

MINISTERUL EDUCATIEI SI INVATAMINTULUI  
INSTITUTUL POLITEHNIC „TRAIAN VUIA” TIMISOARA  
FACULTATEA DE MECANICA

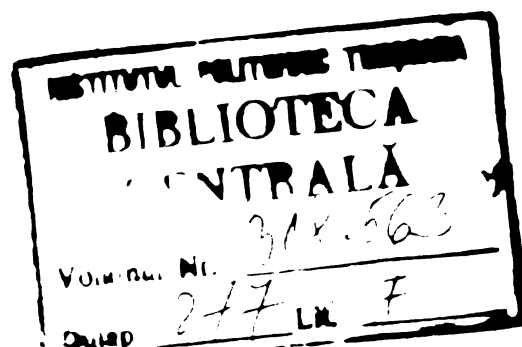
Ing. ION MITELEA

CONTRIBUTII LA STUDIUL MECANISMULUI DE DURIFICARE  
PRIN TRATAMENT TERMOMECHANIC A OTELURILOR CRIOGENICE  
CU BAZA DE NICHEL

BIBLIOTECA CENTRALĂ  
UNIVERSITATEA "POLITEHNICA"  
TIMIȘOARA

LUCRARE DE DOCTORAT

TIMISOARA  
1976



## CUPRINS

CAPITOLUL I.	pag.
DURIFICAREA OTELURILOR SPECIALE PRIN APLICAREA TRATAMENTELOR TERMOMECHANICE. . . . .	1
1.1. Orientări și tendințe noi în cercetarea . . oțelurilor speciale . . . . .	1
1.2. Stadiul actual al cercetărilor în domeniul tratamentelor termomecanice . . . . .	3
1.3. Particularități ale tratamentului termomecanic T.D.A.T.S. . . . .	5
1.4. Particularități ale tratamentului termome- canic "ausforming" (T.D.A.T.I.) . . . . .	6
1.5. Factori de interacțiune la durificarea . . realizată prin deformare plastică- tratament termic. . . . .	7
1.6. Scopul și obiectivele lucrării. . . . .	9
 CAPITOLUL II.	
CARACTERIZAREA OTELURILOR CRIOGENICE CERCETATE . . . . .	11
2.1. Domenii de aplicabilitate, condiții impuse și orientări noi în cercetarea . . materialelor criogenice . . . . .	11
2.2. Oțelurile austenitice Cr-Ni . . . . .	12
2,3. Oțeluri aliate cu bază de Ni (2,25...9% Ni)	13
2,4. Diagrama de echilibru Fe-Ni . . . . .	15
2.5. Influența nichelului asupra punctelor critice ale diagramei Fe-Fe <sub>3</sub> C . . . . .	16
2,6. Diagramele de echilibru Fe-Co și Co-C . . . . .	17
2,7. Diagrama de echilibru Co-Ni . . . . .	19
2.8. Diagrama de echilibru Co-Fe-Ni. . . . .	19
 CAPITOLUL III.	
TRATAMENTE TERMICE SI TERMOMECHANICE APLICATE METODICA DE LUCRU. . . . .	21
3.1. Alegerea compoziției chimice a oțelurilor .	21
3.2. Stabilirea punctelor critice de trans- formare. . . . .	21



3.3. Alegerea temperaturii optime de austenitizare pentru călire și a mediului optim de răcire. . . . .	24
3.4. Tratamente termomecanice aplicate. . . . .	26
3.5. Rezultate macroscopice parțiale. Determinări sclerometrice. . . . .	30
3.6. Exemplu de calcul pentru ilustrarea metodei polinoamelor ortogonale. . . . .	32
3.7. Concluzii - Capitolul III. . . . .	35
<b>CAPITOLUL IV</b>	
<b>CERCETARI ASUPRA MECANISMULUI DE DURIFICARE</b>	
<b>LA TRATAMENT TERMOMECHANIC. . . . .</b>	<b>37</b>
4.1. Aspecte teoretice ale tratamentului "marstraining" . . . . .	37
4.2. Modificări ale cristalelor de martensită prin tratament termomecanic. . . . .	39
4.2.a. Martensita de călire-deformare. . . . .	39
4.2.b. Martensita de călire-deformare - revenire . . . . .	40
4.3. Structura de dislocații în oțelurile tratate termomecanic . . . . .	50
4.4. Analiza fazelor de carburi separate la revenire. . . . .	51
4.5. Concluzii. . . . .	61
4.6. Determinarea prin raze X a imperfecțiunilor rețelei oțelurilor criogenice tratate termomecanic. . . . .	61
4.6.1. Metodica de lucru . . . . .	61
4.6.2. Efectuarea încercărilor și procedee de evaluare. . . . .	63
4.6.3. Rezultate experimentale . . . . .	64
Concluzii - Capitolul IV. . . . .	70
<b>CAPITOLUL V.</b>	
<b>COMPORTAREA LA TRATAMENT TERMOMECHANIC A OTELURILOR</b>	
<b>CRIOGENICE CERCETATE. . . . .</b>	
5.1. Caracteristicile de tracțiune ale structurilor obținute prin călire - deformare . . . . .	72

	pag.
5.2. Caracteristicile de tracțiune ale structurilor obținute prin călire - deformare - revenire. . . . .	74
5.3. Aspecte microfractografice ale epruvetelor de tracțiune tratate termomecanic. . . . .	79
5.4. Stabilitatea la revenire a oțelurilor criogenice tratate termomecanic. . . . .	84
5.5. Comportarea la șoc a oțelurilor criogenice tratate termomecanic. . . . .	88
5.6. Concluzii - Capitolul V . . . . .	94
 CAPITOLUL VI	
CONCLUZII. . . . .	96
BIBLIOGRAFIE . . . . .	100

## CAPITOLUL 1.

### DURIFICAREA OTELURILOR SPECIALE PRIN APLICAREA TRATAMENTELOR TERMOMECHANICE

#### 1.1. ORIENTARI SI TENDINTE NOI IN CERCETAREA OTELURILOR SPECIALE.

Actualmente, nevoile industriei moderne de materiale cu înalte performanțe mecanice sînt într-o continuă creștere. În particular fabricarea agregatelor cu o viteză mare de rotație, a echipamentelor pentru criogenie și aeronautică, crează o cerere de materiale al căror raport "greutate/rezistență" la rupere să fie cît mai mic posibil. Dezvoltarea aliajelor ușoare de înaltă rezistență deși a permis satisfacerea unei părți din aceste necesități, eforturile cercetătorilor din diferite țări sînt îndreptate spre găsirea unor noi metode de durificare astfel încît oțelul să poată rămîne competitiv pentru asemenea aplicații.

Realizarea acestor deziderate se poate face acționînd asupra diverșilor factori, ca de exemplu :

- modul de elaborare a oțelurilor, rezultate bune obținîndu-se la elaborarea sub vid și retopirea în cuptor cu electrod consumabil [9, 38, 50];

- modificarea compoziției chimice, adăugînd elemente de aliere care formează carburi sau crescînd conținutul în siliciu, cobalt, molibden [32, 51] ;

- tratamente termomecanice, bazate pe combinarea proceselor de deformare plastică și tratament termic, urmărindu-se îmbunătățirea substanțială a caracteristicilor de rezistență mecanică, fără diminuarea sensibilă a celor de plasticitate [1,2,3,4,5,18,20,21,30,47].

Elaborarea oțelurilor în cuptoare cu inducție sub vid, precum și retopirea în cuptor cu electrod consumabil, reduce în cea mai mare parte segregățiile în lingouri, permițînd obținerea unor materiale omogene, care să poseze caracteristici mecanice ridicate [23].

Modificarea compoziției chimice urmărește în general obținerea uneia sau mai multor proprietăți particulare și în această direcție se observă două tendințe [24, 51] :

- ridicarea conținutului în carbon și în elemente de aliere care formează carburi (Cr, V, Mo, Ti, Nb);

- mărirea conținutului în siliciu, cobalt sau în alte elemente care se dizolvă puternic în soluțiile solide și prin aceasta influențează considerabil desfășurarea proceselor de revenire.

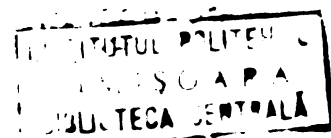
Aplicarea tratamentelor termomecanice ca mijloace deosebit de eficiente din punct de vedere tehnic și economic în optimizarea ansamblului de caracteristici mecanice, astfel încât să se obțină o bună asociere între rezistența mecanică și plasticitate, a fost posibilă odată cu explicarea mecanismului de deformare plastică prin teoria dislocațiilor [13].

Realizarea unor aliaje superrezistente precum și valorificarea cât mai completă a potențialului posibil al aliajelor existente prin tratamente termomecanice, suscită un deosebit interes pentru cercetătorii din domeniul studiului metalelor și a tratamentelor termice [1,2,5,17,18,30,31,43], în momentul de față cercetările fiind orientate atât spre stabilirea oportunității aplicării acestora la o gamă cât mai variată de oțeluri, cât și pentru aprofundarea mecanismului complex care stă la baza durificării realizate prin interacțiunea deformare plastică - tratament termic.

Toma de doctorat își propune să contribuie la evidențierea modificărilor micro și submicrostructurale apărute în oțelurile criogenice aliate cu 9% Ni respectiv 9% Ni și 4% Co, prin aplicarea metodei de durificare "marstraining", utilizând ca mijloace de investigație microscopia electronică, microsonda electronică și analiza röntgenostructurală.

Pentru oțelurile destinate a fi folosite în scopuri criogenice, nichelul fiind elementul de aliere cu o influență deosebită asupra proprietăților la temperaturi scăzute [9,49], din motive de cost, ne-am pus problema ca prin aplicarea acestei variante de tratament termomecanic să îmbunătățim caracteristicile de rezistență mecanică la conținut constant de Ni și fără a diminua sensibilă a ductilității și tenacității.

Prin problematica abordată și rezolvată în limitele propuse, lucrarea contribuie la obținerea în industria constructoare de mașini a unor produse cât mai suple ( $G/\bar{\sigma}_r$  mic) și sigure, la o utilizare rațională a materialelor metalice și în ultimă instanță la



creșterea competitivității produselor românești.

Alegerea mărcilor de oțeluri studiate și a metodologiei de lucru, fructifică cunoștințele și experiența dobândite de doctorand în cadrul colectivului de studiu metalelor și tratamente termice pe probleme de materiale criogenice precum și în cercetarea oțelurilor criogenice cu bază de Ni (1,5...9% Ni) la care a participat în cadrul contractelor de colaborare cu ICEM București.

Doctorandul își exprimă și pe această cale mulțumirile conducerii Institutului Politehnic "Traian Vuia" Timișoara pentru posibilitatea efectuării unei specializări în R.F.Germania la Technische Hochschule Aachen, Institut für Werkstoffkunde, unde a beneficiat de o tehnică modernă de investigație în efectuarea cercetărilor experimentale.

Totodată, își exprimă toată considerația și stima pentru ajutorul permanent acordat în conducerea lucrărilor experimentale și conturarea la forma finală a lucrării de față, conducătorului științific Prof.dr.ing.M.Trușculescu, inițiatorul cercetării materialelor criogenice în țara noastră.

## 1.2. STADIUL ACTUAL AL CERCETĂRILOR ÎN DOMENIUL TRATAMENTELOR TERMOMECHANICE

Este cunoscut faptul că pentru un aliaj metalic există o diferență foarte mare între valoarea teoretică a tensiunii critice de forfecare și valorile experimentale atinse obișnuit în urma prelucrărilor mecano-termice.

Introducerea conceptului de dislocații a permis pe de o parte înțelegerea originii valorilor relative ale caracteristicilor materialelor, iar pe de altă parte, a lăsat să se întrevadă posibilitatea atingerii unor rezistențe apropiate de cele teoretice, fabricându-se astăzi așa - numitele "barbos" de fier cu o rezistență la rupere de circa 1500 daN/mm<sup>2</sup>.

Din contră, un monocristal de fier de înaltă puritate începe să se deformeze plastic sub o sarcină de 3 daN/mm<sup>2</sup>. Rezistența tuturor aliajelor pe bază de fier este cuprinsă între aceste valori extreme care reprezintă sarcini susceptibile, una de a crea o dislocație, iar alta de a deplasa o dislocație în cele mai favorabile condiții. De o manieră generală se pot obține deci rezistențe ridicate, fie eliminând dislocațiile (cazul "bărbilor"), fie împiedicând mișcarea acestora.

Tratamentele termomecanice se bazează pe crearea și utilizarea celor mai stabile forme de distorsiuni din rețeaua cristalină, cu efecte favorabile și asupra transformărilor de fază. Ele constau în asocierea într-un flux continuu a operațiilor de deformare plastică și tratament termic, acesta din urmă fixând de obicei starea structurală apărută în timpul procesului de deformare plastică.

Prin deformare plastică (energie mecanică) se realizează densitatea necesară de dislocații și de alte imperfecțiuni ale rețelei cristaline, iar prin tratament termic (energie termică), o redistribuire a imperfecțiunilor în vederea anulării defectelor metastabile și a stabilizării stării structurale obținute. De asemenea, energia termică este utilizată pentru reconstrucția rețelei cristaline sau pentru obținerea anumitor transformări de fază, fie în materialul deformat, fie în cel inițial (nedeformat).

Aplicarea tratamentelor termomecanice conduce în general la creșterea caracteristicilor de rezistență mecanică cu circa 25 - 30%, fără diminuarea sensibilă a ductilității și tenacității, deci constituie tehnologii practice de prelucrare, eficiente din punct de vedere tehnic și economic.

S-au încercat numeroase clasificări ale acestor procedee de tratament, cea mai completă considerînd-o a fi următoarea [18]:

a) Tratamente mecanotermice, se aplică aliajelor care nu suferă transformări polimorfe, dar conțin faze excedentare solubile (oțeluri sau aliaje monofazice austenitice). Durificarea se datorește fenomenului de îmbătrînire, care va diferi de cel al soluției solide necruisate și fenomenului de poligonizare a matricei, la temperaturi sub cea de recristalizare a matricei ecruisate.

b) Tratamente termomecanice propriuzise, ce se aplică aliajelor care suferă transformări polimorfe (transformare martensitică). Funcție de momentul în care se realizează deformarea plastică în raport cu transformarea austenitei, acestea se împart în următoarele trei grupe:

- tratamente bazate pe deformarea austenitei stabile la temperaturi superioare celei de recristalizare (T.D.A.T.S.), sau a austenitei metastabile la temperaturi mai mici decît cea de recristalizare (T.D.A.T.I.) denumit și ausforming;

- tratamente la care deformarea se efectuează în timpul transformării austenitei în martensită (deformarea amestecului austenită-martensită) (T.D.A.M.);



- tratamente bazate pe deformarea plastică la rece a marten-sitei de călire sau a martenitei revenite la temperaturi joase (T.D.M. sau T.D.M.R.) denumit și "marforming" sau "marstraining".

### 1.3. PARTICULARITATI ALE TRATAMENTULUI TERMOMECHANIC T.D.A.T.S.

Esența T.D.A.T.S. (fig.1) constă deci în deformarea oțeluri-  
lor la temperaturi situate exact deasupra punctului critic  $A_{c3}$  cu  
o reducere de secțiune sub 50% urmată de o călire directă în scopul,  
pe de o parte, al împiedicării desfășurării proceselor de recrista-  
lizare, iar pe de altă parte, al producerii transformării de tip  
martensitic. Peste cantitatea de dislocații prezente în austenita

ecruisată se suprapun dislo-  
cațiile generate prin efectul  
ecruisării fazice ce însoțes-  
te transformarea martensitică  
cu implicații radicale asupra  
mecanismului și cineticii  
transformărilor de fază la  
revenirea ulterioară.

Cristalele de martensită  
vor fi mult mai fine, deose-  
bit de disperse, puternic sa-  
turate cu dislocații și ca  
urmare se vor obține proprie-  
tăți mult îmbunătățite compa-  
rativ cu starea de tratamēt  
termic clasic.

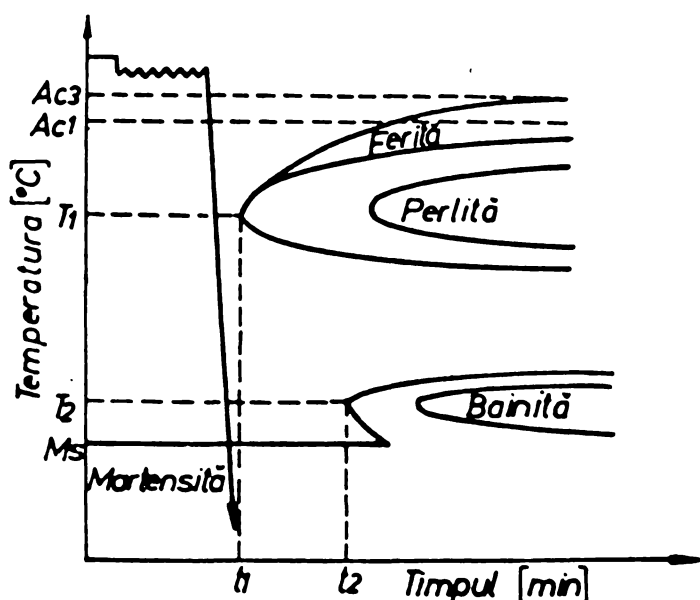


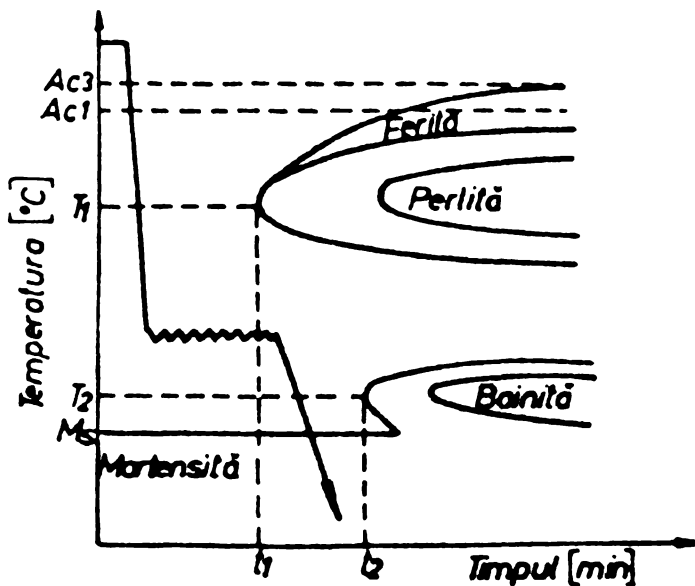
Fig.1.

Astfel, prin aplicarea acestei tehnologii de tratament, cresc  
caracteristicile de rezistență mecanică cu 20...30%, concomitent cu  
menținerea sau chiar creșterea proprietăților de plasticitate. Ca  
efecte secundare se menționează: reducerea susceptibilității oțelu-  
rilor aliate de a fisura la călire, creșterea rezilienței și cobo-  
rîrea temperaturii de tranziție de la ruperea fibroasă la cea cris-  
talină, înlăturarea fenomenului de fragilitate reversibilă la reve-  
nire etc. Deși actualmente cauzele acestor efecte n-au fost complet  
elucidate, ele sînt atribuite localizării deformării la limitele  
grăunților, unde se modifică condițiile de precipitare și coagulare  
a fazelor secundare.

Deoarece fenomenele de recristalizare nu pot fi în totalitate evitate, pentru a se obține un efect maxim de durificare, se recomandă aplicarea acestei metode de tratament numai oțelurilor ce au în compoziția lor chimică, elemente care întârzie recristalizarea.

#### 1.4. PARTICULARITATI ALE TRATAMENTULUI TERMOMECHANIC "AUSFORMING" (T.D.A.T.I.)

Diferitele faze ale tratamentului ausforming sînt indicate în diagrama de transformare izotermă (T.T.T.) din fig.2. După austenitizare, oțelul este adus rapid la o temperatură din domeniul austenitei metastabile, de-



format cu o reducere de secțiune, în general, de peste 60% și apoi călit la martensită. Pentru a se dispune de un timp suficient de mare, necesar deformării, este necesar ca oțelul utilizat să prezinte o diagramă T.T.T. corespunzătoare, deci cu un cot perlitic și unul bainitic net distincte. De asemenea, în compoziția chimică a oțelului trebuie să existe compo-

Fig.2.

nente care să întârzie descompunerea austenitei, în particular Cr (1...13%). În anumite oțeluri creșterea conținutului de Cr de la 1 la 3,5% conduce la creșterea timpului minim de incubație corespunzător cotului perlitic de la 10 la 10<sup>3</sup> secunde.

Temperatura de deformare se alege la valori inferioare celei de recristalizare, astfel că deformarea aplicată este de fapt o deformare "la rece", deși se realizează practic la temperaturi superioare celei ambiante. Deoarece reducerile de secțiune sînt mari, în general se procedează prin treceri succesive cu reîncălziri intermediare ale produsului deformat astfel încît temperatura să rămîină constantă pe toată durata operației. Viteza de răcire aplicată după deformare trebuie să fie suficient de mare pentru a se

realiza transformarea martensitică, deși practic e imposibilă împiedicarea formării unei cantități mici de bainită.

Totodată, pentru oțelurile la care punctul critic  $M_s$  este destul de ridicat, vitezele de răcire mici pot favoriza revenirea, chiar în cursul aceleiași răciri, a unei cantități apreciable de martensită formată la temperaturi mai ridicate.

Micșorarea dimensiunilor grăunților austenitici ca urmare a aplicării tratamentului "ausforming", va conduce la o finisare accentuată a plachetelor de martensită, la creșterea cantității de macles și de dislocații din structură precum și la o dispersie foarte fină a particulelor de carburi precipitate prin deformare sau revenire ulterioară. O consecință a acestor modificări de structură este creșterea caracteristicilor de rezistență mecanică ale oțelurilor cu 15...25%, cu menținerea sau scăderea ușoară a valorilor ductilității.

Tratamentul "ausforming" poate fi însă aplicat numai oțelurilor cu un conținut de carbon destul de ridicat (peste 0,3%) și ale căror curbe de transformare izotermă prezintă un domeniu destul de larg pentru austenita metastabilă, astfel încât aceasta să poată fi acrușată puternic.

