprafață, respectiv pe limita metal – mediu și se propagă progresiv în adâncime. În majoritatea cazurilor, materialele metalice își

pierd luciul caracteristic și se acoperă cu produse de coroziune. Proprietățile mecanice se degradează brusc chiar când aspectul exterior al suprafeței nu suferă nici o modificare.

După mecanismul acestui fenomen se distinge:

- **coroziunea chimică**, datorată acțiunii gazelor (coroziunea gazoasă) și neelectroliților (petrolul și derivatele sale);
- **coroziunea electrochimică**, provocată de acțiunea electroliților, acizilor, bazelor și sărurilor. Tot aici intră și coroziunea atmosferică precum și cea produsă de sol.

Dintre formele de coroziune electrochimică, cea mai periculoasă este **coroziunea intercrystalină**. Ea se propagă de-a lungul limitelor grăunților cristalini ca urmare a potențialului lor electrochimic mai scăzut. Deși nu provoacă modificări perceptibile ale suprafeței, această formă de coroziune progresa rapid în adâncime pe limitele grăunților degradând brusc proprietățile mecanice ale materialului.

Adăosul de 12 – 13%Cr într-un oțel face ca potențialul electrochimic al acestuia să fie pozitiv și deci să devină rezistent la coroziune în atmosferă, apă de mare, apă potabilă și vapori de apă. Condiția esențială de obținere a unei rezistențe mari la coroziune a oțelurilor cu 13%Cr este ca întregul conținut în crom să se afle dizolvat în soluția solidă. În acest caz el formează la suprafață o peliculă protectoare densă de tipul Cr_2O_3 .

Precipitarea carburilor diminuează conținutul în crom al soluției solide, structura devine bifazică și astfel rezistența la coroziune scade. Pentru cazul când o parte din crom este legat sub formă de carburi Cr_{23}C_6 , conținutul de crom rămas dizolvat în soluția solidă se poate aprecia cu relația:

$$\text{Cr}_{\text{dizolvat}} = \% \text{Cr} - 14,54 \times \% \text{C}$$

În cazul oțelurilor tratate termic prin călire și revenire, pentru a compensa pierderile în crom datorate precipitării carburilor, conținutul mediu în acest element din oțel va trebui deci să crească cu conținutul în carbon:

$$\% \text{Cr} = 11,74 + 14,54 \times \% \text{C}$$

Alierea acestor oțeluri cu 4 – 6%Ni, element puternic gamagen, provoacă lărgirea domeniului de existență al austenitei la concentrații mai mari în crom și la temperaturi mai scăzute, iar prin aceasta diminuarea sau chiar eliminarea feritei δ din microstructură.

Ca urmare, este de așteptat ca oțelul dezvoltat care are un conținut ridicat în Cr, cca. 4% Ni și alte elemente de aliere să aibă o rezistență mare la coroziune intercrystalină.

5.5. Metode de testare a rezistenței la coroziune intercristalină

Conform standardelor în vigoare, oțelurile inoxidabile se supun încercării la coroziune intercristalină după următoarele metode:

Metoda A. Epruvetele se introduc într-un balon de sticlă sau într-un vas Erlenmeyer, prevăzut cu refrigerent ascendent. Se folosește o soluție formată din 160 g sulfat de cupru, 100 ml acid sulfuric, 1000 ml apă distilată și așchii de cupru. Se recomandă minimum 10 ml soluție pentru fiecare cm^2 suprafață de epruvetă. Se face fierberea continuu timp de 24 ore, cu asigurarea permanentă a răcirii corespunzătoare a refrigerentului.

După fierbere, epruvetele sunt spălate și uscate iar ulterior se supun îndoirii la 90° și în final, examinărilor metalografice. Prin această metodă se testează sensibilitatea oțelului inoxidabil la coroziunea intercristalină datorată precipitărilor intergranulare.

Metoda B. Epruvetele se așază pe mărgele sau vată de sticlă într-un balon rotund sau conic din sticlă prevăzut cu refrigerent ascendent. În balon se introduce soluția fierbinte, în cantitate de cel puțin 5 ml pentru fiecare cm^2 suprafață de epruvetă și se marchează nivelul atins, care trebuie să se păstreze neschimbat pe tot parcursul încercării. Epruvetele imersate în soluția formată din 500 ml apă distilată + 236 ml acid sulfuric (95 – 98 %) + 25 g sulfat feric care conține cca. 75% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, se supun fierberii timp de 48 ore. În continuare, probele se scot din soluție, se spală, se usucă și se cântăresc. Urmează îndoirea la 90° a acestora și în final, examinările metalografice.