La aplicarea tratamentului termomecanic TDM sau TDMR (martens training) prin călirea clasică se pregătește structura de călire (martensită tetragonală și austenită reziduală) pentru a fi deformată plastic la rece cu grade mici de reducere ( $\leq 10\%$ ), influențând foarte favorabil transformările structurale intervenite la revenirile ulterioare.

Varianta tehnologică T.D.M. se aplică oțelurilor cu un conținut scăzut în carbon (sub 0,2%) în timp ce metoda T.D.M.R. este folosită la oțelurile cu un conținut mediu sau chiar ridicat în carbon. Durificarea substanțială obținută (creșterea rezistenței mecanice cu 10...15%, cu scăderea ușoară a ductilității), se pare că este o consecință a efectelor cumulate ale ecruisării mecanice și îmbătrânirii structurii martensitice deformate.

#### 1.5. FACTORI DE INTERACȚIUNE LA DURIFICAREA REALIZATA PRIN DEFORMARE PLASTICA - TRATAMENT TERMIC

La ora actuală, ca urmare a compozițiilor chimice foarte variate a oțelurilor susceptibile la tratamente termomecanice, nu este cunoscut suficient rolul fiecărui element de aliere respectiv

raportul optim între conținutul în carbon și în elemente carburigene. Rezultatele obținute pe diferite sorturi de oțel fiind uneori contradictorii, reiese clar influența foarte complexă a elementelor de aliere asupra naturii și cineticii fenomenelor de precipitare a carburilor fie în timpul revenirii, fie în timpul deformării plastice propriuzise. Deși mecanismul de îmbunătățire a proprietăților prin aplicarea tratamentelor termomecanice, rămîne încă puțin cunoscut, starea structurală specifică obținută ar putea fi caracterizată prin :

- Creșterea densității de dislocații (efectul deformării plastice) și dispunerea lor cît mai uniformă în volumul materialului (efectul încălzirii). Limita de curgere va crește cu densitatea de dislocații  $\rho$ , conform relației :

$$\sigma_c = \sigma_0 + \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho}$$

în care:

$\sigma_0$  - limita de curgere pentru materialul recopt

$\alpha$  - constantă egală cu 0,5

G - modulul de elasticitate transversală

b - vectorul Burgers

Comparativ cu starea recoaptă, metalul cu o densitate maximă de dislocații ( $10^{12} \dots 10^{13} \text{cm}^{-2}$ ) va prezenta o rezistență mecanică de circa 2 ori mai ridicată.

- Apariția obstacolelor (barierelor) în calea deplasării dislocațiilor, sub formă de limite și sublimite de grăunți, limite de macles, păduri de dislocații, faze secundare disperse etc., care provoacă un efect suplimentar de durificare prin mărirea capacității metalului de a se opune forțelor exterioare.

- Micșorarea dimensiunilor grăunților și formarea substructurii.

Dacă prin tratamente termice clasice dimensiunile minime ale grăunților au valori cuprinse între  $10 \dots 1000 \mu\text{m}$ , prin tratamente termomecanice diametrul acestora se poate micșora chiar pînă la  $1 \mu\text{m}$ . Finisarea accentuată a granulației structurale atrage după sine o creștere importantă a rezistenței cristalelor metalice la eforturi exterioare, ca urmare a preluării cît mai uniforme a deformațiilor de către acestea și a evitării concentrărilor de tensiuni.

- Creșterea gradului de dispersie a fazelor secundare pînă la o anumită dimensiune critică ( $50 \dots 200 \text{Å}$ ) corespunzătoare unei

distanțe dintre fazele disperse de circa 1000 Å determină o durificare maximă. Repartizarea cât mai uniformă a precipitațiilor asigură o desfășurare uniformă a procesului de deformare.

- Transformarea martensitică, indiferent de starea structurală, a fazei inițiale (austenită stabilă sau metastabilă), determină o durificare suplimentară (ecruisare fazică) ca urmare a distorsiunii rețelei cristaline (transformare fără difuziune), a maclării lamelor de martensită, a atomilor de carbon dizolvați interstițial în soluția solidă etc.

În concluzie putem aprecia că natura stării de înaltă rezistență a oricărui aliaj metalic supus tratamentelor termomecanice este extrem de complexă, efectul total al durificării fiind condiționat de interacțiunea concomitentă sau consecutivă a numeroși factori structurali, rolul fiecăruia dintre aceștia diferind în funcție de tehnologia și regimul concret de tratament aplicat.

Deși literatura de specialitate cuprinde o serie de lucrări referitoare la experimentarea unor variante de tratament termomecanic, acestea reflectă în special modificarea proprietăților mecanice [1, 20, 63] fără a se face o analiză sistematică a mecanismului și a cauzelor durificării. În plus, apar o serie de rezultate și păreri contradictorii legate de susceptibilitatea unei anumite categorii de aliaje la un anumit procedeu de tratament termomecanic.

## 1.6. SCOPUL SI OBIECTIVELE LUCRĂRII.

S-a precizat că tratamentele termomecanice prezintă un deosebit interes practic prin valorificarea cât mai completă a potențialului posibil al unui aliaj metalic cât și un interes științific prin elucidarea mecanismului și a factorilor structurali care determină durificarea.

Lucrarea de doctorat urmărește două obiective importante :

- Urmărirea efectului deformării plastice la rece a structurii de călire asupra mecanismului de durificare a oțelurilor criogenice aliate cu 9% Ni (12N90), respectiv 9% Ni și 4% Co (12N90Co40).

Analizând comparativ rezistența mecanică și starea structurală a celor două mărci de oțeluri tratate termic convențional sau

neconvențional, se scot în evidență particularitățile procesului de descompunere la revenire a martensitei ecruisate, avînd o cantitate mare de imperfecțiuni structurale (succesiunea și natura transformărilor, forma, mărimea și distribuția carburilor precipitate, structura de dislocații, tensiunile interne de ordinul II etc). Totodată, se reliefează factorii determinanți ai stabilității mărite la revenire a oțelurilor tratate termomecanic.

- Studiarea influenței unor variante tehnologice de tratament termomecanic bazat pe deformarea martensitei, asupra caracteristicilor de rezistență mecanică, atît la temperatura ambiantă cît și la cea exploatare ( $-196^{\circ}\text{C}$ ). Îmbunătățirea substanțială a rezistenței mecanice prin tratament neconvențional, cu menținerea unor valori corespunzătoare pentru proprietățile de plasticitate, permite realizarea unor produse mai ușoare, cu o rezistență și securitate mărită în exploatare respectiv o utilizare rațională a aliajelor metalice în construcția de mașini.

Aceasta este de fapt tendința modernă a cercetărilor actuale în domeniul studiului metalelor și a tratamentelor termice, tendință ce se înscrie în directivele Congresului al XI-lea al P.C.R. cu privire la aplicarea unor tehnologii speciale de prelucrare a aliajelor metalice în vederea ridicării spectrului de proprietăți mecanice și la utilizarea cît mai rațională a metalului în industrie.

## CAPITOLUL II.

### CARACTERIZAREA OTELURILOR CRIOGENICE CERCETATE.

#### 2.1. DOMENII DE APLICABILITATE, CONDITII IMPUSE SI ORIENTARI NOI IN CERCETAREA MATERIALELOR CRIOGENICE.

Interesul deosebit manifestat pentru folosirea materialelor criogenice este determinat de dezvoltarea accelerată a industriei aerospațiale, a electronicii, metalurgiei și industriei chimice și petrochimice.

Construcția avioanelor stratosferice, a capsulelor aerospațiale, a rachetelor balistice, rezervoarelor și navelor pentru transportul gazelor lichefiate solicită utilizarea materialelor de înaltă rezistență mecanică, care să asigure o securitate ridicată în exploatare.

Economicitatea stocajului și transportului gazelor în stare lichidă prezintă mari avantaje (tabelul 2.1), rezultate din compararea volumelor ocupate de un gaz la +20°C în stare gazoasă și lichidă [ 51 ] .

Tabelul 2.1.

Denumirea gazului	Greutatea specifică a lichidului [g/cm <sup>3</sup> ]	Temperatura de lichefiere [°C]	Volumul gazului volumul lichid.
Propan	0,580	-42	316
Etilen	0,564	-104	485
Metan	0,421	-161,5	630
Oxigen	1,140	-183	850
Azot	0,807	-195,6	690
Hidrogen	0,071	-252,8	850
Helium	0,125	-269	755

Faptul că un metru cub de gaz, de exemplu de metan lichid, eliberează 630 m<sup>3</sup> gaz când trece în condiții normale, este

suficient de a justifica cercetările întreprinse cu privire la folosirea aliajelor metalice pentru astfel de aplicații.

Realizarea capulelor aerospațiale și a avioanelor stratosferice necesită materiale cu caracteristici de rezistență mecanică deosebite ( $G/\bar{\sigma}$  cât mai mic) asociate unor valori favorabile ale ductilității și tenacității în intervalul de temperatură de exploatare  $+200\dots - 269^{\circ}\text{C}$ .

De o importanță mai mare sau mai mică, în funcție de tipul aparatelor ce se construiesc sînt și caracteristicile de rezistență la oboseală, capacitate de turnare, deformare plastică, coeficientul de dilatație, coeficientul de conductivitate termică și comportarea metalurgică la sudare.

În ceea ce privește tendința spre rupere fragilă, apreciată în principal prin încercările de reziliență Charpy V, un prim factor de influență este structura cristalografică. Deoarece curba de evoluție a rezilienței Charpy V în funcție de temperatura de încercare prezintă o tranziție pentru materialele cu o rețea cristalină cubică centrată, situație care în general nu este caracteristică materialelor ce cristalizează în sistemul cubic cu fețe centrate, se face o distincție între cele două categorii de aliaje.

Funcție de temperaturile de exploatare și condițiile de solicitare, materialele criogenice se clasifică în :

- Aliaje neferoase pe bază de Al, Cu, Ni, Ti, Li, Mg etc.
- Fonte austenitice cu grafit nodular;
- Oțeluri aliate cu bază de Ni (2,25...9% Ni);
- Oțeluri austenitice Cr-Ni;

Intervalele de temperaturi și sfera de aplicabilitate a acestor materiale reiese clar în evidență din fig.2.1

## 2.2. OTELURILE AUSTENITICE Cr - Ni

Aceste aliaje au o structură alcătuită din austenită și carburi, prezentînd o siguranță mare în exploatare pentru întreaga gamă de temperaturi scăzute. Limitele lor de utilizare sînt determinate de prețul de cost foarte ridicat, sensibilitatea la coroziune intercristalină și valorile scăzute ale limitei de curgere.

Aplicarea unor deformări plastice la rece [65] cu grade de deformare  $\epsilon = 10\dots 30\%$  deși provoacă creșterea rezistenței la rupere, limita de curgere rămîne la valori destul de mici (fig.2.2)



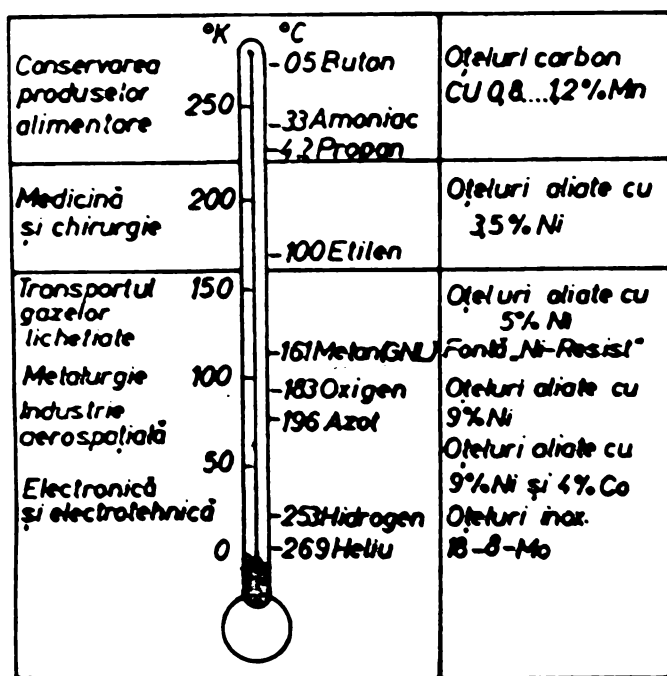


Fig.2.1.

Deoarece faza cubică cu fețe centrate prezintă o bună rezistență la rupere fragilă, orientările noi în cercetarea oțelurilor austenitice se rezumă la diminuarea conținutului de nichel, element puternic gamagen, scump și deficitar, cu conservarea structurii stabile chiar la  $-269^{\circ}\text{C}$ .

Adaosele de Mn și N, ambele gamagene, se pare că permit obținerea unei austenite stabile și cu o limită de curgere ceva mai ridicată datorită acțiunii favorabile a azotului în soluție.

### 3.2. OTELURI ALIATE CU BAZA DE Ni (2,25... 9% Ni).

Proprietățile acestor materiale sînt dependente de natura, cantitatea și mărimea constituenților structurali: ferită-perlită, bainită, martenită.

Oțelurile cu structură ferito-perlitică au un conținut de pînă la 3,5% Ni și proprietăți dependente de dimensiunea

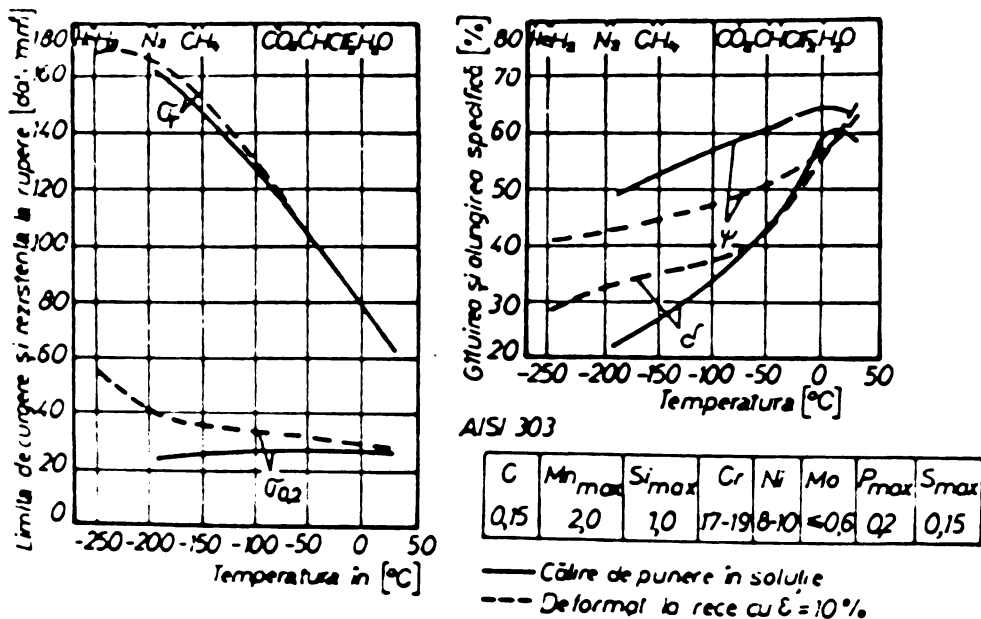


Fig.2.2.

grăuntelui feritic, de cantitatea de perlită, de natura elementelor participante la formarea soluțiilor solide și de morfologia precipitatelor fine. Limita de curgere este cu atît mai ridicată, cu cît dimensiunea grăuntelui este mai mică și cu cît fazele secundare

precipitate sînt mai fine. Elementele care formează soluțiile solide de inserție sau de substituție au aproape toate, într-un mod gradat o influență pozitivă (cele mai active sînt C și N, apoi P, Mn și Ni) asupra limitei de curgere. Cantitatea de perlită influențează sensibil rezistența la rupere a aliajului.

Rezistența la rupere fragilă este influențată favorabil de prezența Ni ca element de aliere și de un grăunte feritic cît mai fin.

Oțelurile cu structură bainitică sau martensitică posedă proprietăți dependente de cantitatea constituenților prezenți, de mărimea grăuntelui, de natura elementelor din soluția solidă și de morfologia compușilor precipitați.

În categoria acestora, intră și oțelurile aliate cu 9% Ni respectiv 9% Ni și 4% Co la care printr-o simplă răcire în aer se obțin fie structuri intermediare fie în afară de echilibru.

Caracteristicile de rezistență mecanică sînt superioare oțelurilor austenitice, ele utilizîndu-se cu succes pînă la temperaturi de exploatare de  $-196^{\circ}\text{C}$  [51].

Eforturile cercetătorilor din diverse laboratoare ale lumii sînt orientate fie spre micșorarea conținutului de Ni din aceste oțeluri dar fără diminuarea proprietăților mecanice, fie spre mărirea rezistenței mecanice a acestora la conținut constant de Ni, oferind în același timp garanții echivalente din punct de vedere al fiabilității și securității produselor.

În acest sens, aplicarea tratamentelor termomecanice precum și efectuarea tratamentelor termice clasice de la temperaturi cuprinse între  $A_{c1}$  și  $A_{c3}$  [8] constituie două posibilități certe de realizare a acestor deziderate. În lucrarea de față, pornind de la rezultatele fructuoase obținute de alți cercetători din țara noastră [51] sau din alte țări [8] privind condițiile optime de tratament termic clasic ale celor două mărci de oțel, ne-am propus ca prin tratamentul termomecanic "marstraining" să valorificăm cît mai complet potențialul posibil al acestor aliaje și prin aceasta să obținem următoarele efecte:

- creșterea rezistenței mecanice a ambelor oțeluri fără diminuarea practică a plasticității, fapt care va permite realizarea de produse suplă, sigure și competiție pe piața mondială;

- realizarea unor importante economii de material, printr-o folosire rațională a metalului în construcția de mașini;

- înlocuirea parțială a oțelurilor austenitice, mult mai scumpe și cu caracteristici de rezistență considerabil mai mici față de cele obținute prin tratament termomecanic la oțelurile aliate cu Ni sau Ni-Co;

- contribuția științifică la aprofundarea mecanismului de durificare a oțelurilor prin tratamente neconvenționale analizând cantitativ și calitativ factorii de interdependență ce acționează în timpul acestor procese.

#### 2.4. DIAGRAMA DE ECHILIBRU Fe-Ni

Nichelul cristalizează în sistemul cubic cu fețe centrate și este total solubil în stare solidă la temperaturi ridicate, deschizând domeniul fierului  $\gamma$  prin efectul său puternic gamagen. Așa cum se observă din figura 2.3, pe măsura creșterii conținutului în nichel se lărgeste domeniul de existență al fierului  $\gamma$  și se îngustează sau chiar se suprimă domeniul fierului  $\alpha$ . La concentrații

mari în nichel apare pe diagramă un domeniu al compusului intermetalic  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ .

Transformarea de fază  $\gamma \rightarrow \alpha$  este însoțită de o modificare accentuată a concentrației și este deplasată la temperaturi tot mai coborâte. La temperaturi mai joase, difuziunea este slabă și ca urmare la aliajele cu peste 10% Ni transformarea  $\gamma \rightarrow \alpha$  nu se mai produce oricât de mică ar fi viteza de răcire. În aceste cazuri (difuziune mică sau nulă) va avea loc transformarea

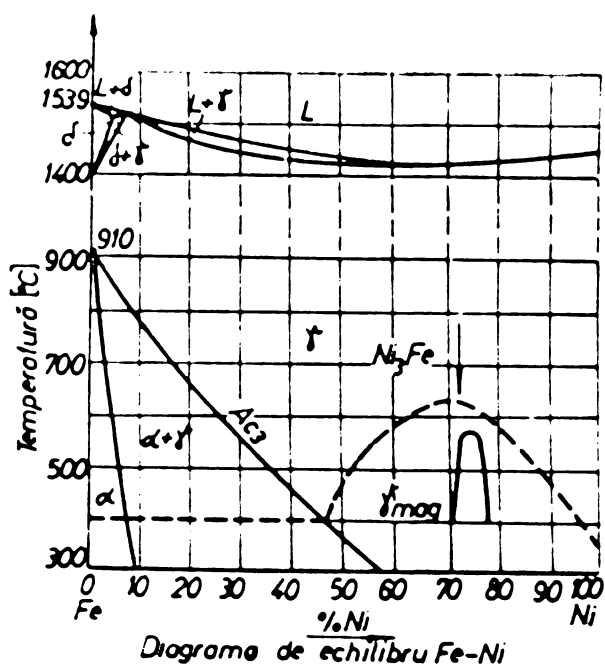


Fig.2.3.

$\gamma \rightarrow \alpha_c$  ( $\alpha_c$  = martensită cubică). Din diagrama prezentată în fig. 2.4. se observă clar că transformarea  $\gamma \rightarrow \alpha$  are loc pînă la conținuturi de 34% Ni. Austenita aliajelor cu peste 34% Ni este metastabilă și poate fi transformată în martensită dacă se aplică răcirii la temperaturi sub zero grade Celsius.

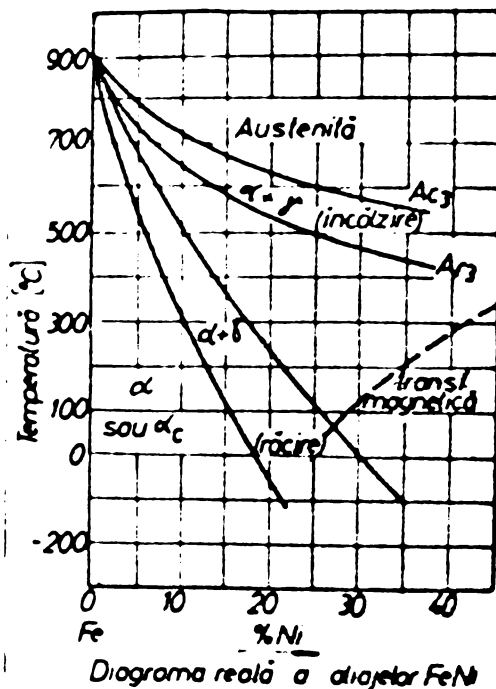


Fig.2.4.

Dacă un asemenea aliaj (cu structură alcătuită din  $\alpha_c + \delta_{rez.}$ ) va fi din nou încălzit, va suferi schimbări numai dacă temperatura va fi superioară lui  $A_{c3}$ . Menținerea acestui aliaj un timp îndelungat la temperaturi apropiate de  $A_{c3}$ , va favoriza transformarea  $\alpha_c \rightarrow \alpha + \delta$ . Fenomenul de stabilitate al austenitei la răcire sau încălzire în intervalul  $A_{c3} \dots M_s$  este numit ireversibilitate. Acest lucru poate fi explicat prin modificarea difuziunii atomilor de nichel. Micșorându-se difuziunea pe măsura coborîrii temperaturii, zonele de austenită devin mai bogate în nichel și ca atare crește stabilitatea acestei faze.

## 2.5. INFLUENȚA NICHELULUI ASUPRA PUNCTELOR CRITICE ALE DIAGRAMEI Fe-Fe<sub>3</sub>C.

Nichelul micșorează concentrația în carbon a eutectoidului și deplasează punctele critice ale diagramei Fe-Fe<sub>3</sub>C spre temperaturi mai coborîte. Totodată, nichelul coboară poziția punctelor critice ale transformării martensitice.

Carbonul cu nichelul pur formează soluții solide (pînă la 0,55%C) și o combinație endotermică nestabilă: carbura de nichel, Ni<sub>3</sub>C (6,38% C). În aliajele Fe - Ni - C nu apare această carbură, din contră prezența nichelului contribuie la descompunerea cemențitei.

Aliajele fier-nichel prezintă un puternic histeresis termic, a cărui valoare crește pe măsura ridicării conținutului în nichel (figura 2.4.).

Aliajele cu peste 7% Ni care au fost încălzite peste linia  $A_{c3}$  iar ulterior supuse răcirii, nu vor suferi niciun fel de transformări pînă la temperatura punctului  $M_s$ .

La temperatura ambiantă, structura lor va fi formată din martensită cubică ( $\alpha_c$ ) și austenită netransformată.

Aliajele Fe-Ni-C după răcire lentă pot avea diferite structuri în funcție de conținutul în carbon și nichel (fig.2.5).

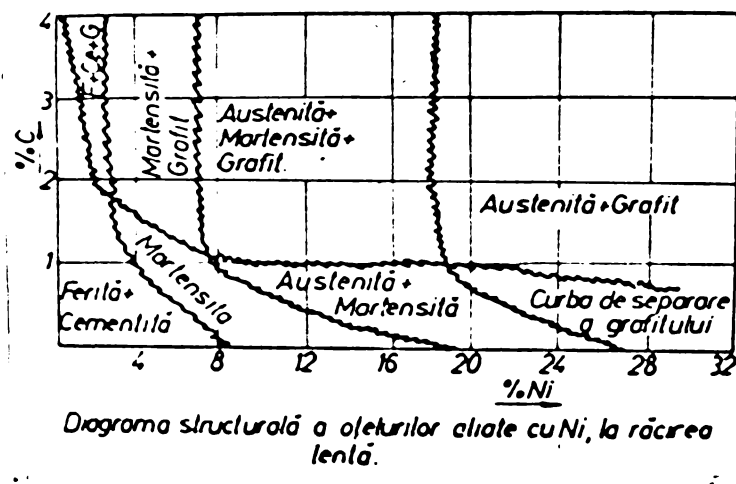


Fig.2.5.

favorizează obținerea unor structuri fine.

Din această diagramă se observă că oțelurile aliate cu 9% Ni și conținut mic în carbon prezintă o structură martensitică chiar la răciri cu viteze mici.

Prin coborîrea temperaturii de transformare eutectoidă, nichelul favorizează apariția unei structuri perlitice foarte fine cu aspect sorbito-troostitic. În oțelurile hipoeutectoide, grăunții de ferită aliată cu nichel sînt de dimensiuni mici, tendința acestora de creștere în timpul austenitizării de lungă durată este foarte mică și ca urmare se fa-

## 2.6. DIAGrameLE DE Echilibru Fe-Co și Co-C

Cobaltul este rar utilizat în stare pură, el alindu-se ușor cu fierul, cromul, nichelul, molibdenul, wolframul etc. În multe cazuri, cobaltul este indispensabil numeroaselor aliaje cărora le conferă proprietăți mecanice la cald și la frig și remarcabile proprietăți magnetice. În oțelurile carbon, cobaltul apare sub două forme alotropice : una cu rețea hexagonală compactă, stabilă la temperaturi sub  $450^{\circ}\text{C}$ , iar alta, cu rețea cubică cu fețe centrate, stabilă la temperaturi cuprinse între  $450^{\circ}\text{C}$  și cea de fuziune - În anumite condiții (viteză mare de răcire, mărime adecvată a grăuntelui) faza cubică cu fețe centrate poate fi stabilă pînă la temperatura ambiantă.

La temperatura de  $1115^{\circ}\text{C}$ , cobaltul suferă o transformare magnetică, posedînd bune proprietăți magnetice pînă la temperatura ambiantă.

Caracteristicile asemănătoare ale fierului și cobaltului ( $D_{\text{Fe}} = 2,481\text{\AA}$ ;  $D_{\text{Co}} = 2,501\text{\AA}$ , aceleași schimbări alotropice, un

număr egal de electroni de valență) îndeplinesc condițiile lui Hume - Rothery pentru formarea soluțiilor solide.

Cercetarea diagramelor de echilibru Fe-Co și Co-C, reproduse în fig.2.6 și fig.2.7, permite efectuarea următoarelor observații: în diagrama Fe-Co apar soluțiile solide  $\alpha$ ,  $\delta$  și  $\epsilon$  iar compușii intermetalici sînt absenți. Diagrama ne prezentînd nicio lacună de solubilitate, este de așteptat obținerea unor rezultate slabe prin călirea aliajului.

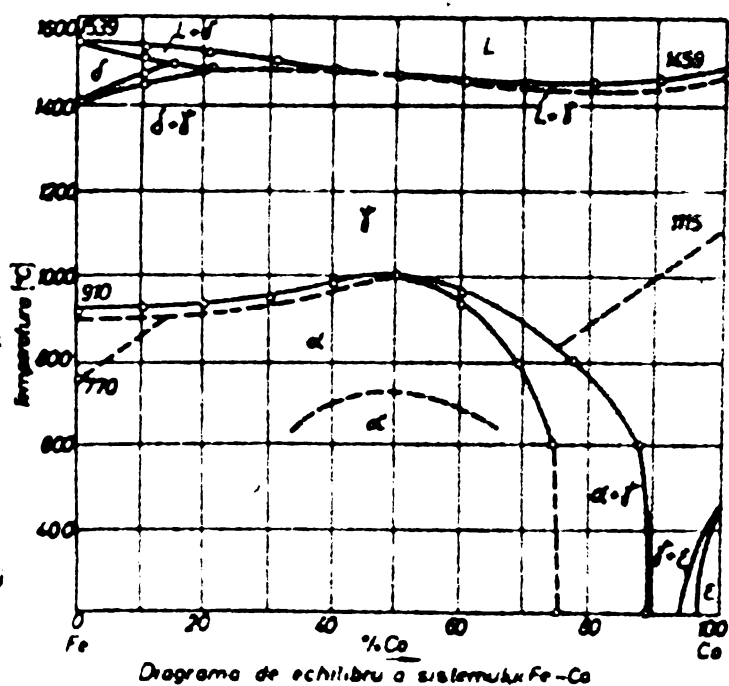


Fig.2.6.

Cobaltul are un efect alfa-gen pentru concentrații sub 50%, după care începe să aibă un apreciabil efect gama-gen. În diagrama Co-C (fig. 2.7) apare o transformare eutectică la 1309°C și 12,75% C. Solubilitatea maximă a C în Co este de 4,5% la 1309°C și scade la 1,6% la 1000°C.

Transformarea magnetică începe la 1035°C pentru un conținut de 1,7% C. Aliajul Co-C posedă proprietăți magnetice de la temperatura ambiantă pînă la 1035°C.

În sistemul Co-C nu s-a observat existența unor carburi cu toate că se pot obține sintetic carburile  $Co_2C$  și  $Co_3C$ .

Existența lacunei de solubilitate permite îmbunătățirea aliajului Co-C prin tratamente termice.

În diagrama de echilibru Fe-Fe<sub>3</sub>C, cobaltul provoacă deplasarea spre stînga a concentrației eutectoidului și ridică poziția punctelor critice de transformare Ac<sub>1</sub> și Ac<sub>3</sub>.

Cobaltul se dizolvă atât în fierul  $\alpha$  cît și în fierul  $\delta$ . Adăosul de Co micșorează sensibilitatea oțelului la supraîncălzire, finisează structura și astfel contribuie la îmbunătățirea proprietăților mecanice - Solubilitatea Co în cementită este foarte mică, el favorizînd descompunerea acesteia, fenomen observabil în special la fontele cobaltifere, unde are rol grafitizant

## 2.7. DIAGRAMA DE ECHILIBRU Co-Ni

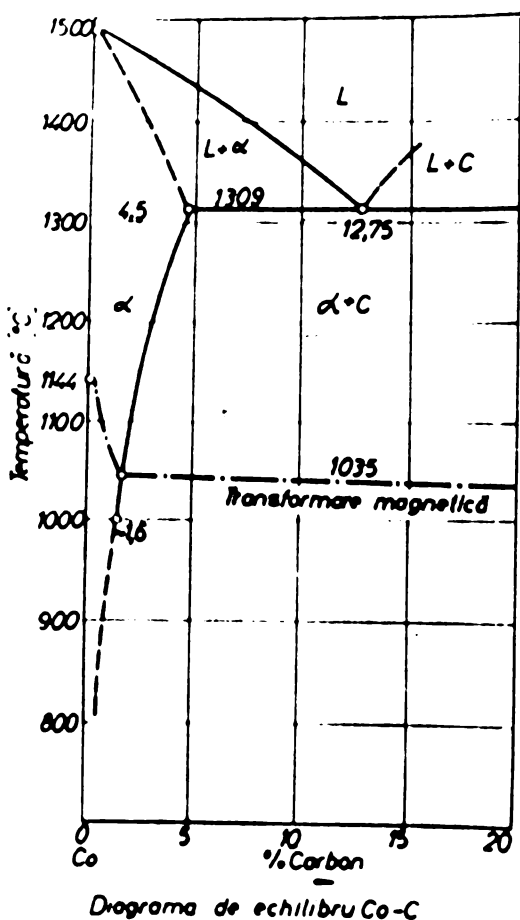


Fig.2.7.

Co și Ni formează o soluție solidă  $\alpha_1$  stabilă la temperaturi ridicate, iar la concentrații mari în Ni (peste 33%),  $\alpha_1$  este stabilă și la temperatura ambiantă. (fig.2.8)

La concentrații mici în Ni, sub temperatura de 420°C prin răcire lentă,  $\alpha_1 \rightarrow \epsilon = \text{Co}(\text{Ni})$ . Cu ajutorul difracției razelor x s-a pus în evidență un compus intermetalic  $\text{CoNi}_3$ .

În aliajele Co-Ni apare o transformare magnetică a cărei temperatură de început se situează la valori tot mai joase pe măsura creșterii conținutului în nichel. Nu toate zonele diagramei Co - Ni sînt pe deplin clarificate la ora actuală.

## 2.8. DIAGRAMA DE ECHILIBRU Co - Fe - Ni.

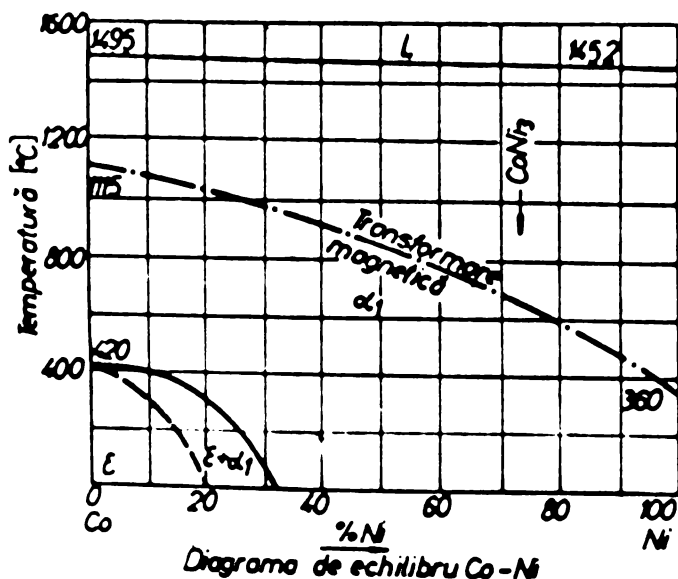


Fig.2.8.

La temperaturi ridicate este stabilă soluția solidă  $\delta$  care cristalizează în sistemul cubic centrat. Temperatura de la care e stabilă soluția  $\delta$  se ridică pe măsura creșterii conținutului în Co și Ni al aliajului (fig.2.9).

Domeniul de stabilitate al soluție solide  $\alpha_1$  este puternic influențat de conținutul în Co și Ni.

Între  $A_{c3}$  și  $A_{r3}$  respectiv  $A_{c1}$  și  $A_{r1}$  apare un histererezis puternic - la conținuturi mici în Co și Ni

structura de echilibru este alcătuită la temperatura ambiantă numai dintr-o ferită aliată. Pe diagramă sînt evidențiați și compuşii

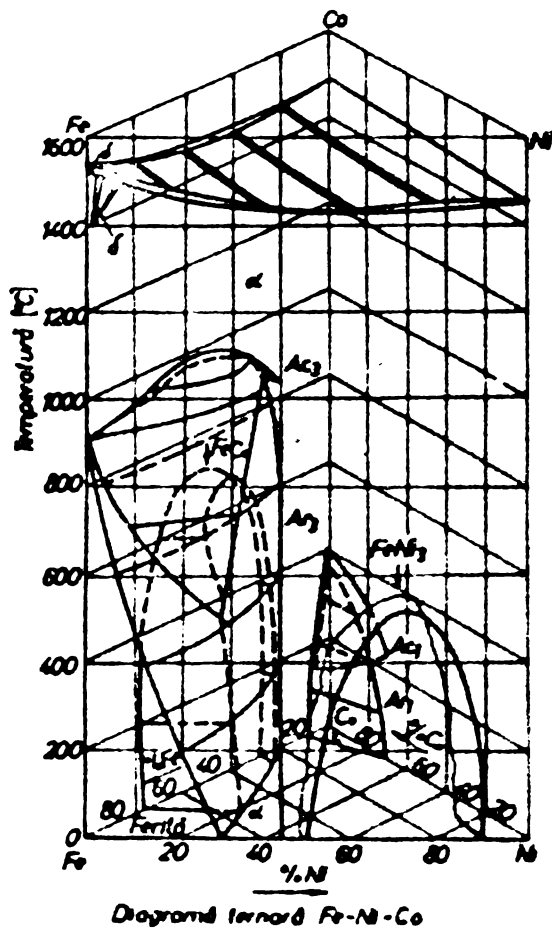


Fig.2.9.

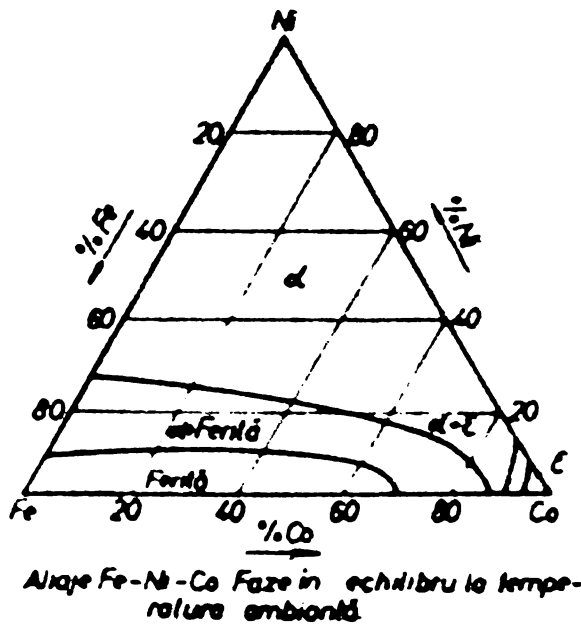


Fig.2.10

intermetalici Fe Co, Fe Ni<sub>3</sub> precum și soluția solidă  $\xi$ . Neglijând compuşii FeCo și FeNi<sub>3</sub>, structura aliajelor Fe-Co-Ni va fi formată la temperatura ambiantă din  $\alpha_1$ ,  $\alpha_1$  + ferită,  $\alpha$  +  $\xi$  sau numai din ferită (fig.2.10 - triunghiul lui Gibbs).

Un aliaj cu 9% Ni, 4% Co și restul Fe va prezenta la temperatura ambiantă o structură constituită din ferită aliată și soluția  $\alpha_1 = \text{Ni}(\text{Co})$ .

Pornind de la stările structurale prezentate în diagramele de anterior, se presupune că în aliajele Fe-C-Ni-Co, la temperatura ambiantă și în condiții de echilibru vor apărea ca faze, ferita aliată cu Ni-Co și carburi de fier.

Cercetările anterioare [51] [54] [56] au arătat că adăosul de Co provoacă următoarele modificări în oțelurile aliate cu 9% Ni:

- finisează cristalele de martensită, crescând rezistența mecanică a acestora;
- influențează viteza de creștere a carburilor, mărinind gradul de dispersie al

acestora;

- crește stabilitatea la revenire și diminuează fragilitatea oțelului cu 9%Ni la temperaturi de 250°C.

- mărește viteza critică de călire și prin aceasta micșorează călibilitatea oțelurilor;

- ridică temperatura punctului critic  $M_s$  și prin aceasta micșorează cantitatea de austenită reziduală.



### CAPITOLUL III.

#### TRATAMENTE TERMICE SI TERMOMECHANICE APLICATE.

##### METODICA DE LUCRU.

#### 3.1. ALEGEREA COMPOZITIEI CHIMICE A OTELURILOR

Experimentările au fost efectuate pe materiale elaborate într-un cuptor cu inducție de înaltă frecvență, după o tehnologie stabilită de membrii colectivului nostru [51,57]. Compoziția chimică a celor două mărci de oțel este prezentată în tabelul 3.1.

Tabelul 3.1.

Marca de oțel	Compoziția chimică [%]									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cu	Cr	Mo	Co
12N90	0,11	0,11	0,21	0,013	0,020	9,46	0,15	0,04	0,03	-
12N90Co40	0,13	0,17	0,22	0,019	0,024	9,35	-	-	-	4,12

Materia primă folosită pentru elaborare fiind selectată, conținutul în carbon și în elemente însoțitoare permanente este redus. De asemenea, cantitatea de incluziuni nemetalice este foarte mică, fapt care va permite obținerea unei tenacități ridicate și la temperaturi scăzute [57].

Compoziția chimică a ambelor oțeluri se încadrează în normele și specificațiile naționale ale țărilor producătoare și consumatoare de oțeluri criogenice din lume (NFA 36-203-U din Franța; ASTM A 353-70a și ASTM A 553-70a Grade A din SUA; VDEh 680-70 din R.F.G; BS 1501-509.70 din Anglia; NBN 630-70 din Belgia).

După turnare, laminare, forjare, [57] semifabricatele au fost supuse tratamentului termic de recoacere completă la 900°C, iar ulterior s-a confecționat întreaga gamă de epruvete necesare determinărilor experimentale.

#### 3.2. STABILIREA PUNCTELOR CRITICE DE TRANSFORMARE.

Pentru determinarea punctelor critice  $A_{c1}$  și  $A_{c3}$  s-a folosit metoda dilatometrică asociată cu metalografia optică și electronică.

Din materialul recept s-au confecționat epruvete de dimensiuni 15x3x3 mm, care au fost încălzite într-un vid înalt ( $10^{-5}$  mm Hg) până la temperaturi de 810°C (oțel 12N90) respectiv 830°C (oțel 12N90Co40). Răcirea acestora la temperatura ambiantă a fost

efectuată tot în vid, valorile vitezelor de încălzire și răcire fiind de  $1,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . S-a utilizat un dilatometru Ernst - Leitz, care a permis înregistrarea fotografică a curbelor de dilatație.

Valorile punctelor critice de transformare au fost stabilite prin metoda tangențelor la inflexiunea curbelor.

În figurile 3.1, 3.2 se reproduc două asemenea înregistrări, iar în figurile 3.3, 3.4 microstructurile obținute în urma ciclurilor de încălzire-răcire menționate.

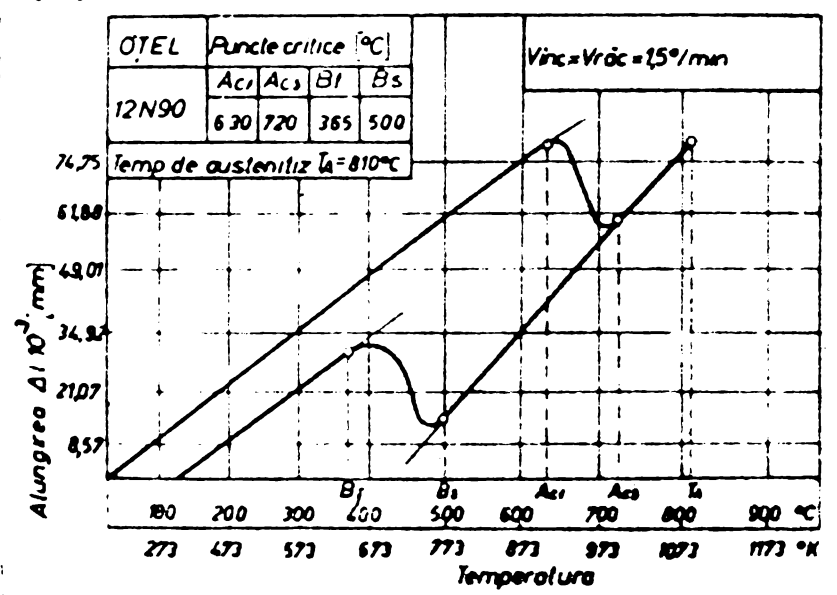


Fig.3.1.