Această metodă permite evidențierea coroziunii intercristaline datorate precipitării carburilor și a unor faze intermetalice pe limitele grăunților cristalini.

Metoda C. Epruvetele se introduc într-un vas de sticlă cu refrigerent ascendent, așezându-se pe mărgele de sticlă. Înainte de încercare, epruvetele sunt cântărite individual. Ca soluție se folosește acid azotic p.a. $65 \pm 0,2\%$ masă cu densitatea de 1,39 ... 1,392 g / ml. Se recomandă 20 ml soluție pentru 1 cm^2 suprafață de epruvetă. Procesul de fierbere se desfășoară în 5 cicluri a câte 48 ore fiecare. După fiecare ciclu se face schimbarea soluției. În urma încercării are loc spălarea, uscarea și cântărirea epruvetelor, iar apoi urmează examinările metalografice.

Viteza de coroziune se calculează pentru fiecare ciclu de 48 ore cu ajutorul relației:

$$R = \frac{m \cdot 10^{-3}}{s \cdot \rho}, [\mu\text{m} / 48\text{h}]$$

în care : m – reprezintă pierderile masice în g / 48 ore;

ρ - densitatea materialului, s – suprafața totală a epruvetei.

Se face precizarea că $1\mu\text{m} / 48$ ore corespunde la $0,182$ mm / an.

Metoda se folosește cu precădere pentru testarea rezistenței la coroziune intercristalină datorată precipitării carburilor și fazei σ pe limitele grăunților de austenită sau ferită.

5.6. Rezultate experimentale

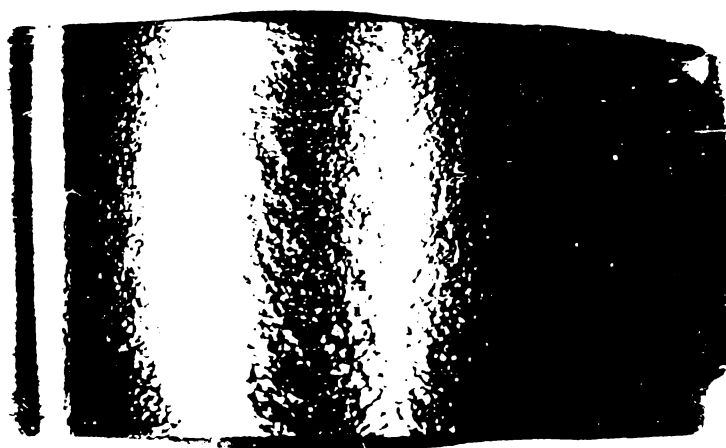
Experimentările de față au fost conduse pe probe de dimensiuni $5 \times 20 \times 50$ mm, care au fost supuse în prealabil tratamentelor termice analizate anterior.

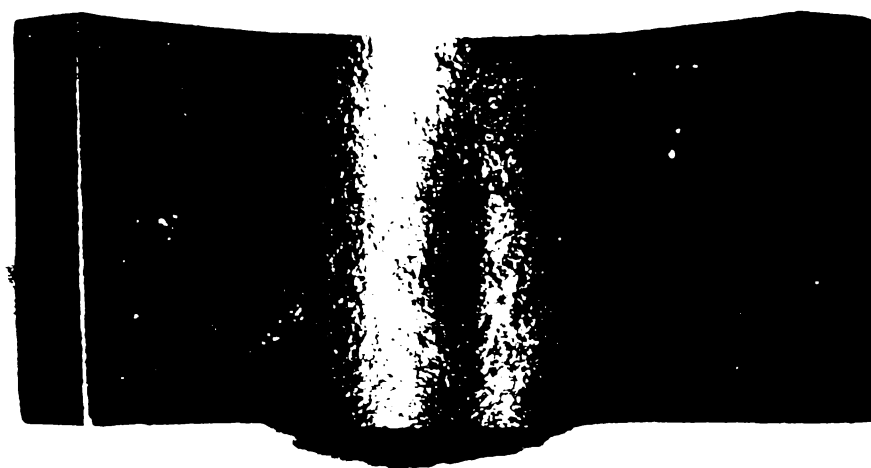
Încercarea la coroziune intercristalină s-a făcut prin metoda A.

În fig.5.9 se exemplifică imaginile macrografice ale unor probe îndoite la 90° , care demonstrează lipsa figurilor de coroziune.

Se face precizarea că aceste imagini efectuate la un stereomicroscop conțin atât suprafețele supuse unor solicitări de întindere (fig. 5.9 a) cât și pe cele solificate la compresiune (fig.5.9 b).Tratamentul termic aplicat probelor redată în fig.5.9 este compus dintr-o călire pentru punere în soluție de la 950°C urmată de o îmbătrânire primară la 700°C și de o revenire la 450°C . S-a considerat că la aceste probe apar cele mai multe carburi de crom precipitate din soluția solidă și că deci ele ar fi cele mai sensibile la coroziune intercristalină.

Și la celelalte variante de tratament termic aplicat nu s-a constatat apariția figurilor de coroziune intercristalină.



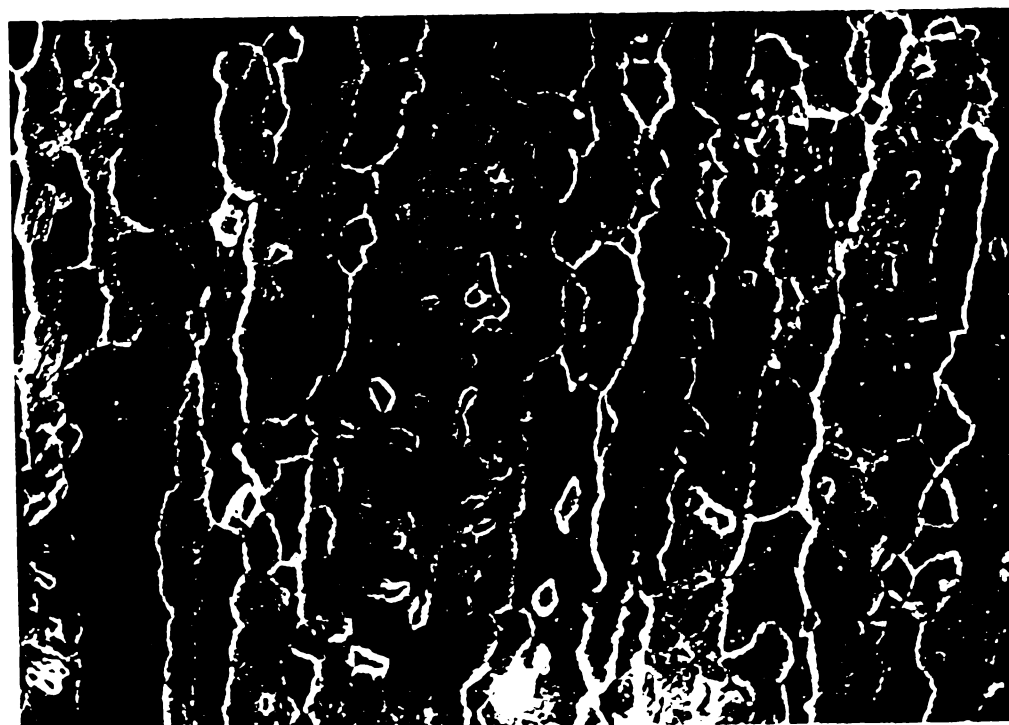


- b -

Fig.5.9 Macrografia probelor testate la coroziune intercristalină: a- suprafața întinsă;

b – suprafața comprimată

Microstructura acelorași probe (fig.5.10), examinate la microscopul electronic cu baleiaj arată clar că oțelul cercetat este insensibil la coroziune intercristalină



- a -

x 1000



- b -

x 1000

Fig.5.10 Microstructura probelor testate la coroziune intercristalină – stare de tratament termic: călire pentru punere în soluție 950°C + îmbătrânire primară 700°C + revenire 450°C

Explicația comportării bune la coroziune se bazează în esență pe compoziția chimică particulară a acestui oțel.

Ca urmare a conținutului scăzut în carbon fenomenele de precipitare a carburilor în oțelurile semi-austenitice sunt mai puțin intense decât în oțelurile aliate numai cu crom. La temperaturi ridicate, întreaga cantitate de carbon este dizolvată în austenită și această stare se modifică totuși puțin la transformarea martensitică. În cursul tratamentului termic de revenire se favorizează precipitarea unor carburi $M_{23}C_6$ de dimensiuni ceva mai mari și în cantitate redusă pe limitele grăunților, respectiv extrem de fine și în proporția cea mai mare în interiorul acestora, alături de carbonitruiri. De cele mai multe ori, aceste precipitări produc o sărăcire în crom a întregii suprafețe a grăunților cristalini. În consecință apariția coroziunii intercristaline va fi foarte rară la aceste oțeluri.