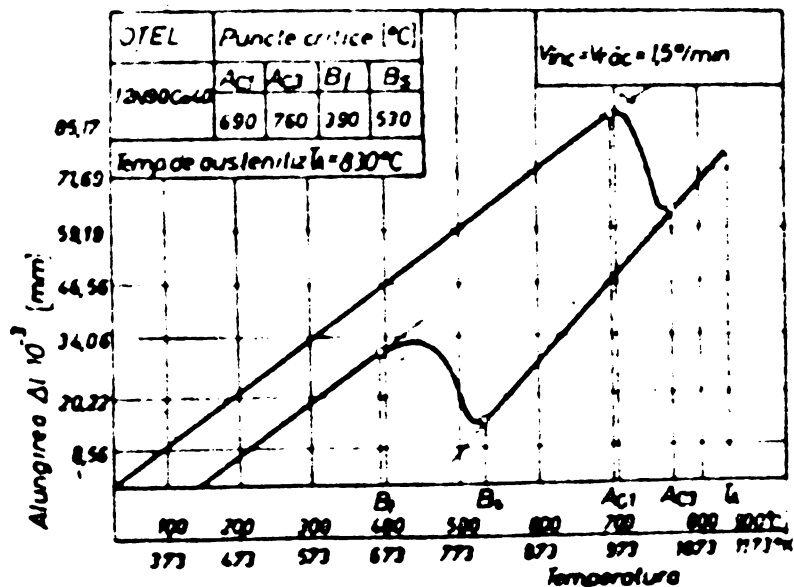


Fig.3.2.

Aceste date ne dau următoarele informații :

- Nichelul se manifestă ca un element puternic gamagen, favorizând coborîrea temperaturilor de transformare  $A_{c1}$  și  $A_{c3}$  (fig.3.1);
- Alierea cu cobalt provoacă ridicarea poziției punctului  $A_{c1}$  cu  $60^{\circ}\text{C}$ , iar a punctului  $A_{c3}$  cu  $40^{\circ}\text{C}$  (fig.3.2);
- În ambele mărci de oțel, chiar în condițiile unor răciri cu viteze extrem de mici ( $1,5^{\circ}/\text{min}$ ) se obțin structuri intermediare de tip bainitic (fig.3.3,3.4);
- Poziția punctelor critice de început ( $B_s$ ) și de sfârșit ( $B_f$ ) ale transformării bainitice este deplasată spre temperaturi mai ridicate la oțelul aliat și cu Co, urmare a efectului său alfa-gen (fig.3.2 comparativ cu fig.3.1).

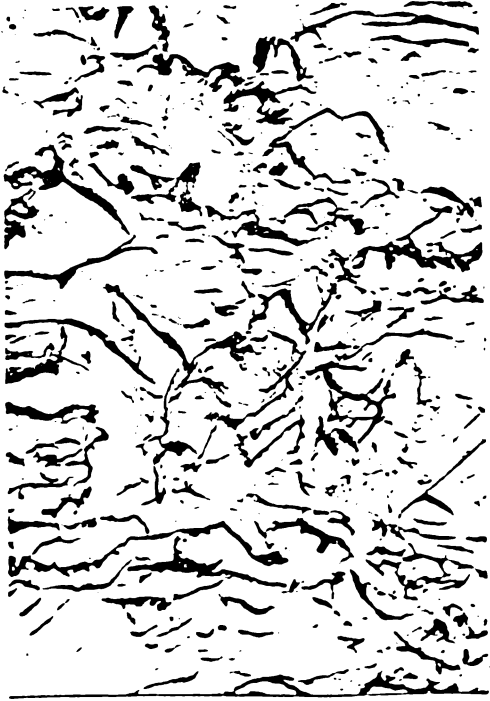


Fig.3.3a. 12N90 M.E.x 2700



Fig.3.3b. 12N90 M.E.x 5400

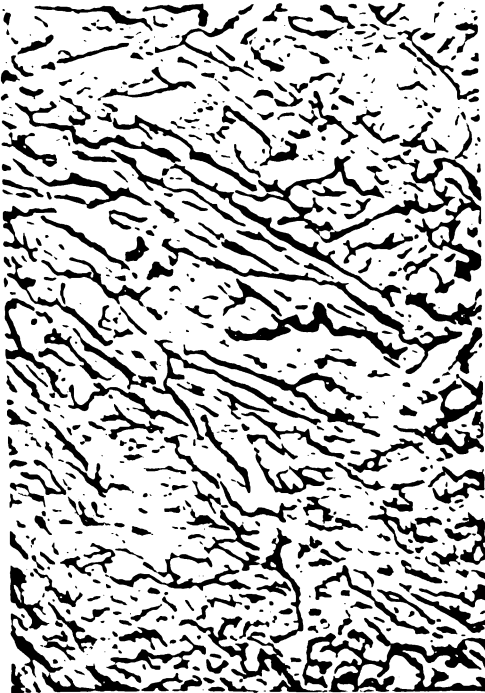


Fig.3.4a.12N90Co40  
M.E. x 2700



Fig.3.4b. 12N90Co40  
M.E. x 5400

### 3.3. ALEGEREA TEMPERATURII OPTIME DE AUSTENITIZARE PENTRU CALIRE SI A MEDIULUI OPTIM DE RACIRE.

Temperatura optimă de austenitizare trebuie să asigure un grad mare de omogenitate al austenitei, o dimensiune cât mai fină a grăuntelui și o duritate maximă în urma călirii.

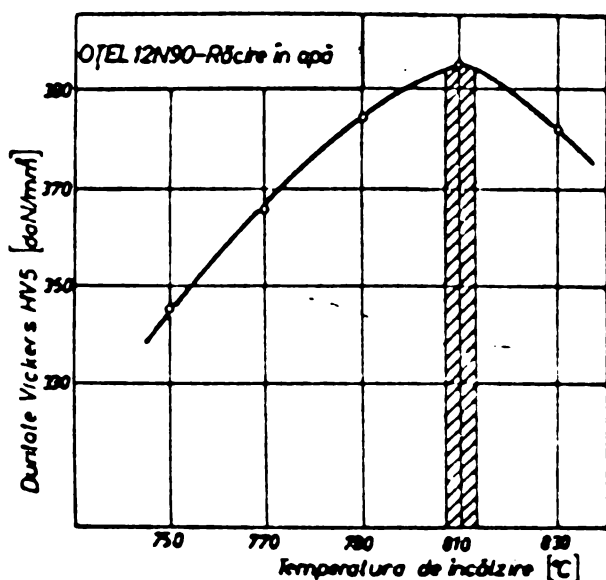


Fig.3.5.

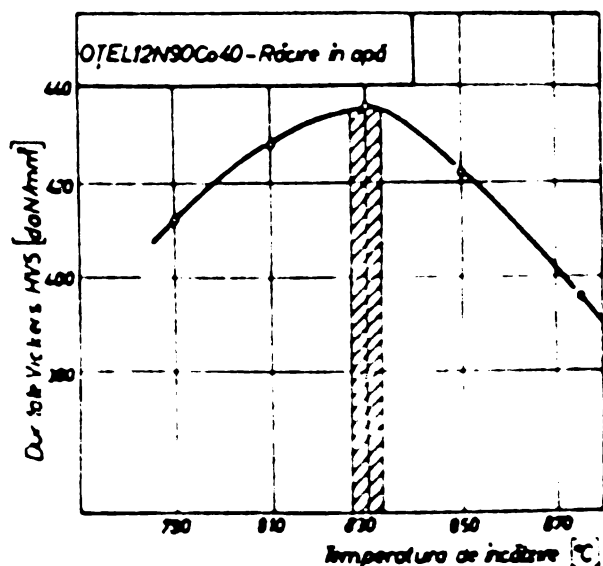


Fig.3.6.

Din analiza curbelor de evoluție a durității Vickers cu temperatura de încălzire, redată în figurile 3.5 și 3.6 se remarcă faptul că oțelul aliat numai cu nichel va poseda o duritate maximă  $HV = 395 \text{ daN/mm}^2$  după călirea în apă de la  $810^\circ\text{C}$ , în timp ce oțelul aliat și cu cobalt va asigura o duritate maximă  $HV = 435 \text{ daN/mm}^2$  prin călirea în apă de la  $830^\circ\text{C}$ . Mediul optim de răcire la călire, rezultat din diagramele CCT (fig.3.7,3.8) trasate de diferiți autori pentru oțeluri cu compoziții chimice similare, este apa, uleiul sau chiar aerul. Analiza acestora demonstrează faptul că alierea cu cobalt influențează temperatura punctelor critice de transformare, călibilitatea și mărimea domeniilor de apariție a diversilor constituenți structurali. Temperaturile de început și sfârșit ale transformării

martensitice ( $M_s$  și  $M_f$ ) sînt mai ridicate la oțelul aliat și cu 4% Co, fapt care contribuie la micșorarea cantității de austenită reziduală după călire.

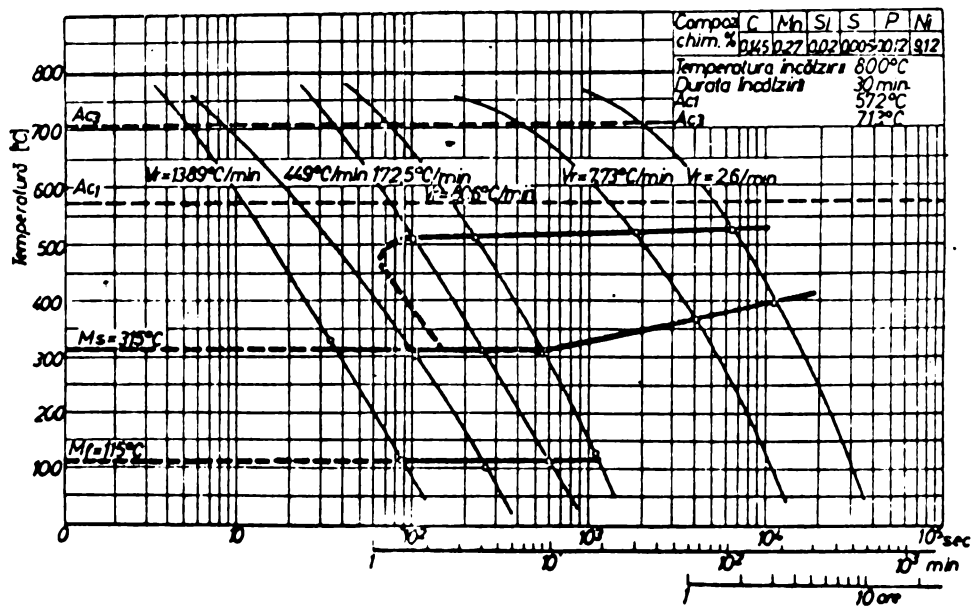


Fig.3.7.

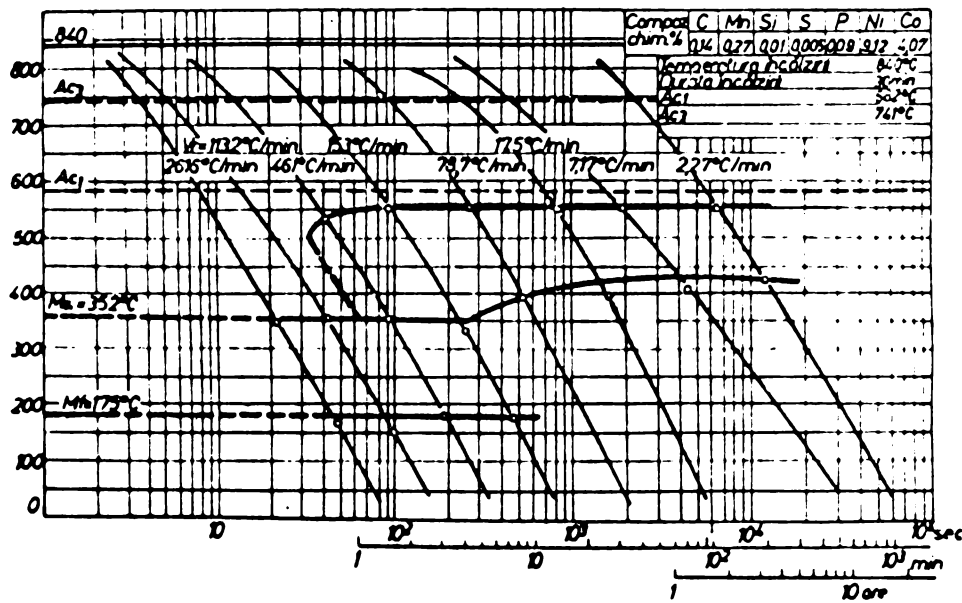


Fig.3.8.

Transformarea de tip bainitic începe mult mai repede la oțelul care conține și cobalt, timpul de incubație fiind de 2,5 ori mai mic decât la oțelul aliat numai cu nichel [51]. În fine, viteza critică de călire crește de la 371,20/min. la 896,50/min. prin adaosul de 4% Co și ca urmare călibilitatea acestui oțel se va micșora [51].

INSTITUTUL POLITEHNIC  
 TIMIȘOARA  
 BIBLIOTECA CENTRALĂ

### 3.4. TRATAMENTE TERMOMECHANICE APLICATE.

Prezența nichelului în cantitate suficient de mare în compoziția chimică a ambelor mărci de oțel favorizează obținerea unor structuri de tip martensitic, chiar la răcirii în aer din domeniul austenitic. Martensita de călire obținută, avînd un conținut scăzut în carbon și ridicat în nichel, conservă foarte bune caracteristici de tenacitate și ductilitate, astfel că poate fi deformată plastic la rece.

În urma unor încercări preliminare, au fost stabilite regiunile de prelucrare termomecanică, prezentate în tabelul 3.2.

Tabelul 3.2.

Marca de oțel	Călire obișnuită			Deformare la rece ε [%]	Revenire		
	T <sub>A</sub> [°C]	t <sub>man</sub> [min]	Mediu de răcire		T <sub>rev</sub> [°C]	t <sub>man</sub> [min]	Mediu de răcire
12N90	810	30	APA	0	160	120	AER
				1			
				1,5			
				2			
				2,5			
12N90Co40	830	30	APA	0	160	120	AER
				1			
				2			
				3			
				4			

Obs: Probele au fost cercetate în stare călită - deformată, respectiv după călire - deformare - revenire

Deformarea la rece a fost realizată pe epruvete de tracțiune călite în apă, folosind un dispozitiv Amsler montat pe o mașină de tracțiune Wolpert. Încercările preliminare au arătat că gradele de deformare maxime permise au fost de 2,5% (oțel 12N90) respectiv 4% (oțel 12N90Co40), la valori mai mari ale acestora putîndu-se produce gîtuirea probelor.

Epruvetele astfel pregătite au fost supuse pe de o parte încercărilor sclerometrice și mecanice în vederea studierii comportării la tratament termomecanic a acestor oțeluri, iar pe de altă parte, cercetărilor structurale de finețe (microscopie erezală) în vederea elucidării mecanismului complex al durificării realizate la interacțiunea tratament termic-deformare.

Deoarece metodice de lucru folosite pentru aprecierea modificărilor micro - și submicrostructurale apărute este prezentată pe larg în capitolul IV, în continuare se vor face câteva

precizări legate de efectuarea și interpretarea unor încercări mecanice.

Determinarea caracteristicilor de rezistență ( $\sigma_r, \sigma_{0,2}$ ) plasticitate ( $\delta_5, \psi$ ) și tenacitate (KCV) s-a efectuat pe câte 3 epruvete prelevate în sens longitudinal față de direcția de laminare, respectîndu-se normele actuale privind forma, dimensiunile și modul de încercare propriuzisă.

Nu s-au făcut încercări și pe epruvete prelevate transversal față de direcția de laminare pe de o parte din lipsă de material iar pe de altă parte datorită faptului că aproape în totalitate echipamentele pentru instalații criogenice se prelucreză longitudinal față de sensul de laminare.

Pentru mărirea gradului de încredere în rezultatele experimentale, aplicînd metoda polinoanelor ortogonale [8] [35] s-au stabilit ecuațiile de regresie și coeficienții de corelație a mărimilor cercetate pentru cazurile tehnologice semnificative. Această metodă de calcul statistic constă în principiu în următoarele:

Notînd cu X și Y cele două variabile, dependența funcțională dintre ele se calculează cu relația :

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i \quad (1)$$

Determinarea intensității legăturii dintre mărimile X, Y, se face cu ajutorul unui coeficient de corelație  $R^2$ , care practic exprimă în ce măsură regresia calculată corespunde punctelor experimentale. Coeficientul de corelație  $R^2$  este dependent de estimatorul erorii standard  $S_\epsilon$ , care măsoară dispersia punctelor față de curba de regresie. Pentru ca  $R^2$  să exprime în mod corespunzător intensitatea corelației, el trebuie să prezinte două caracteristici principale :

- să aibă valoare mare cînd regresia stabilită este corectă și valoare mică în caz contrar;
  - să fie independent de unitățile de măsură ale variabilelor.
- Există mai multe expresii acceptate ca valabile pentru coeficientul de corelație  $R^2$ , cea mai corectă fiind:

$$R^2 = 1 - \frac{S_\epsilon^2}{S_Y^2} \quad (2)$$

unde :

$$S_{\xi}^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(Y_j - \hat{Y}_i)^2}{n - q} \quad (3)$$

$$S_Y^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(Y_j - \bar{Y})^2}{n - 1} \quad (4)$$

în care:

n - numărul de observații experimentale;

q - numărul de parametri din regresia stabilită  $Y=f(X)$

$Y_j$  - valorile determinate experimental pentru variabila Y

$\hat{Y}_j$  - valorile variabilei Y conform curbei de regresie calculate

Cu cât valoarea lui  $R^2$  este mai apropiată de unitate cu atât regresia stabilită exprimă în mai mare măsură corelația dintre X și Y.

Dacă  $R^2 = 1$ , corelația este ideală, adică regresia calculată reprezintă 100% din corelația dintre X și Y. Dacă  $R^2 = 0$ , atunci regresia calculată reprezintă 0% din corelația dintre X și Y.

La aplicarea analizei statistice asupra oricărui grup de rezultate experimentale, trebuie să se aibă în vedere faptul că această analiză este în ultimă instanță dictată de modul cum au fost obținute rezultatele. Dacă datele experimentale sînt colectate, tabelate, analizate și interpretate corect, atunci, cu un anumit grad de incertitudine, concluziile bazate pe aceste date pot fi evaluate matematic precis.

Totodată, aplicarea metodelor de calcul statistic este justă numai dacă distribuția bidimensională, adică a perechilor de valori (X,Y) este normală.

O primă indicație cu privire la normalitatea distribuției bidimensionale o pot da distribuțiile parțiale. Dar, verificarea normalității distribuțiilor empirice parțiale nu constituie decît o primă etapă a verificării normalității distribuției empirice bidimensionale.

Normalitatea ambelor distribuții parțiale este o condiție necesară dar nu și suficientă pentru normalitatea distribuției bidimensionale corespunzătoare.

La testarea normalității distribuțiilor parțiale se poate folosi o distribuție în "t", iar la testarea normalității distribuției bidimensionale se folosește o distribuție în " $X^2$ ".



Verificarea normalității unei distribuții bidimensionale se bazează pe următoarele considerații teoretice:

Dacă  $X$  și  $Y$  sînt două variabile independente și distribuite normal, avînd mediile  $\bar{X}$  și  $\bar{Y}$  și dispersiile  $\sigma_x^2$  și  $\sigma_y^2$ , funcțiile de frecvență ale distribuțiilor acestor variabile sînt:

$$f_x(X) = \frac{1}{\sigma_x \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(X_i - \bar{X})^2}{2\sigma_x^2}} \quad (5)$$

și

$$f_y(Y) = \frac{1}{\sigma_y \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(Y_i - \bar{Y})^2}{2\sigma_y^2}} \quad (6)$$

unde  $X_i$  și  $Y_i$  sînt valori oarecare ale variabilelor  $X$  și  $Y$ .  
In cazul în care distribuția bidimensională  $(X, Y)$  este normală, funcția de frecvență a acestei distribuții este:

$$f(\chi^2) = \frac{1}{2} e^{-\frac{1}{2}\chi^2} \quad (7)$$

unde mărimea  $\chi^2$ :

$$\chi^2 = \frac{1}{1-r^2} \left[ \left( \frac{X_i - \bar{X}}{\sigma_x} \right)^2 + \left( \frac{Y_i - \bar{Y}}{\sigma_y} \right)^2 - 2r \frac{X_i - \bar{X}}{\sigma_x} \cdot \frac{Y_i - \bar{Y}}{\sigma_y} \right] \quad (8)$$

are o distribuție  $\chi^2$  cu două grade de libertate.

Pentru fiecare pereche de valori  $(X_i, Y_i)$  ale variabilelor  $X$  și  $Y$  se poate calcula cu ajutorul relației (8) o valoare a lui  $\chi^2$  care se poate compara cu valorile corespunzătoare ale distribuției teoretice.

Funcția de distribuție  $F(\chi^2)$  va avea expresia:

$$F(\chi^2) = \int_0^{\chi^2} \frac{1}{2} e^{-\frac{1}{2}\chi^2} d\chi = 1 - e^{-\frac{1}{2}\chi^2} \quad (9)$$

sau:

$$1 - F(\chi^2) = e^{-\frac{1}{2}\chi^2} \quad (10)$$

Prin logaritmare se obține:

$$\log 1 - F(\chi^2) = -\frac{1}{2}\chi^2 \log e = -0,217 \chi^2 \quad (11)$$

Pentru mărimea  $1 - F(\chi^2)$  s-a determinat prin calcule un șir de valori aproximative, definite prin termenul general  $(\frac{n-i+1/2}{n})$ .

În felul acesta, dacă într-un sistem semilogaritmice de coordonate  $\chi^2$ ,  $\log \frac{n-i+1/2}{n}$  se reprezintă relația (11), obținem o dreaptă care trece prin punctul (0,1) și are coeficientul unghiular egal cu -2,17.