CONCLUZII ȘI CONTRIBUȚII ORIGINALE

Lucrarea de doctorat “ **Modalități de promovare a reacțiilor de durificare la oțelurile inoxidabile cu transformare controlată** ” se înscrie în tendința actuală a cercetărilor din domeniul Științei materialelor, de a găsi noi soluții care să permită realizarea unor aliaje superrezistente și de a valorifica mai complet potențialul de proprietăți mecanice prin aplicarea unor tratamente termice și termomecanice.

Principalele concluzii și contribuții originale ale lucrării pot fi sintetizate astfel:

1. Pornind de la cerințele impuse acestei categorii de oțeluri, au fost puse **bazele proiectării și dezvoltării în țara noastră** a unor asemenea materiale care să ofere o mai mare flexibilitate la prelucrările tehnologice și un spectru mai ridicat al proprietăților de întrebuințare.

Pe baza studiilor întreprinse au fost stabilite următoarele:

- proiectarea oțelurilor inoxidabile cu transformare controlată pornește de fiecare dată de la compoziția chimică de bază, 17%Cr – 4% Ni;
- asigurarea unor bune caracteristici de deformabilitate și de sudabilitate a fost posibilă printr-un conținut în carbon cuprins între 0,040 ... 0,14%;
- controlul proporției de ferită δ și al domeniului transformării martensitice se face atât prin valoarea temperaturii de încălzire pentru punere în soluție, cât și printr-un anumit raport între cantitatea elementelor de aliere formatoare de ferită , respectiv de austenită;
- întrucât Cr are caracter alfagen și coboară temperatura punctului Ms, au fost selectate elemente de aliere formatoare de austenită care să nu coboare acest punct critic sub temperatura camerei deoarece transformarea martensitică ar fi estompată. În acest sens s-a considerat că alierea cu Co este avantajoasă deoarece acest element are un caracter gamagen și totodată ridică temperatura Ms. Deoarece C și N , din motive obiective, nu pot fi folosite în concentrații mari pentru diminuarea cantității de ferită δ , a fost utilizat Ni care este elementul următor ca pondere în formarea austenitei. Din motive de preț de cost, pentru

reglarea poziției punctului Ms, alături de Ni s-a folosit Mn, care este un element mai ieftin și care permite controlul domeniului Ms – Mf.

2. Obținerea unui nou oțel inoxidabil cu transformare controlată a cărei compoziție chimică conduce la o microstructură alcătuită în principal din austenită metastabilă cu o proporție redusă de ferită δ (sub 20%) și de martensită.

Caracteristicile mecanice determinate prin încercări de tracțiune statică pe epruvete prelevate din semifabricate turnate sau forjate variază în următoarele limite: $R_m = 950 \dots 1170 \text{ N/mm}^2$; $R_{p0,2} = 620 \dots 1085 \text{ N/mm}^2$; $A = 3 \dots 11\%$; $Z = 21 \dots 38\%$.

3. Temperatura de încălzire pentru punere în soluție influențează pregnant poziția punctelor critice Ms și Mf, respectiv poate fi utilizată ca o măsură de control a caracteristicilor de transformare.

O temperatură ridicată de încălzire (1050°C) în vederea călirii pentru punere în soluție asigură un grad ridicat de aliere al austenitei, o stabilitate mărită la transformare prin răcire la temperatura camerei și deci valori minime de duritate ($215 \dots 235 \text{ HV}$). Coborârea temperaturii de călire la 950°C permite dizolvarea unei proporții mai mici de carburi în austenită, deci o ridicare a temperaturii punctului critic Ms, respectiv o creștere a durității la valori de $270 \dots 320 \text{ HV}$.

4. Aplicarea tratamentului de refrigerare imediat după călirea pentru punere în soluție de la 1050°C conduce la cele mai mari valori de duritate ($320 \dots 390 \text{ HV}$), întrucât transformarea martensitică este substanțială și aceasta are un conținut maxim posibil de atomi de carbon dizolvați interstițial.

Temperaturile mai mici de călire (950°C) pentru punere în soluție urmată de refrigerare conduc la un conținut mai redus în carbon al austenitei și deci al martensitei rezultate prin transformare, iar ca efect valorile de duritate vor fi ceva mai mici ($315 \dots 330 \text{ HV}$). În acest ultim caz durificarea oțelului este posibilă printr-o revenire ulterioară la temperaturi de 450°C , când datorită procesului de precipitare duritatea atinge valori de $350 \dots 360 \text{ HV}$.

5. Procesul de îmbătrânire primară a austenitei la o temperatura de 700°C influențează sensibil temperaturile Ms și Mf care definesc transformarea martensitică.

Fenomenele de precipitare a carburilor în cursul acestui tratament termic se produc cu preponderență pe limitele grăunților de ferită δ . Indiferent de temperatura aleasă la efectuarea călirii pentru punere în soluție, destabilizarea austenitei prin îmbătrânire primară va conduce la valori de duritate asemănătoare.

Tratamentul final de **revenire la 450°C** asigură o durificare prin precipitare a oțelului, proces determinat de existența în compoziția chimică a unor elemente de aliere (Mo, Cr, Al) formatoare de combinații chimice.

6. Prin încercări de tracțiune statică, încercări dinamice de încovoiere prin șoc și examinări microfractografice se definește **potențialul ridicat al proprietăților mecanice** care pot fi atinse, particularitățile de comportare la transformare a austenitei metastabile și rezerva importantă de plasticitate a materialului, chiar la valori ale limitei de curgere de 1200 1300 N /mm² și ale rezistenței la rupere de 1300 1400 N /mm². Totodată, se fac recomandări practice cu privire la alegerea regimului de tratament termic în funcție de valorile proprietăților mecanice urmărite a fi obținute.

7. Se demonstrează că una din modalitățile eficiente de promovare a transformării austenitei în martensită o reprezintă **tratamentul termomecanic**, acesta asigurând creșteri semnificative ale caracteristicilor de rezistență mecanică cu păstrarea aproape neschimbată a celor de ductilitate. Starea de înaltă rezistență a oțelului tratat termomecanic este o consecință pe de o parte, a efectelor realizate prin ecrisarea mecanică (la deformarea austenitei și martensitei), ecrisarea fazică (la transformarea martensitică) și precipitarea dispersă (la revenire), iar pe de altă parte, a interacțiunii complexe dintre acești factori ce contribuie simultan la procesele de durificare.

Modificările matricei austenitice în cursul procesului de deformare sunt legate de fenomenele tipice de ecrisare intensă, specifice rețelei cubice cu fețe centrate și anume: alungirea grăunților, creșterea densității de dislocații, micșorarea dimensiunilor blocurilor în mozaic, etc.; datorită mobilității mari a atomilor se produce o fragmentare intensă a grăunților de austenită și starea acesteia devine în afară de echilibru.

Desfășurarea transformării martensitice în limitele structurii fine a austenitei ecrisate va determina o durificare suplimentară atribuită efectelor cumulate ale finisării și modificării

morfologiei martensitei, creșterii densității de imperfecțiuni de rețea și a precipitării de carburi fine (durificării disperse).

8. Cu ajutorul **analizei röntgenostructurale** se fac determinări calitative și cantitative privind natura schimbărilor microstructurale și submicrostructurale promovate de transformarea martensitică în cursul tratamentelor termice sau termomecanice.

9. Se dovedește că oțelul analizat oferă o rezistență deosebită la **eroziune cavitațională**.

Examinarea prin microscopie electronică cu baleiaj a suprafeței materialului deteriorat sub acțiunea imploziilor bulelor cavitationale pune în evidență prezența unui strat marginal ecruisat și a smulgerilor de carburi și de alte faze fragile incoerente cu rețeaua cristalină a masei de bază.

10. Prin numeroase teste de coroziune coroborate cu examinări metalografice optice și electronice se demonstrează că acest oțel este **insensibil la coroziune intercristalină**.

În încheiere, se poate arăta că abordarea și rezolvarea în limitele propuse a temei de cercetare ce face obiectul tezei de doctorat, prin urmărirea sistematică, punerea în evidență și fundamentarea științifică a modalităților de durificare la tratament termic și termomecanic a unui nou oțel inoxidabil reprezintă o contribuție originală.

Îmbinarea cercetării laturii aplicative a acestor tratamente din punctul de vedere al nivelului proprietăților mecanice obținute cu latura fenomenologică, a determinării și explicării științifice a cauzelor durificării realizate face ca lucrarea să se înscrie în tendințele și metodologia modernă utilizată în cercetarea științifică.