Dacă distribuția bidimensională este normală, punctele se grupează în jurul acestei drepte. Cu cât punctele se împrăștiie mai puțin în jurul dreptei  $\log 1 - F(\chi^2) = -2,17 \chi^2$ , cu atât există o siguranță mai mare că distribuția bidimensională este normală.

Dacă punctele se abat semnificativ față de dreapta care reprezintă de fapt funcția de distribuție teoretică a variabilei  $\chi^2$ , nu există niciun temei să se considere că distribuția bidimensională este normală și deci ipoteza normalității trebuie respinsă.

### 3.5. REZULTATE MACROSCOPICE PARTIALE. DETERMINARI SCLEROMETRICE.

Incercările de duritate Vickers HV<sub>5</sub> au permis aprecierea

OTEL 12N90

No. încercare	Profundime opt. (mm)	HV <sub>5</sub> (kgf/cm <sup>2</sup> )		Ecartul de regresie	Coef. de variație (%)
		Top	Interior		
1	0,1	0	170	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	165		
		2	175		
		3	160		
		4	170		
2	0,1	0	180	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	175		
		2	185		
		3	170		
		4	180		
3	0,1	0	170	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	175		
		2	170		
		3	175		
		4	170		
4	0,1	0	170	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	175		
		2	170		
		3	175		
		4	170		

Tab. 3.3.

OTEL 12N90Co-40

No. încercare	Profundime opt. (mm)	HV <sub>5</sub> (kgf/cm <sup>2</sup> )		Ecartul de regresie	Coef. de variație (%)
		Top	Interior		
1	0,1	0	175	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	170		
		2	180		
		3	175		
		4	170		
2	0,1	0	180	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	175		
		2	185		
		3	170		
		4	180		
3	0,1	0	170	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	175		
		2	170		
		3	175		
		4	170		
4	0,1	0	170	-1,2001 x HV <sub>5</sub> - 0,0001	0,15
		1	175		
		2	170		
		3	175		
		4	170		

Tab. 3.4.

macroscopică a modificărilor structurale intervenite în procesul de interacțiune tratament termic - deformare.

În tabelele 3.3, 3.4 și fig. 3.9, 3.10 sînt prezentate sintetic rezultatele examinărilor sclerometrice pentru variantele tehnologice semnificative. Analiza acestor date evidențiază următoarele aspecte:

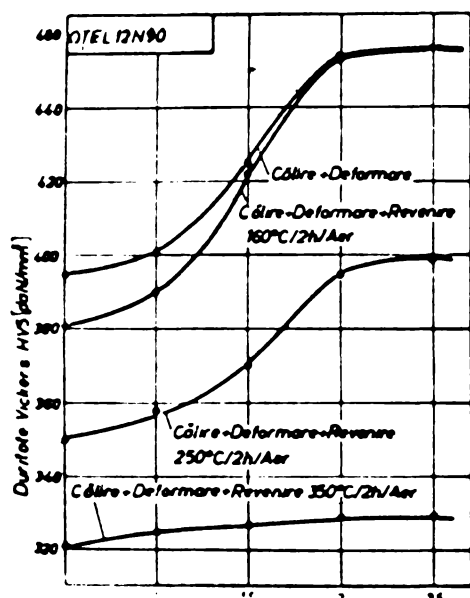


Fig.3.9

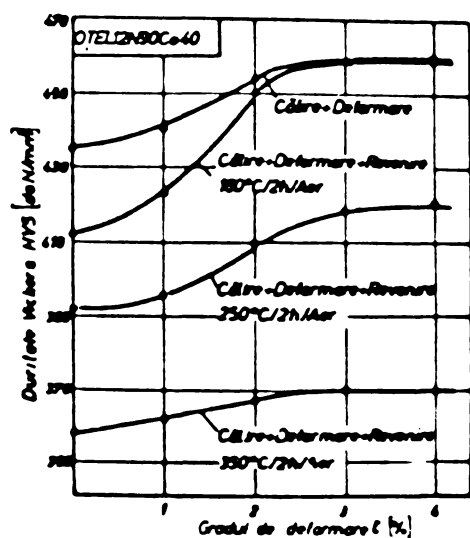


Fig.3.10.

- duritatea ambelor mărci de oțel crește pe măsura ridicării gradului de deformare la rece;
- creșterea de duritate este mai pronunțată la oțelul fără Co (61 HV<sub>5</sub> față de 25 HV<sub>5</sub>), urmare a faptului că după încălirea convențională aici apare o cantitate mai mare de austenită reziduală care se transformă parțial în timpul procesului de deformare plastică;
- oțelul aliat și cu 4% Co are după călirea clasică o duritate mai mare decât cel aliat numai cu Ni, fenomen explicabil pe de o parte prin cantitatea mai mică de austenită după călire, iar pe de altă parte, prin alierea suplimentară a martensitei;
- temperaturile de revenire se manifestă activ, influențînd diferențiat mecanismul și cinetica proceselor de precipitare a fazelor secundare;
- coeficienții de corelație obținuți atestă un grad mare de încredere în rezultatele experimentale.

3.6. EXEMPLU DE CALCUL PENTRU ILUSTRAREA METODEI  
POLINOAMELOR ORTOGONALE

OTEL 12N90Co40. Tratament aplicat: Călire + Deformare la rece cu  $\xi = 1...4\%$ .

Rezultatele încercărilor de duritate Vickers HV<sub>5</sub> sînt prezentate în tab. 3.5.

Tabelul 3.5.

Nr. crt.	Gradul de deformare $\xi$ [%]	Duritatea medie HV <sub>5</sub> [daN/mm <sup>2</sup> ]
1	0	435
2	1	440,5
3	2	454
4	3	459
5	4	460

Fiecare valoare de duritate din tab.3.5. reprezintă media aritmetică a 15 măsurători experimentale.

Se notează variabila  $\xi$  cu X și variabila HV<sub>5</sub> cu Y.

Vom urmări estimarea dependenței  $\hat{Y} = f(X)$  exprimată cu ajutorul polinoamelor ortogonale de forma:

$$\hat{Y} = A_0 + \sum_{i=1}^n A_i \xi_i$$

Deoarece variabila X are valori echidistante, i se dă pentru simplificare valorile 1...5. Astfel, tab.3.5 devine :

X <sub>j</sub>	1	2	3	4	5
Y <sub>j</sub>	435	440,5	454	459	460

De obicei, se iau în considerare polinoamele ortogonale de gradul 1,2 și 3.

$$\begin{aligned} \xi_1 &= \lambda_1 (X - \bar{X}) \\ \xi_2 &= \lambda_2 \left[ (X - \bar{X})^2 - \frac{n^2 - 1}{12} \right] \\ \xi_3 &= \lambda_3 \left[ (X - \bar{X})^3 - (X - \bar{X}) \frac{3n^2 - 7}{20} \right] \end{aligned}$$

Conform calculelor de regresie prin metoda polinoamelor ortogonale [7, 39], considerînd  $\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda_3 = 1$ , media valorilor variabilei  $X$  fiind  $\bar{X} = 3$ , se calculează mărimile din tab.3.6:

Tabelul 3.6.

$X_j$	1	2	3	4	5
$\xi_{1j}$	-2	-1	0	1	2
$\xi_{2j}$	2	-1	-2	-1	2
$\xi_{3j}$	-1,2	2,4	0	-2,4	1,2

Cu aceste valori rezultă:

(C.m.m.d.c)  $\xi_{1j} = 1$  și deci  $\lambda_1 = 1$

(C.m.m.d.c)  $\xi_{2j} = 1$  și deci  $\lambda_2 = 1$

(C.m.m.d.c)  $\xi_{3j} = 1,2$  și deci  $\lambda_3 = 0,835$

Avînd aceste mărimi, calculul se desfășoară în continuare tabelar, după cum urmează (tab.3.7).

Tabelul 3.7.

$X_j$	$Y_j$	$\xi_{j1}^*$	$\xi_{j2}^*$	$\xi_{j3}^*$	$Y_j \xi_{j1}^*$	$Y_j \xi_{j2}^*$	$Y_j \xi_{j3}^*$	$(\xi_{j1}^*)^2$	$(\xi_{j2}^*)^2$	$(\xi_{j3}^*)^2$
1	435	-2	2	-1	-870	870	-435	4	4	1
2	440,5	-1	-1	2	-440,5	-440,5	881	1	1	4
3	454	0	-2	0	0	-908	0	0	4	0
4	459	1	-1	-2	459	-459	-918	1	1	4
5	460	2	2	1	920	920	460	4	4	1

Mărimile notate cu  $\xi_{ji}^*$  din tab.3.7 se calculează cu relația:

$$\xi_{ji}^* = \xi_{ji} \cdot \lambda_i \text{ pentru } i = 1 \dots 3 \text{ și } j = 1 \dots 5$$

Cu mărimile prezentate în tab.3.7 se calculează coeficienții regresiei,  $A_i$  ( $i = 0 \dots 3$ ):

$$A_0 = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 Y_j = 449,5$$

$$A_1 = \frac{\sum_{j=1}^5 Y_j \cdot \xi_{j1}^*}{\sum_{j=1}^5 (\xi_{j1}^*)^2} = \frac{68,3}{10} = 6,83$$

$$A_2 = \frac{\sum_{j=1}^5 Y_j \cdot \xi_{j2}^*}{\sum_{j=1}^5 (\xi_{j2}^*)^2} = -\frac{17,7}{14} = -1,26$$

$$A_3 = \frac{\sum_{j=1}^5 Y_j \cdot \xi_{j3}^*}{\sum_{j=1}^5 (\xi_{j3}^*)^2} = -\frac{11,6}{10} = -1,16$$

Expresia regresiei căutate va fi :

$$\hat{Y} = 449,5 + 6,83 (X-3) - 1,26 \left[ (X-3)^2 - \frac{5^2-1}{12} \right] - 1,16 \cdot 0,835 \left[ (X-3)^3 - (X-3) \cdot \frac{3 \cdot 5^2 - 7}{20} \right] = 437,26 - 9,29X + 7,76X^2 - 1,002X^3$$

Pentru regresia de gradul 3 determinată mai sus, calculul coeficientului de corelație se desfășoară tabelar, conform tabelului 3.8

Tabelul 3.8

$Y_j$	$X_j$	$Y_j - \hat{Y}_j$	$(Y_j - \hat{Y}_j)^2$	$Y_j - \hat{Y}_j$	$(Y_j - \bar{Y})^2$
0	1	2	3	4	5
435	434,7	0,30	0,09	-14,7	216,09
440,5	441,6	-1,1	1,2099	-9	81
454	452,2	1,8	3,2399	4,3	18,49
459	460,1	-1,1	1,2099	9,3	86,489
460	459,6	0,4	0,16	10,3	106,089

Cu aceste valori se calculează mărimile  $S_{\xi}^2$  și  $S_Y^2$ , respectiv coeficientul de corelație  $R^2 = 1 - \frac{S_{\xi}^2}{S_Y^2} = 0,9934$ , adică

regresia stabilită reprezintă 99,34% din corelația dintre X și Y.

### 3.7. CONCLUZII - Capitolul III.

Incercările dilatometrice efectuate asupra ambelor mărci de oțel evidențiază efectul puternic gamagen al Ni, manifestat prin coborîrea punctelor critice  $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$  și efectul alfa-gen al Co care provoacă ridicarea poziției punctului  $A_{c1}$  cu  $60^{\circ}\text{C}$  respectiv  $A_{c3}$  cu  $40^{\circ}\text{C}$ .

Obținerea unor constituenți structurali de tip bainitic în urma răcirilor cu viteze extrem de mici ( $1,5^{\circ}/\text{min}$ ), constituie un avantaj practic deosebit, legat de posibilitățile de aplicare concretă a procedurii de tratament "marstraining".

Vitezele critice de călire la ambele mărci de oțel avînd valori mici, se pot obține în practică chiar la răciri lente structuri de tip martensitic.

Conținutul scăzut în carbon al martensitei de călire alături de influența favorabilă a Ni asupra dimensiunii grăuntelui feritic și plasticității acesteia, sînt elemente care justifică susceptibilitatea acestor oțeluri la procedeul de tratament neconvențional bazat pe deformarea la rece a structurii de călire.

Oțelul aliat cu 9% Ni și 4% Co avînd după călirea obișnuită o cantitate mai mică de austenită reziduală, respectiv posedînd o rezistență mecanică mai mare comparativ cu oțelul aliat numai cu nichel (efectul datorîndu-se și gradului mai înalt de aliere a martensitei), a permis aplicarea unor grade mai mari de deformare la rece ( maxim 4% - oțel 12N90Co40 față de maxim 2,5% - oțel 12N90).

Rezultatele macroscopice parțiale obținute prin încercările sclerometrice evidențiază oportunitatea aplicării tratamentelor termomecanice acestei categorii de oțeluri și permit o serie de observații referitoare la modificările structurale care intervin fie în procesul deformării plastice propriu-zise, fie în cursul revenirilor ulterioare.

Metodica de cercetare propusă pentru aprecierea calitativă sau cantitativă a factorilor determinanți ai durificării prin tratament termomecanic a acestor oțeluri este corespunzătoare nivelului actual de investigație pe plan mondial în domeniul

cercetării materialelor metalice și poate fi adaptată la întreaga gamă de aliaje susceptibile la prelucrări termomecanice.

Prelucrarea tuturor rezultatelor experimentale prin calcul statistic deși este extrem de laborioasă, întregeste concluziile ce se desprind din interpretarea oricărei dependențe între două sau mai multe mărimi cercetate.

Valorile ridicate ale coeficienților de corelație obținuți la determinările sclerometrice, demonstrează că acestea au fost efectuate îngrijit și că au un grad mare de omogenitate pe întreaga secțiune transversală a epruvetei.



## CAPITOLUL IV

### CERCETARI ASUPRA MECANISMULUI DE DURIFICARE LA TRATAMENT TERMOMECHANIC

#### 4.1. ASPECTE TEORETICE ALE TRATAMENTULUI "MARSTRAINING"

Dintre metodele de durificare a oțelurilor bazate pe asocierea într-o anumită succesiune a operațiilor de deformare plastică și tratament termic face parte și metoda deformării structurii martensitice, cunoscută în literatura americană sub denumirea de "marforming" sau "marstraining". În acest caz: (fig.4.1), deformarea plastică urmează transformării fazice, respectiv operației de călire, durificarea datorându-se efectelor ecruisării mecanice și a proceselor de îmbătrânire a martensitei deformate.

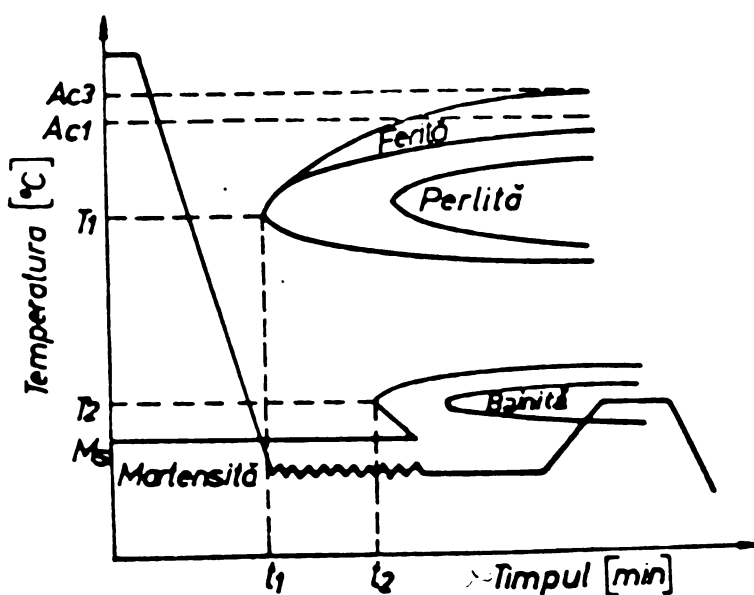


Fig.4.1.

La oțelurile cu conținuturi medii sau ridicate în carbon, ca o variantă a aceleiași metode, ecruisarea se aplică după călire și revenire joasă. În ambele cazuri, procesele de revenire care urmează sînt influențate favorabil, asigurînd un spectru de proprietăți mecanice foarte ridicat.

Fiind un procedeu de tratament ușor de realizat în practică, constând din intercalarea unor deformări la rece cu o reducere de secțiune sub 10% a produsului călit la martensită, capătă o extindere rapidă la o gamă variată de oțeluri complex aliate cu diferite destinații. În cazul oțelurilor martensitice de tip maraging [29] constituie metoda de bază care asigură obținerea unor rezistențe utile de circa 200 daN/mm<sup>2</sup>.

Pornind de la considerentele teoretice care stau la baza explicării mecanismului durificării realizate prin descompunerea soluțiilor solide suprasaturate sub efectul deformărilor plastice prealabile, se preconizează că și în cazul revenirii martensitei deformate, vor interveni modificări importante legate de mecanismul și cinetica proceselor de precipitare, prin existența unui număr mare de germeni de cristalizare și a unor fenomene de difuzie accelerată.

În consecință, sînt de așteptat o serie de particularități și abateri față de comportarea la revenire a oțelurilor călite convențional, fie în sensul realizării unei durificări suplimentare (avînd în vedere mărirea gradului de dispersie al carburilor), fie al unei înmuieri accelerate (avînd în vedere creșterea instabilității matricei).

Deoarece proprietățile finale ale oțelului supus tratamentului "marstraining" depind nemijlocit de acțiunea deformării plastice asupra celor doi factori structurali menționați respectiv de rezultanta interacțiunii lor reciproce, apare ca deosebit de importantă cunoașterea exactă calitativă și cantitativă a tuturor modificărilor structurale care intervin în diferite etape de revenire, comparativ cu oțelul călit clasic pe de o parte și între oțelurile deformate cu diferite grade de reducere, pe de altă parte.

În cele ce urmează se prezintă sintetic rezultatele cercetărilor întreprinse asupra mecanismului complex al durificării realizate la ambele oțeluri, atît după deformarea la rece a structurii de călire cu reduceri între 1 și 4% cît și după revenirile ulterioare. Aceste rezultate se analizează comparativ cu starea convențională de tratament termic, aceea de călire - revenire.

Pentru aprecierea modificărilor micro - și submicrostructurale apărute s-au folosit ca mijloace de investigație - microscopia electronică pe folii metalice, microsonda electronică și analiza röntgenografică.

#### 4.2. MODIFICARI ALE CRISTALELOR DE MARTENSITA PRIN TRATAMENT TERMOMECHANIC,

##### 4.2.a Martensita de călire - deformare.

Transformarea de tip martensitic, indiferent de starea structurală a austenitei din care provine (neecruisată, ecruisată, recristalizată parțial sau total), provoacă o durificare importantă ca urmare a efectului de ecruisare fazică. Prin deformarea la rece a structurii de călire se favorizează o durificare suplimentară, atribuită schimbărilor produse atât în imperfecțiunile rețelei cristaline (lungime de coerență, distorsiunea tetragonală, densitatea defectelor de împachetare etc) cât și în dimensiunile și morfologia cristalelor de martensită.

Aplicând tehnica foliilor metalice, cu ajutorul unui microscop electronic JEM 200A, s-au făcut investigații asupra martensitei din ambele oțeluri criogenice tratate termic convențional și neconvențional.

Debitarea probelor în vederea obținerii foliilor s-a făcut cu ajutorul unei mașini cu disc abraziv, la o grosime de 0,8 mm. Subțierea preliminară de la 0,8 mm la 0,1 mm s-a realizat prin șlefuire cu hârtie abrazivă, folosind un șablon special. Materialele având o limită de curgere ridicată, nu a existat pericolul introducerii unor dislocații prin însăși procesul de șlefuire. Subțierea finală a fost efectuată după procedeul de subțiere cu jet dublu de electrolit, folosind o instalație Tenupol și utilizând ca electrolit o soluție formată din 90% alcool etilic și 10% acid percloric.

Dacă în urma călirii clasice, în structura ambelor oțeluri apar ace mari de martensită ( fig.4.2 și 4.3), cu un caracter rugos prin deformarea la rece a structurii de călire se favorizează finisarea accentuată a cristalelor de martensită, orientate la fel și zimțate pe limite datorită îngrădirii proceselor de alunecare ( fig. 4.4 și 4.5).

Se observă foarte clar o reducere a grosimii medii a cristalelor de la 1...1,6  $\mu\text{m}$  (călirea clasică) la 0,14...0,25  $\mu\text{m}$  (călire + deformare), respectiv a lungimii medii de la 6...10  $\mu\text{m}$  la 3...4  $\mu\text{m}$  (fig.4.4, 4.5 comparativ cu fig.4.2, 4.3). Pe lângă creșterea pronunțată a gradului de dispersie al structurii martensitice, se constată schimbarea morfologiei acesteia (de la forma aciculară se trece la formă lamelară și orientarea ei sub formă de pachete).

Investigațiile suplimentare efectuate cu ajutorul unui microscop electronic JSM - 50A au demonstrat că pe lângă creșterile cantitative și finisările acelor de martensită, la oțelul aliat și cu 4% Co (12N90Co40) se provoacă începerea proceselor de precipitare chiar dacă nu s-a făcut revenirea (fig.4.6 comparativ cu fig.4.7).

Probabil, explicația este dată de cantitatea de austenită reziduală mai mare la oțelul aliat numai cu Ni, fapt care face ca stabilitatea la descompunere prin deformare plastică a martensitei să fie mai mare. Oțelul aliat cu 9% Ni și 4% Co posedând după călirea convențională o cantitate mai mică de austenită reziduală, prin deformarea la rece a structurii de călire apar zone cu o densitate mare de defecte cristaline, puternic tensionate, se intensifică procesele de difuzie și apare posibilitatea separării unor compuși secundari prin însăși procesul de deformare.

Deși micșorarea accentuată a dimensiunilor martensitei contribuie la ridicarea caracteristicilor de rezistență mecanică, ea nu reprezintă totuși factorul determinant al durificării, deoarece același efect se poate obține și prin călire clasică (austenizare la temperaturi mai joase) fără a se atinge însă performanțele proprii aplicării tratamentului termomecanic.

Așadar, putem concluziona că reducerea dimensiunilor acelor de martensită, orientarea lor sub formă de pachete, creșterea gradului de dispersie și modificarea morfologiei, sînt elemente care justifică parțial mecanismul de durificare a acestor oțeluri prin tratament neconvențional.

#### 4.2.b Martensita de călire - deformare - revenire.

Starea de ecruisare fazică specifică oricărei transformări de tip martensitic, prin încălziri în timpul proceselor de revenire,

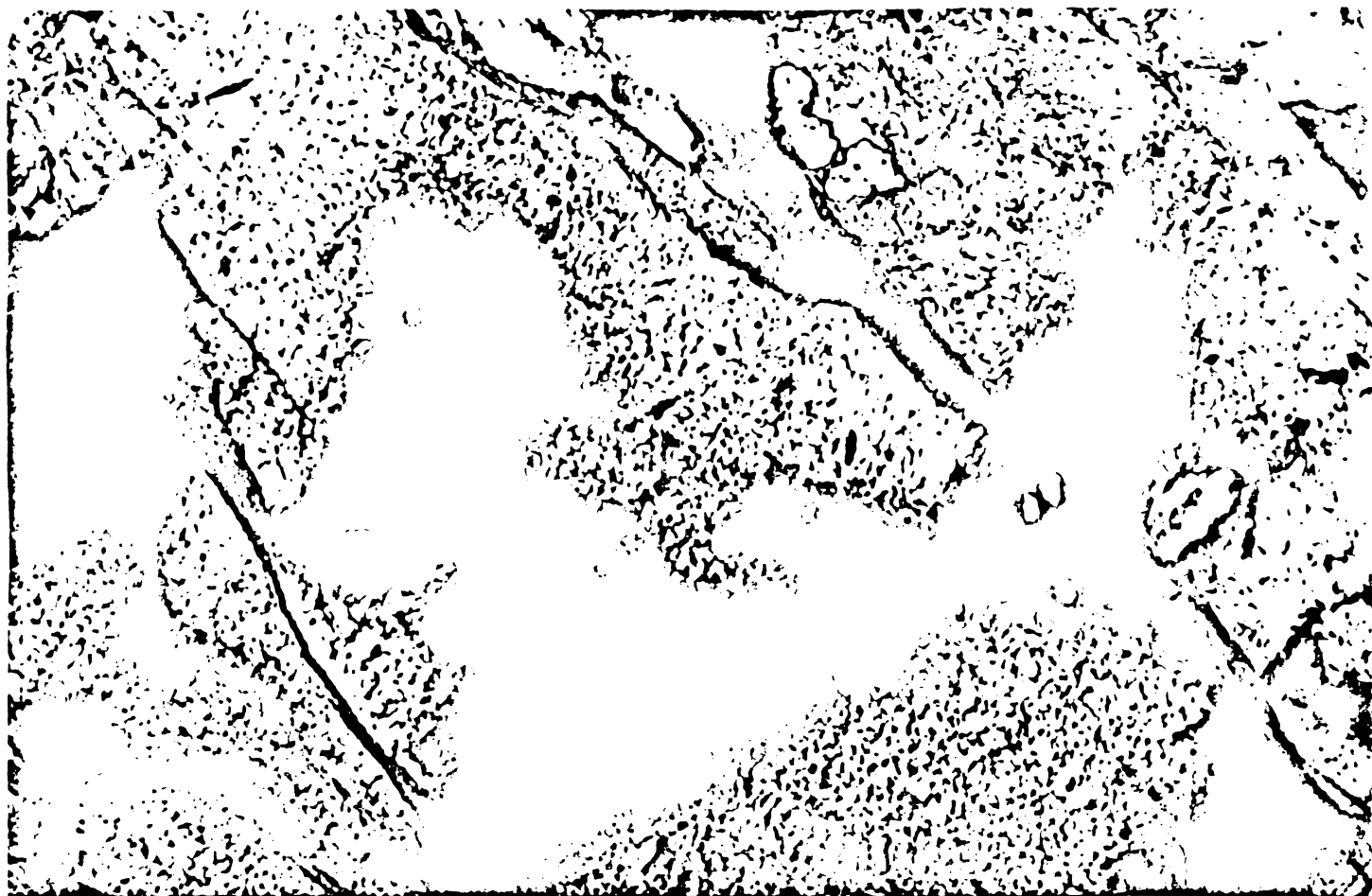


Fig.4.2. - M.E. x 100.000 Oțel 12N90  
Călire martensitică



Fig.4.3.- M.E. x 100.000 Oțel 12N90Co40  
Călire martensitică



Fig.4.4. M.E.x 100.000 Oțel 12N90  
Călire + Deformare  $\xi = 2,5\%$



Fig.4.5. M.E.x 100.000 Oțel 12N90Co40  
Călire + Deformare  $\xi = 4\%$ .

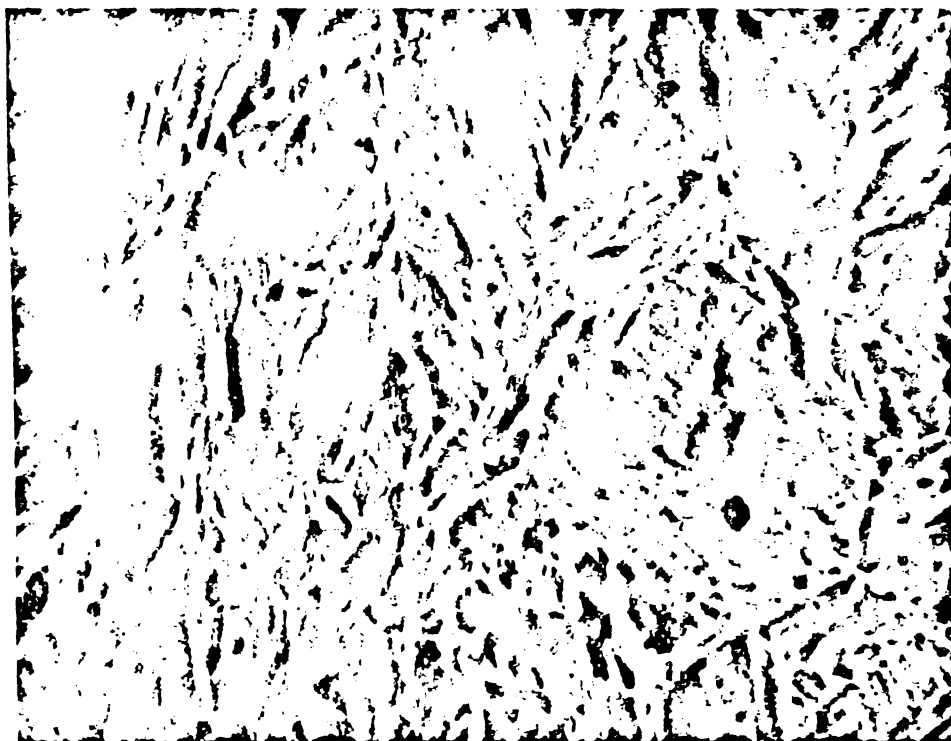


Fig.4.6.M.E. x 3.000 Oțel 12N90Co40  
Călire martensitică



Fig. 4.7.M.E. x 3.000 Oțel 12N90Co40. Călire  
martensitică + Deformare  $\xi = 4\%$

se menține pînă la anumite temperaturi, de la care încep procesele de restaurare caracterizate prin micșorarea deformărilor rețelei cristaline, reducerea tensiunilor de ordinul II și modificarea dimensiunilor blocurilor de mozaic. La temperaturi de revenire mai ridicate apar procesele de recristalizare "in situ", care constau în formarea și creșterea subgrăunților, prin înglobarea celor mici de către cei mari, fără a-și modifica orientarea.

Aplicarea tratamentului "marstraining" conduce la suprapunerea peste starea de ecruisare fazică și a unei ecruisări mecanice (distorsiuni și fragmentări ale cristalelor). Acest lucru determină o instabilitate mult mai mare din punct de vedere termodinamic și deci se vor grăbi fenomenele de restaurare și chiar recristalizare în cursul tratamentului de revenire. Peste aceste transformări ale matricei feritice suprasaturate se suprapun procesele de separare a carburilor influențate sensibil de deformarea plastică prealabilă.

În fig.4.8...4.15 sînt reprezentate cîteva microstructuri realizate pe folii metalice, caracteristice stărilor de tratament convențional și neconvențional, pentru unele temperaturi de revenire.

Rezultatele acestor examinări confirmă pe deplin considerațiile teoretice enunțate, analiza atentă a lor sugerînd următoarele observații:

- prin revenirea martensitei de călire clasică se menține forma aciculară a acesteia, iar dimensiunile cristalelor sînt relativ mari; ( fig.4.8; 4.9; 4.12; 4.13).

- la oțelurile tratate termomecanic, lamelele de martensită, prin revenire la diferite temperaturi, rămîn încă fragmentate și orientate la fel (fig.4.10; 4.11; 4.14; 4.15);

- dacă în oțelurile tratate clasic precipitarea fazelor secundare are o distribuție relativ întîmplătoare (fig.4.12;4.13), prin tratament neconvențional se favorizează separarea unor compuși extrem de fini ( $\ll 0,2 \mu\text{m}$ ) cu o dispunere ordonată și o orientare în general pe direcția martensitei (fig.4.14; 4.15);

- forma fazelor secundare separate în decursul etapelor de revenire rămîne însă aceeași, indiferent de dimensiunile și modul de așezare al acestora;

- în oțelurile tratate termomecanic, rețeaua de dislocații este mult mai densă, sesizîndu-se o ancorare puternică a acestora pe particulele de carburi precipitate (fig.4.16; fig.4.17);

- deși la temperaturi de revenire de  $350^{\circ}\text{C}$ , diferențele de duritate între starea de tratament clasic și termomecanic sînt mici, constatăm că în microstructura fină a oțelurilor deformate se mai mențin unele aspecte specifice legate de mărimea, orientarea și distribuția carburilor în matricea feritică (fig.4.14; 4.15 comparativ cu fig. 4.12; 4.13).





Fig.4.8. M.E.x 50.000. Oțel 12N90 Călire +  
Revenire 250°C/120 min/aer,



Fig.4.9. M.E.x 50.000 Oțel 12N90Co40.  
Călire + Revenire 250°C/120 min/aer.

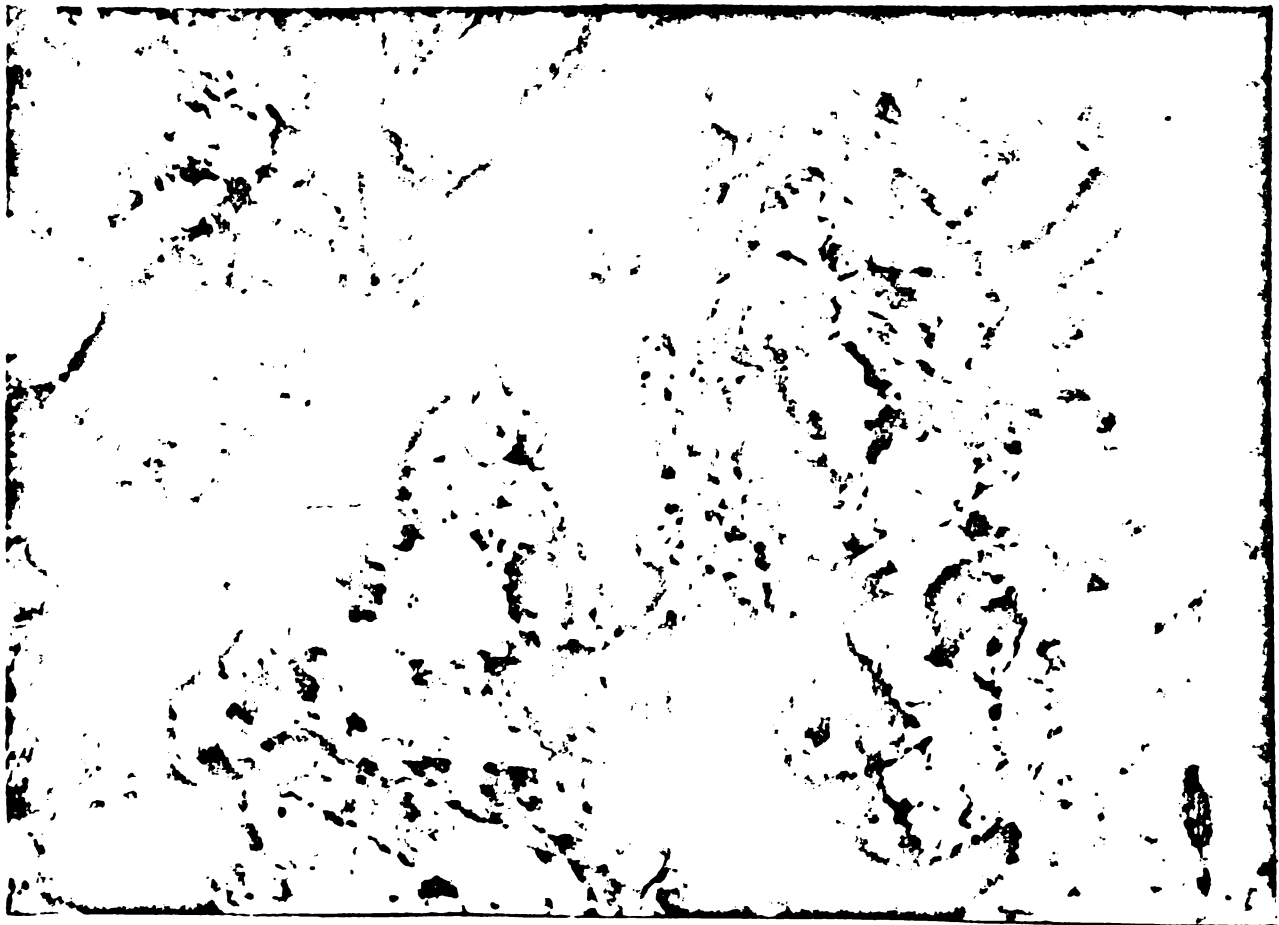


Fig.4.10.M.E.x 100.000 Oțel 12N90 Călire + Deformare  
 $\xi = 2,5\%$  + Revenire  $250^{\circ}\text{C}/120 \text{ min/aer}$ .

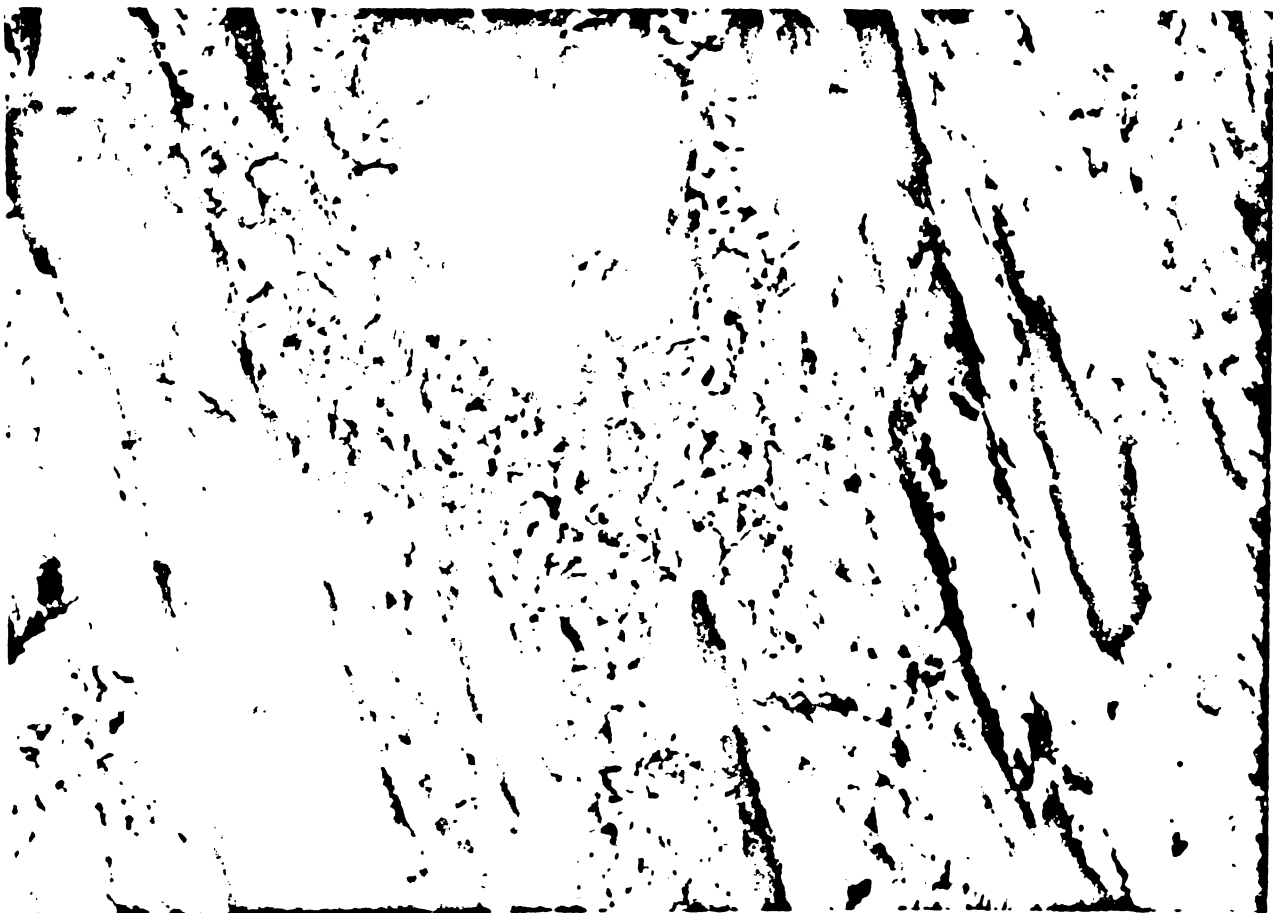


Fig.4.11.M.E.x 100.000 Oțel 12N90Co40. Călire +  
Deformare  $\xi = 4\%$ + Revenire  $250^{\circ}\text{C}/120 \text{ min/aer}$

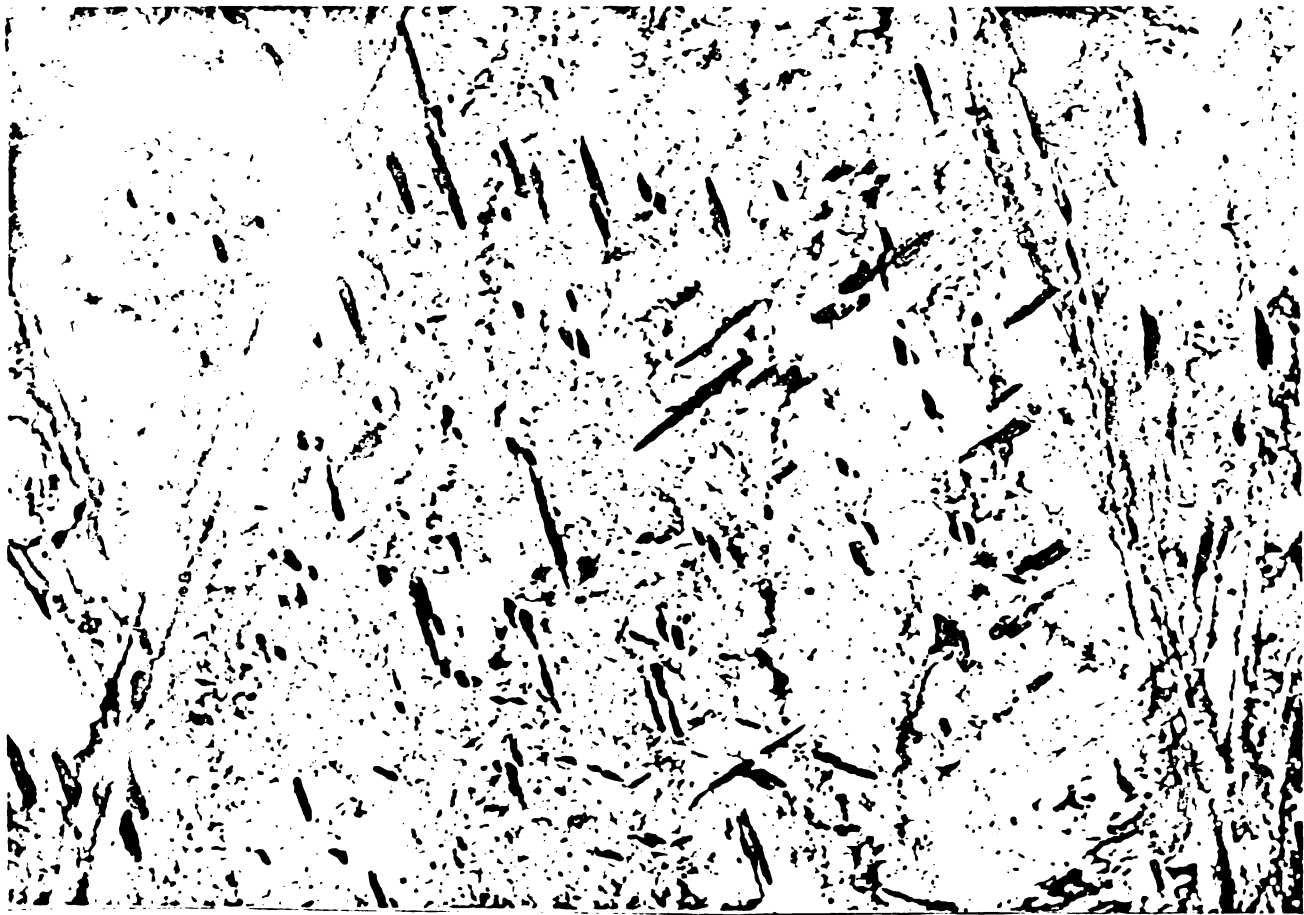


Fig.4.12. M.E.x 100.000 Oțel 12N90. Călire +  
Revenire 350°C/120 min/aer.