Bibliografie

1. Bartels Robert J.: Einfluss des Restaustenits auf das Verformungsverhalten gehärteter Stähle. VDI Verlag Düsseldorf, 1989
2. Beres L., Balogh A., Irmer W.: Analize și concluzii privind diagrama Schaeffler. Revista Sudura nr.3/1998
3. Berns H.: Stahlkunde für Ingenieure – Gefüge, Eigenschaften, Anwendungen. Springer Verlag Berlin, 1993
4. Cahn W.R.: Processing of metals and alloys. VCH, 1991, Weinheim, New York, Tokyo
5. Cahn W.R., a.o.: Materials Science and Technology – Characterisation of materials, vol.2, 1992
6. Crane A.A.F., Charles A.J.: Selection and use of engineering materials. Butterworths. London, Boston, Toronto, 1989
7. Eckstein H.J. u.a.: Korrosionsbeständige Stähle. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1990, Leipzig
8. Ehrhardt R.: Stickstofflegierte nichtrostende Einsatz – und Vergütungsstähle. VDI Verlag Düsseldorf 1995
9. Gasterich H.J.: Einfluss des Gefüges perlitischer Stähle auf die bruchmechanischen Kennwerte. Verlag Stahleisen , Düsseldorf, 1994
10. Gheorghies C. Controlul structurii fine a metalelor cu radiații X. Editura Tehnică București , 1990
11. Gramberg U.: Kleine Stahlkunde für den Chemieapparatebau. Verlag Stahleisen Düsseldorf, 1993
12. Haasen P.: Physikalische Metallkunde. Springer Verlag, Berlin, 1994
13. Honeycombe R.W.: Steels – microstructure and properties. Edward Arnold , London, 1995
14. Hornbogen E., Warlimont H.: Metallkunde – Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen. Springer Verlag, Berlin, 1996
15. Jaffee I.R. a.o.: Fundamental aspects of structural alloy design. Plenum Press, New York, London, 1977
16. Kohtz D.: Wärmebehandlung metallischer Werkstoffe. VDI – Verlag, Düsseldorf,

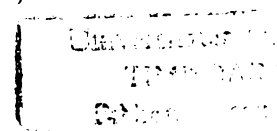
1994

17. Köchling H.: Stahlguss – und Gusseisenlegierungen. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1992
18. Krauss G.: Steels – heat treating and processing principles. ASM International Copyright, 1990
19. Kubaschiewski O.: Iron - Binary Phase Diagrama. Berlin, Heidelberg, New York. Springer Verlag Stahleisen m.b.H.1982
20. Landsberger G.J.: Werkstofftechnik – Aufbau , Eigenschaften und Verwendung der Metalle. gela – Verlag für Luftfahrttechnik, 1994
21. Leynimoë C., Lecocq M.C., Relations entre la structure et les proprietes mecaniques de deux aciers a 16%Cr-4%Ni. Traitement thermique 165,57-62 (1982)
Ottman M.C.:
22. Liscic B.: Theory and technology of quenching. Springer Verlag, Berlin, 1992
23. Marshall P.: Austenitic stainless Steels. Microstructure and mechanical properties. Elsevier, London, 1984
24. Mitelea I. ş.a.: La resistance a l'erosion cavitationelle des joints soudes en aciers inoxydables martensitiques. Buletinul ştiinţific şi tehnic IPT, Seria Mecanică, Tom 37 (51) , 1992
25. Mitelea I., Radu B.: Cercetări asupra tratamentului termic al oţelurilor inoxidabile cu transformare controlată. Lucrările Congresului Internaţional de Tratamente termice, 17-19 sept.1992, Cluj – Napoca
26. Mitelea I., Radu B.: Aciers inoxydables a haute resistance 18Cr-4Ni-2Mn-2Cu durcissables par transformation et par vieillissement Bulletin du Cercle d' Etudes des Metaux, Saint - Etienne, Tome XVI, nr.8, 1994, France
27. Mitelea I., Farbaş N., Farbaş V.: Durificarea structurală a oţelurilor inoxidabile austenitice aliate şi cu azot. Buletinul ştiinţific şi tehnic al IPT seria Mecanică Tom 21(35) Fasc.1, 1976
28. Mitelea I, Dumitru I., Radu If., Experimental researches regarding the fatigue failure of the stainless steel with 13%Cr and 4%Ni. Buletinul Ştiinţific al Universităţii “Politehnica” Timişoara, Tom 43(57) Seria Mecanică,1998
Georgevici I.:

Fascicola 1, ISSN 1224-6077

29. Mitelea I., Radu If.: Premises of development of a stainless steel with controlled transformation. Buletinul Științific al Universității “Politehnica” Timișoara, Tom 44(58) Seria Mecanică, 1999 Fascicola 1, ISSN 1224-6077
30. Mitelea I., Radu If., Radu B.: Constitution and transformation characteristics of controlled transformation stainless steel 6AlMnCoMoNiCr165. Buletinul Științific al Universității “Politehnica” Timișoara, Tom 44(58) Seria Mecanică, 1999 Fascicola 1, ISSN 1224-6077
31. Mitelea I., Radu If.: Hardening reactions in cast T06AlMnCoMoNiCr165 steel hardenes by quenching at low temperatures followed by tempering aging. International Conference Issued for BEYOND 2000, vol XXXIV, p.169-174, University of Sibiu 1999
32. Mitelea I., Radu If., Radu B.: Effect of primary and secondary aging over microstructure and properties of T06AlMnCoMoNiCr165 cast stainless steels. International Conference Issued for BEYOND 2000, vol XXXIV, p.175-180, University of Sibiu 1999
33. Mitelea I., Radu If., Radu B.: Effect of heat treatment on mechanical properties of 6AlMnCoMoNiCr165 raw stainless steels. ^{5th} International Seminar of Science Materials, 31.05-2.06.2000 Iasi. The Bulletin of Polytechnic Institute of Jassy, Tom XLV(IL) F.1-2, 1999
34. Mitelea I., Radu If., Radu B.: Researches concerning precipitation hardening process of 6AlMnCoMoNiCr165 deformable stainless steel. Buletinul Științific al Universității “Politehnica” Timișoara, Tom 45(59), Seria Mecanică, 2000 Fascicola 1, ISSN 1224-6077
35. Mitelea I., Radu If.: Martensitic quenching hardening sensivity of deformable 6AlMnCoMoNiCr165 stainless steel. Buletinul Științific al Universității “Politehnica” Timișoara, Tom 45(59), Seria

- Mecanică, 2000 Fascicola 2, ISSN 1224-6077
36. Mitelea I., Radu I. : Aptitudinea la ecrusare mecanică a oțelurilor inoxidabile 17-4P.H.Simpozionul internațional "Materiale avansate, tratamente termice, 24-25 Mai Timișoara 2001, Editura Politehnica Timișoara 2001, p.64-69. ISBN 973-8247-32-2
 37. Mitelea I., Lugscheider E., Știința materialelor în construcția de mașini. Editura Tillmann W.: Sudura , 1999, pag.378-389
 38. Mitelea I., Radu B.: Selecția și utilizarea materialelor ingineresti. Editura Politehnica, Timișoara, 1998, pag.201-218
 39. Peckner D., Bernstein I.M.: Handbook of Stainless Steels, Mc Graw-Hill, 1977
 40. Pickering B.: Constitution and properties of steels. VCH, Weinheim, New York, Tokyo, 1979
 41. Pollack W.H.: Materials Science and Metallurgy. Prentice Hall London, Sydney, Tokyo, 1988
 42. Porter David A.: Phase transformations in metals and alloys. Chapman & Hall, London, 1993
 43. Poșircă I., Ulmeanu E. , Contribuții asupra determinării pe cale roentgenografică a tensiunilor reziduale de compresiune la oțelurile tratate termochimic. Wihgert H Cercetări Metalurgice , Nr. 13, 1972 , p. 313
 44. Reed – Hill Robert E.: Physical metallurgy principles. International Student ed. Boston: PWS Publ.Co., 1994
 45. Ruge J.: Technologie der Werkstoffe. Vieweg, Braunschweig, 1989
 46. Sauthoff G.: Intermetallics. VCH, 1995 – XII, Weinheim, New York, Tokyo
 47. Sălăgean T., Mitelea I., Vodă M.: Metalurgia și sudarea oțelurilor inoxidabile. Oficiul de informare documentară pentru industria construcțiilor de mașini, SID 104, București, 1990
 48. Schmidt R.: Ausscheidungsphänomene in Werkstoffen – eine Einführung in die mathematische Modellierung. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1991
 49. Sinha A.K.: Ferrous Physical Metallurgy, Butterworths, 1989
 50. Smith F.W.: Structure and properties of engineering alloys. Mc Graw – Hill Book Company. New York, London, Tokyo, Toronto, 1981