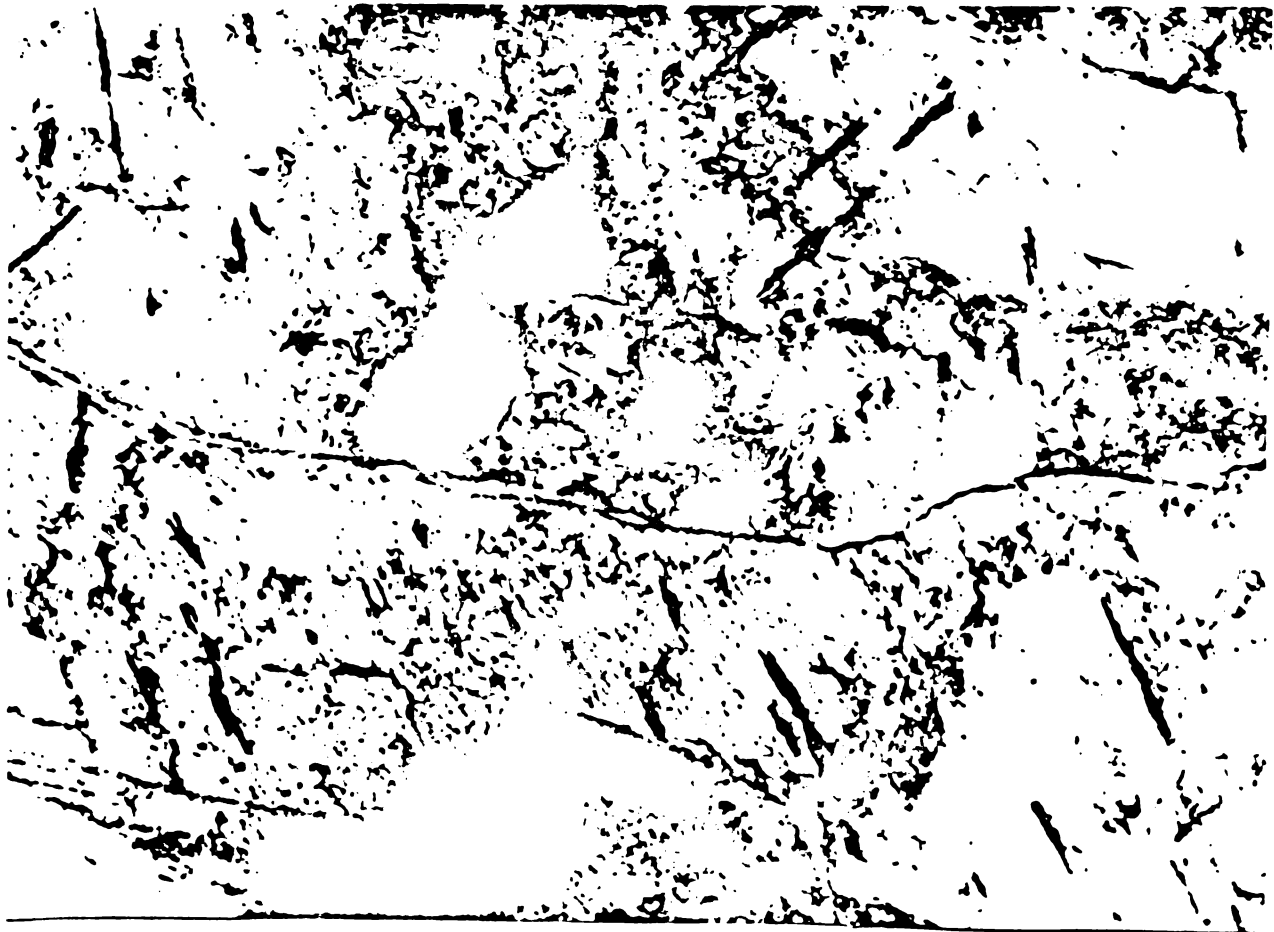


Fig.4.13. M.E.x 100.000 Oțel 12N90Co40.  
Călire + Revenire 350°C/120 min/aer



Fig.4.14. M.E.x 100.000 Oțel 12N90 - Călire + Deformare  
 $\xi = 2,5\%$  + Revenire 350°C/120 min/aer

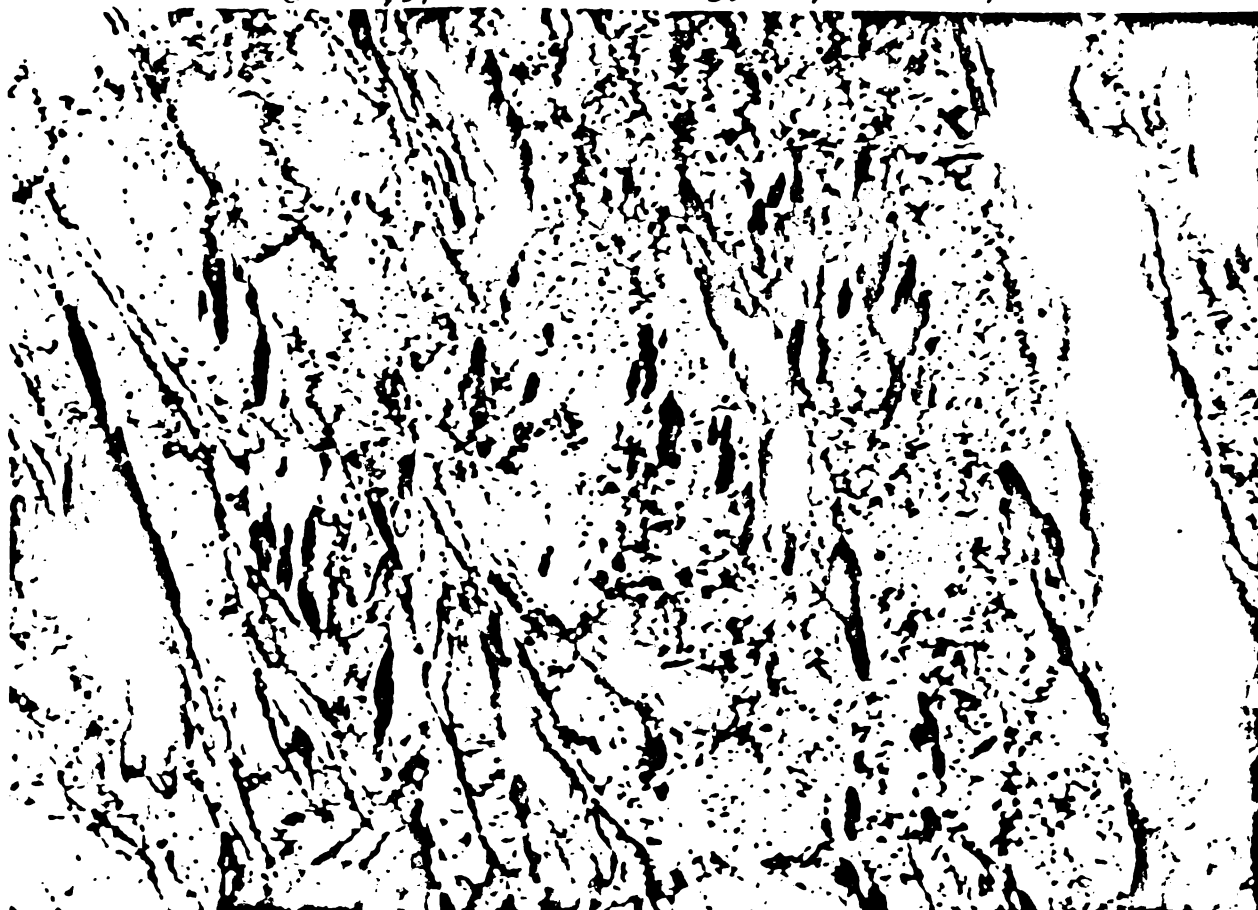


Fig.4.15. M.E.x 100.000. Oțel 12N90Co40 Călire + Deformare  
 $\xi = 4\%$  + Revenire 350°C/120 min/aer

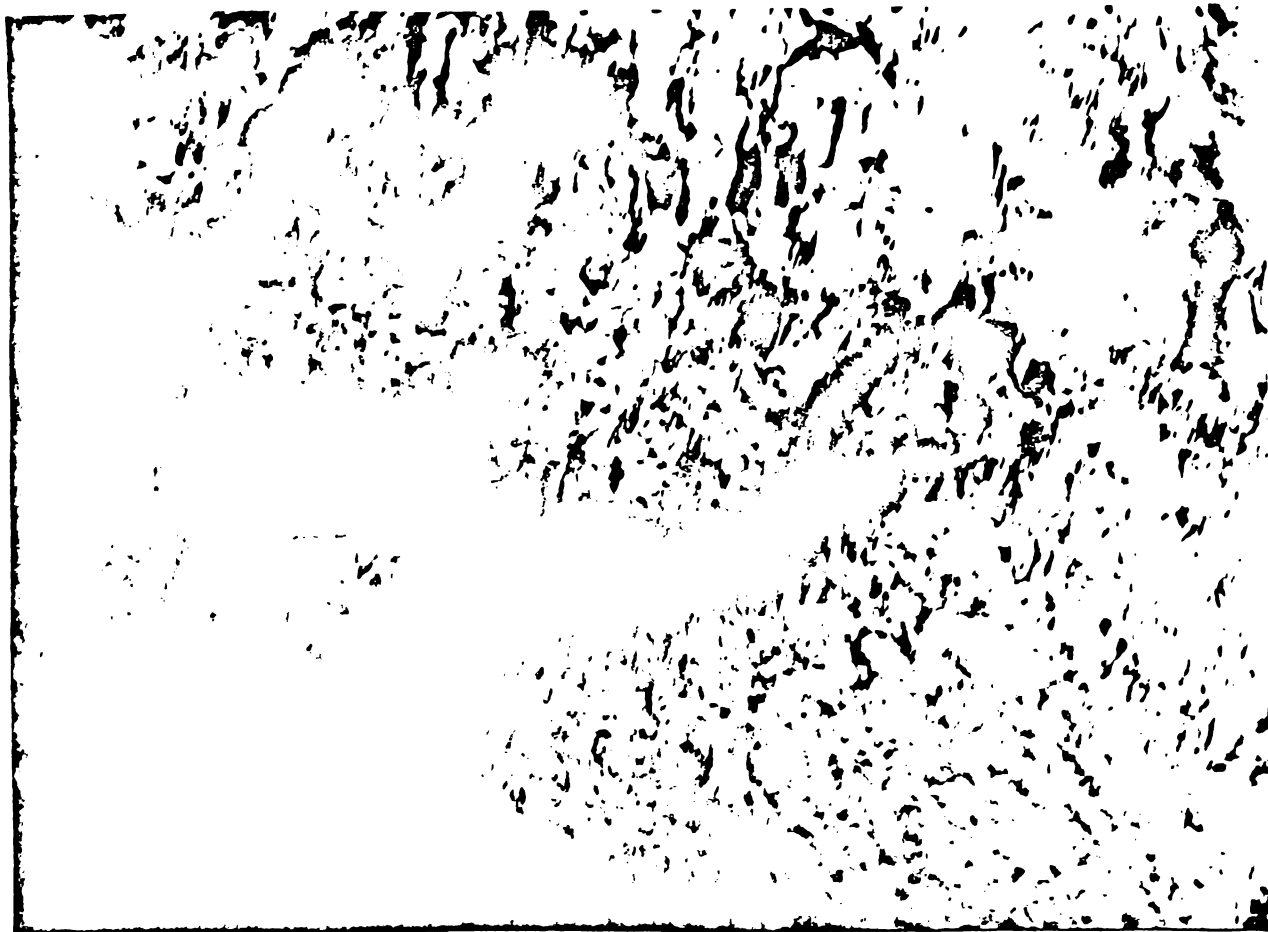


Fig.4.16. M.E.x 100.000 Oțel 12N90 Călire+Deformare  
 $\xi = 2,5\%$  +Revenire 250°C/120 min/aer  
(Faze precipitate + dislocații)

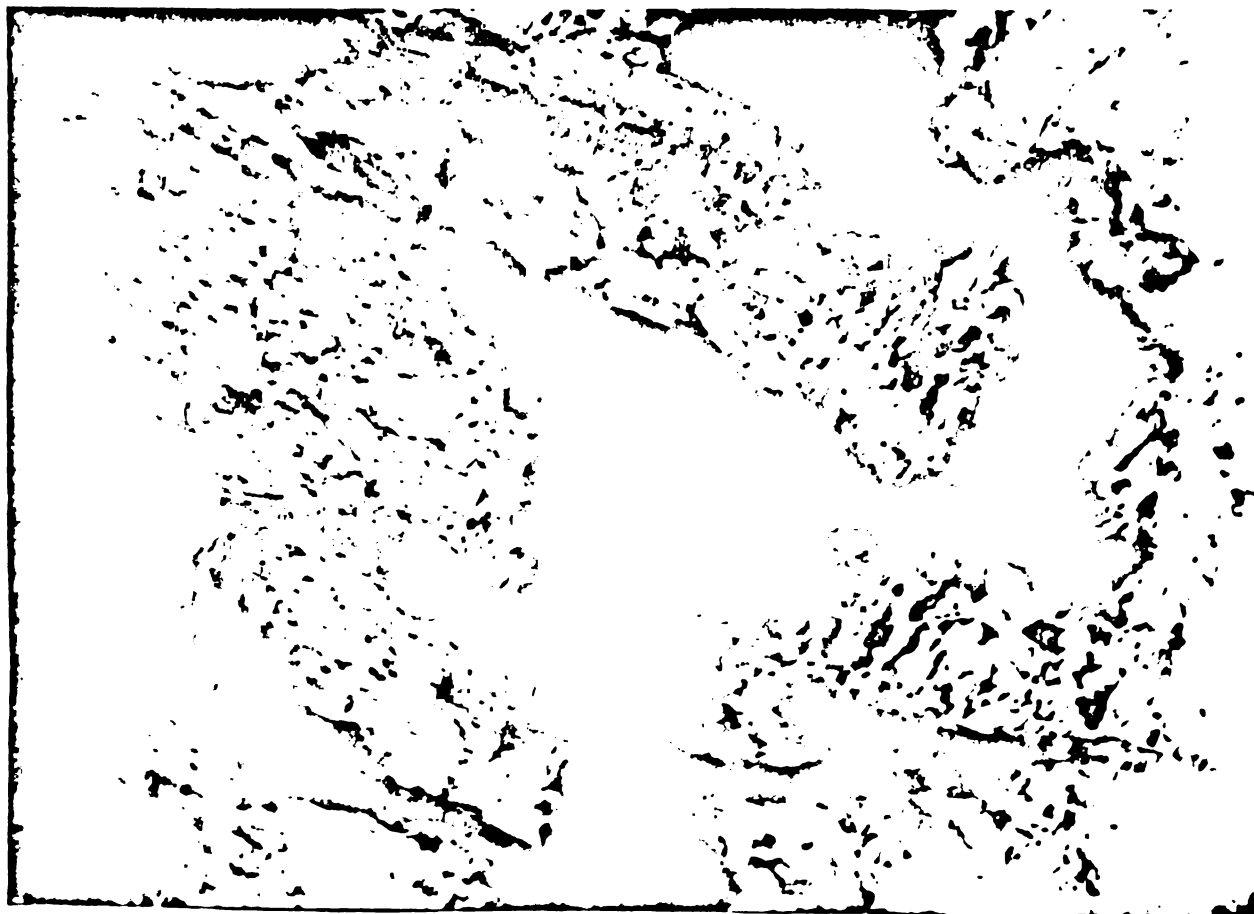


Fig.4.17. M.E.x 100.000 Oțel 12N90Co40. Călire+Deformare  
 $\xi = 4\%$  + Revenire 250°C/120 min/aer  
(Faze precipitate + Dislocații)

#### 4.3. STRUCTURA DE DISLOCATII IN OTELURILE TRATATE TERMOMECHANIC.

Pornind de la principiile teoretice ale rolului imperfecțiunilor structurale din rețeaua martensitei asupra accelerării proceselor de precipitare, rezultă clar că prin deformare plastică, favorizându-se creșterea însemnată a densității de dislocații și de alte imperfecțiuni, se vor asigura condiții prielnice de germinare a carburilor și de repartizare uniformă a acestora în masa de metal.

Cel mai important mecanism de influențare a fenomenelor de precipitare de către deformarea plastică este cel de catalizare a germinării pe dislocațiile existente. Si în acest caz, formarea germenului de dimensiuni critice este precedată de un proces de segregatie a carbonului pe dislocații ( atmosfere Cottrell).

Acest mecanism este prezent la toate temperaturile de revenire încercate ( $150...350^{\circ}\text{C}$ ), deci atîta timp cît efectele deformării nu sînt anulate de procesele de recristalizare parțială sau totală.

În oțelurile tratate termomecanic, (fig. 4.18...4.21) așa cum era de așteptat, rețeaua de dislocații e mult mai densă comparativ cu starea de tratament clasic. Totodată, dispunerea mai uniformă a acestora în volumul de metal, precum și ancorarea puternică pe particulele precipitate contribuie la accentuarea efectului de durificare și la creșterea stabilității la revenire.

La reveniri joase, deformarea plastică acționează prin mecanismul de interacțiune a dislocațiilor cu carbonul (se formează atmosferele Cottrell care măresc solubilitatea carbonului în martensită) favorizându-se creșterea stabilității la revenire.

La temperaturi de revenire de  $350^{\circ}\text{C}$  sau mai ridicate, densitatea de dislocații se micșorează ( fig.4.20, 4.21) și deci mișcarea acestora este mai puțin frînată de carburile precipitate, provocîndu-se o înmuiere a materialului tratat termomecanic.

În concluzie, se apreciază că prin aplicarea tratamentului termomecanic "marstraining" se favorizează creșterea puternică a densității de dislocații (urmare a deformării plastice) și dispunerea acestora cît mai uniformă în volumul de material (urmare a

revenirii ulterioare), spre exemplu, la limitele blocurilor în mozaic.

Apariția obstacolelor în calea mișcării dislocațiilor sub formă de faze secundare disperse, limite și sublimite de grăunți, provoacă un efect suplimentar de durificare, prin mărirea capacității materialului de a rezista forțelor exterioare.

#### 4.4. ANALIZA FAZELOR DE CARBURI SEPARATE LA REVENIRE.

Cercetările microstructurale asupra morfologiei fazelor de carburi au fost efectuate la mărimi și puteri de rezoluție mari ale microscopelor electronice JEM 200A și BS-613. Pentru încercări s-a utilizat tehnica foliilor metalice și a replicilor de extracție.

Pe foliile metalice s-au făcut și identificări de faze cu ajutorul difracției electronice. Deși s-a încercat la microsonda electronică o analiză cantitativă și calitativă, acest lucru nu a reușit datorită dimensiunilor foarte mici ale particulelor precipitate ( $< 2 \mu\text{m}$ ).

În planșele I, II sînt redată microfotografiile realizate cu ajutorul replicilor de extracție pe materialele tratate convențional sau neconvențional în diferite variante tehnologice, acestea reliefînd următoarele :

- la oțelul aliat și cu Co, se remarcă prezența particulelor precipitate chiar în cursul deformării plastice, în timp ce la oțelul aliat numai cu Ni, acest fenomen se produce începînd cu temperaturile de revenire de  $160^{\circ}\text{C}$ ;

- forma compușilor precipitați este aceeași pentru ambele procedee de tratament ;

- la oțelurile tratate prin "marstraining" se observă clar o ușoară finisare a carburilor separate, o dispunere regulată în matricea feritică și o orientare în general pe direcția lamelor de martensită ;

- La temperaturi de revenire de  $160^{\circ}\text{C}$ , în structura ambelor oțeluri apare o cantitate relativ mică de carburi, extrem de fine, cu o distribuție uniformă, fenomene care vor contribui la mărirea rezistenței la revenire a acestor materiale.

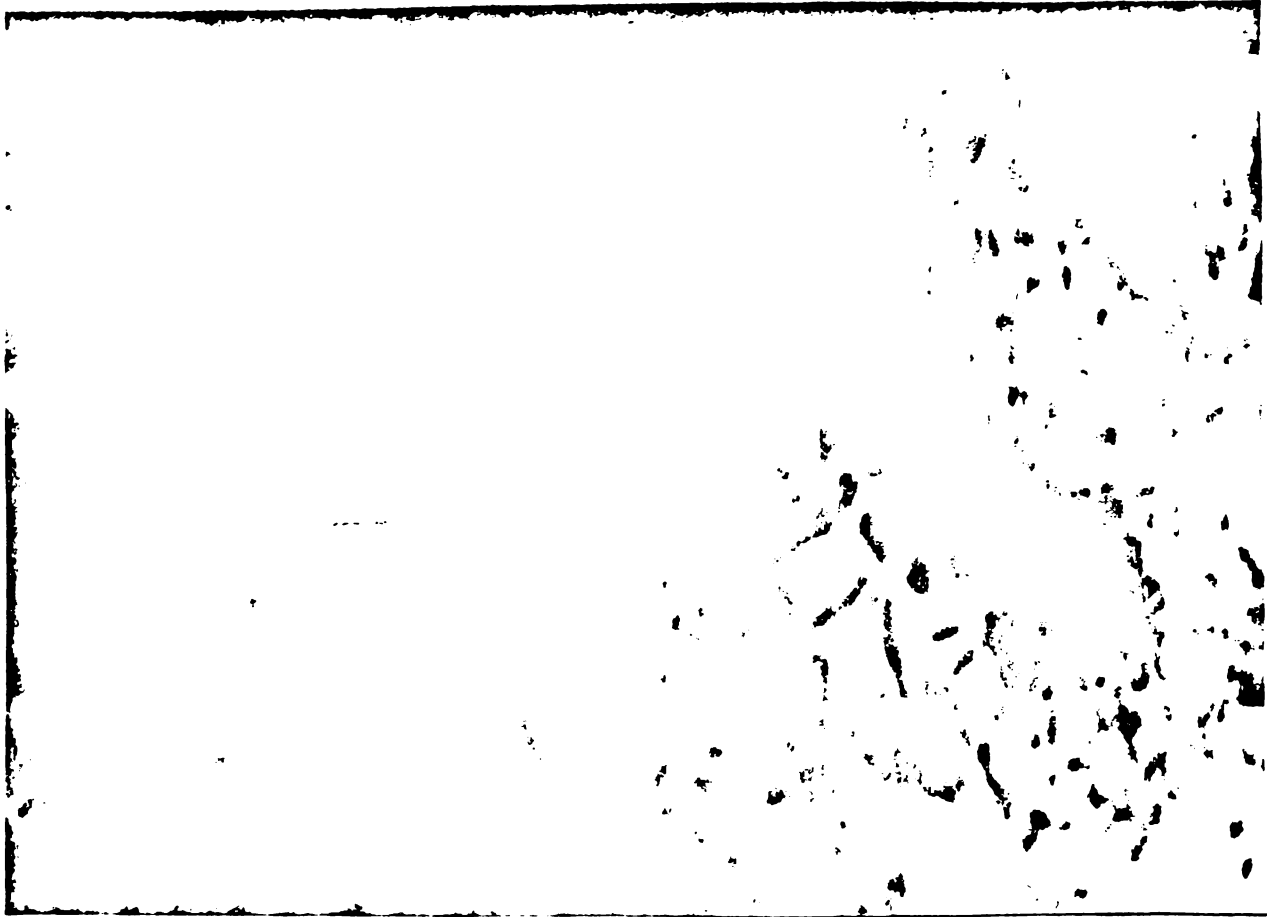


Fig.4.18. M.E.x 100.000 Oțel 12N90 Călire + Deformare  $\xi = 2,5\% +$   
+ Revenire 250°C ( Structura de dislocații)



Fig.4.19. M.E.x 100.000 Oțel 12N90Co40. Călire + Deformare  $\xi = 4\% +$   
+ Revenire 250°C ( Structura de dislocații).