51. Spintig W.: Prozessführung und Werkstoffbeeinflussung beim Bohren gehärteten Stähle. VDI – Verlag, Düsseldorf, 1995
52. Tillner W.: Vermeidung von Kavitationsschäden. Expert Verlag Ehingen bei Böblingen, 1990
53. Trușculescu M., Ieremia A.: Oțeluri inoxidabile și refractare. Editura Facla Timișoara, 1983
54. Trușculescu M. ș.a: Cinetica proceselor de precipitare în oțelurile inoxidabile austenito-ferito-martensitice folosite în energetica nucleară. Revista Metalurgia nr.10, 1990, București
55. Wang G.: Härtbare nichtrostende PM – Stähle und Stahlverbunde mit hohem Stickstoffgehalt. VDI Verlag Düsseldorf, 1992
56. Wendl F.: Einfluss der Fertigung auf Gefüge und Zähigkeit von Warmarbeitsstählen mit 5% Chrom. VDI Verlag Düsseldorf, 1985
57. Xiangfan Fang: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum Einfluss des Gefüges und der Temperatur auf das Verfestigungsverhalten von Stählen. VDI – Verlag, Düsseldorf, 1993
58. Zinoviev Vladislav E.: Metals at high temperatures. Hemisphere Publ., 1990, New York
59. Vermeșan G., Deac V.: Bazele tehnologice ale nitrurării ionice. Editura Universității din Sibiu, 1992
60. Vermeșan G.: Indrumător pentru tratamente termice. Editura Dacia Cluj-Napoca, 1987
61. Vermeșan G. și alții Procedee speciale de tratamente termice. Litografia Institutului Politehnic Cluj - Napoca, 1985
62. *** ASM Handbook, Volume 4, Heat Treating, 1995. Printed in the United States of America
63. *** Nichtrostende Stähle: Eigenschaften, Verarbeitung, Anwendung, Normen Stahleisen Düsseldorf, 1989
64. *** Stahl im Automobilbau – preprints, internationale Tagung 24-26.09.1990 in Würzburg. Verein Deutscher Eisenhüttenleute. Stahleisen Düsseldorf, 1990
65. *** Nichtrostende Stähle im Kraftwerks – und Anlagenbau. Tagung Würzburg 22-23 September 1994. VDI Verlag Düsseldorf, 1994

CUPRINS

Capitolul 1. STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR PRIVIND OȚELURILE INOXIDABILE CU TRANSFORMARE CONTROLATĂ.....	5
1.1 Constituția și caracteristicile de transformare.....	5
1.2. Microstructura oțelurilor inoxidabile cu transformare controlată.....	8
1.3. Proprietăți mecanice caracteristice.....	13
1.4. Alegerea compoziției chimice de bază.....	17
1.5. Efectul elementelor de aliere asupra compoziției de bază 17%Cr - 4%Ni.....	21
1.6. Dezvoltarea unor noi oțeluri de înaltă rezistență	26
Capitolul 2 CERCETĂRI PRIVIND DEZVOLTAREA UNUI NOU OȚEL INOXIDABIL CU TRANSFORMARE CONTROLATĂ.....	28
2.1. Proiectarea compoziției chimice și prescripții de elaborare.....	28
2.2. Încărcarea cuptorului.....	29
2.3. Topirea.....	29
2.4. Afinarea	32
2.5. Predezoxidarea.....	33
2.6. Dezoxidarea.....	34
2.7. Alierea.....	35
2.8. Evacuarea și turnarea.....	35
2.9. Analiza compoziției chimice și a microstructurii oțelului studiat.....	38

Capitolul 3	TRANSFORMĂRI FAZICE ȘI STRUCTURALE ÎN OȚELUL 17-4 P.H.....	44
3.1	Determinarea punctelor critice de transformare.....	44
3.2	Determinarea analitică a temperaturii Ms.....	46
3.3	Stabilirea temperaturii optime de încălzire pentru punere în soluție.....	47
3.4	Efectul temperaturii de austenitizare, al călirii la temperaturi scăzute și al îmbătrânirii prin revenire asupra microstructurii oțelului analizat.....	51
3.5	Efectul îmbătrânirii primare și secundare asupra microstructurii oțelului analizat	64
3.6	Investigații cu raze X.....	76
3.6.1	Analize structurale calitative.....	76
3.6.2	Determinarea cantității de austenită netransformată.....	89
3.6.3	Determinarea tensiunilor interne de ordinul al II – lea.....	105
Capitolul 4	PROPRIETĂȚILE MECANICE ALE NOULUI OȚEL INOXIDABIL CU TRANSFORMARE CONTROLATĂ.....	120
4.1	Metodica de cercetare.....	120
4.2	Interpretarea rezultatelor experimentale	121
4.3	Sensibilitatea la durificare prin tratament termomecanic.....	134
Capitolul 5	REZISTENȚA LA CAVITAȚIE ȘI LA COROZIUNE INTERCRISTALINĂ A OȚELULUI DEZVOLTAT.....	145
5.1	Introducere.....	145
5.2	Influența microstructurii asupra rezistenței la cavitație.....	146
5.3	Conducerea programului experimental.....	147
5.4.	Influența Cr și Ni asupra rezistenței la coroziune intercristalină.....	155
Capitolul 6	Concluzii și contribuții originale.....	161
Bibliografie	165
Cuprins	170