Fig.4.20. M.E.x 100.000 Oțel 12N90 Călire + Deformare  $\xi = 2,5\%$  + Revenire  $350^{\circ}\text{C}$  ( Structura de dislocații )



Fig.4.21. M.E.x 100.000 Oțel 12N90Co40 Călire+Deformare  $\xi = 4\%$  + Revenire  $350^{\circ}\text{C}$  (Structura de dislocații).

PLANSA I - OTEL 12N90 - REPLICI DE EXTRACTIE



Fig.1 M.E. x 15.000  
Călire + Deformare  $\xi = 2,5\%$ .



Fig.2. M.E. x 15.000  
Călire + Revenire 160°C



Fig.3. M.E. x 15.000  
Călire + Def.  $\xi = 2,5\%$  + Rev.160°C.

PLANSA I . ( Continuare )



Fig.4. M.E. x 15.000  
Călire + Revenire 250°C



Fig.5. M.E. x 15.000  
Călire+Def.  $\xi = 2,5\%$ + Rev.250°C



Fig.6. M.E. x 15.000  
Călire + Revenire 350°C



Fig.7. M.E. x 15.000  
Călire+Def.  $\xi = 2,5\%$ + Rev.350°C

PLANSA II - OTEL 12N90Co40 - REPLICI DE EXTRACTIE

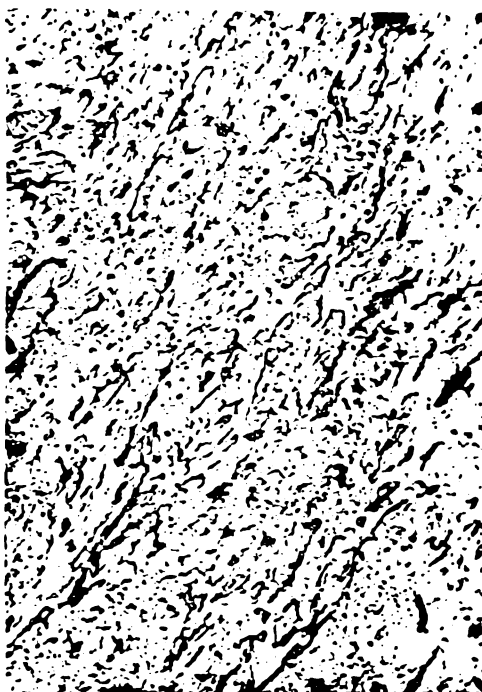


Fig.1. M.E. x 15.000  
Călire + Deformare  $\xi = 4\%$



Fig.2. M.E. x 15.000  
Călire + Revenire 160°C



Fig.3. M.E. x 15.000  
Călire + Def.  $\xi = 4\%$  + Rev.160°C

PLANSA II. ( Continuare )



Fig.4. M.E.x 15.000  
Călire + Revenire 250°C



Fig.5. M.E.x 15.000  
Călire+Def.  $\xi = 4\%$ + Rev.250°C

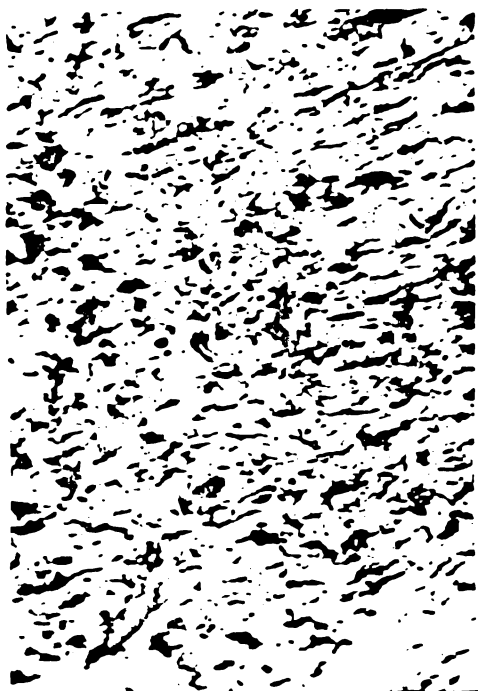


Fig.6. M.E.x 15.000  
Călire + Revenire 350°C



Fig.7. M.E.x 15.000  
Călire+Def.  $\xi = 4\%$ + Rev.350°C



Fig.4.22. Oțel 12N90. Călire + Deformare  $\xi = 2,5\%$  +  
+ Revenire  $250^{\circ}\text{C}/120 \text{ min/aer}$

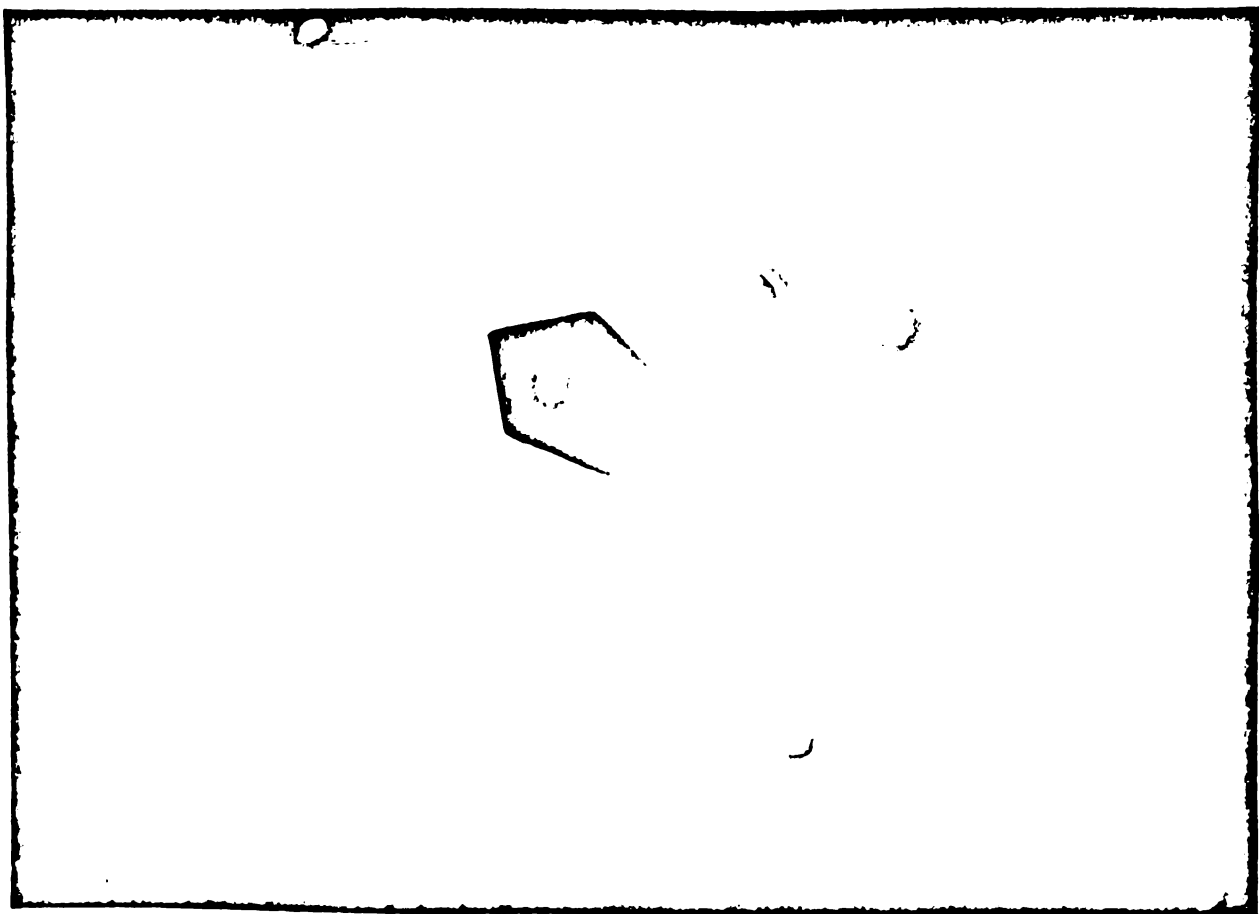
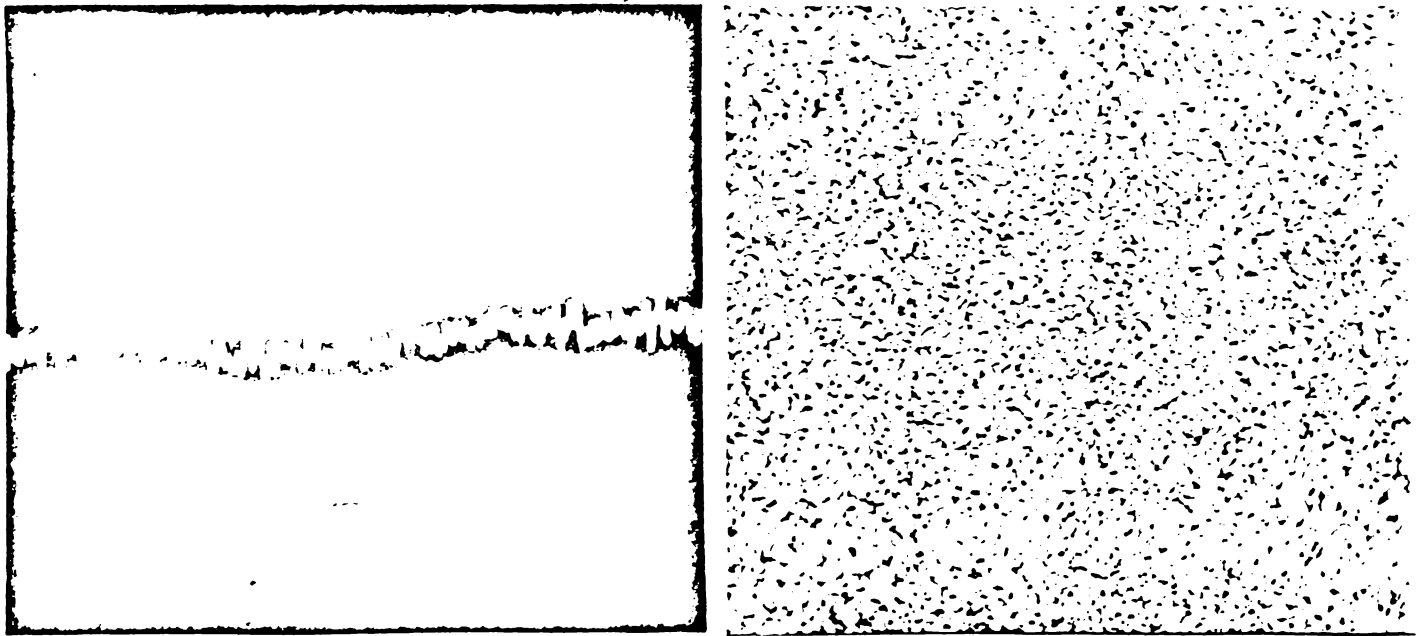
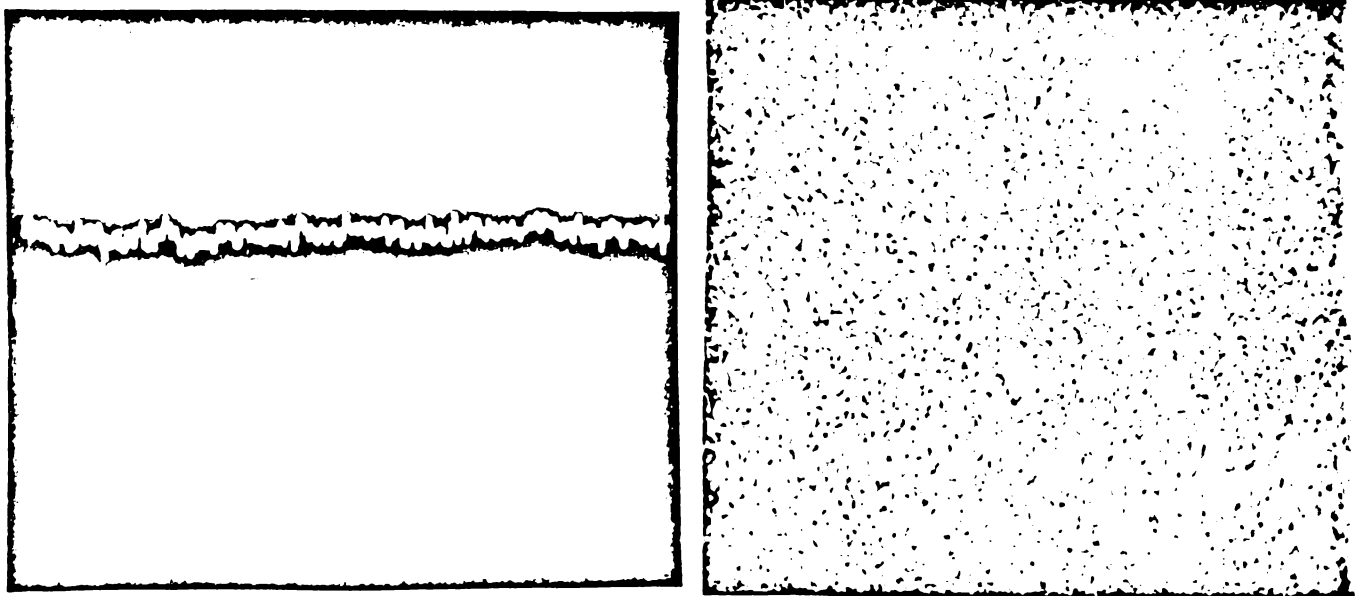


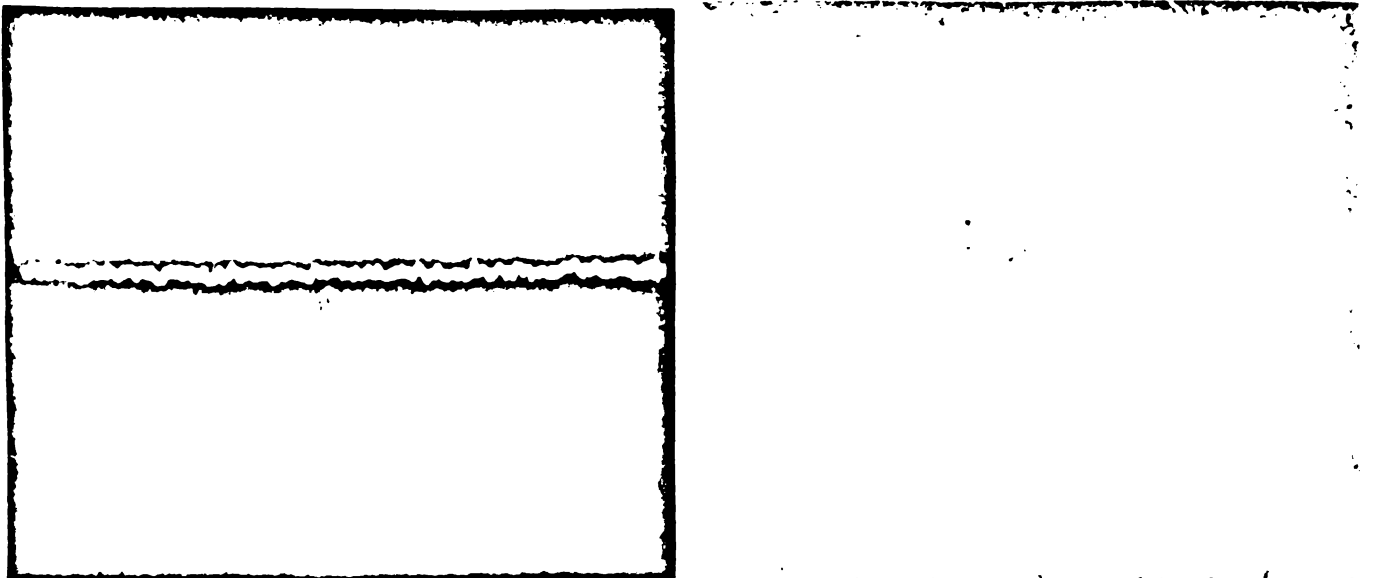
Fig.4.23. Oțel 12N90. Călire + Revenire  $250^{\circ}\text{C}/120 \text{ min./aer}$



Repartiția Ni x 6000



Repartiția Co x 6000



Repartiția Fe x 6000

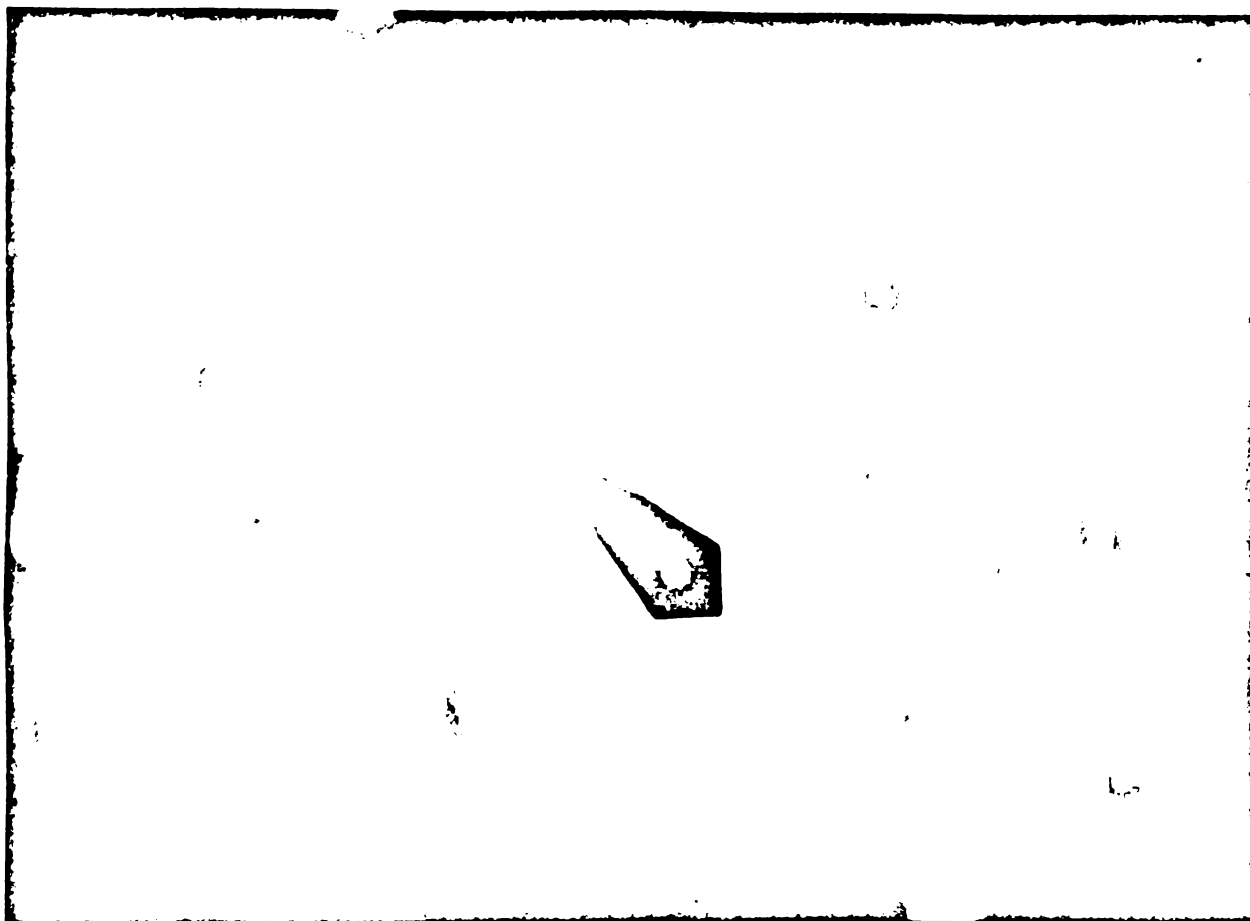


Fig.4.24. Oțel 12N90Co40. Călire + Deformare  $\xi = 4\%$  +  
+ Revenire  $250^{\circ}\text{C}/120 \text{ min/aer}$ .

Rezultatele examinărilor prin difracție electronică (fig. 4.22; 4.23; 4.24), demonstrează că atât la tratament convențional cât și la cel neconvențional, apar aceleași tipuri de carburi ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) la toate temperaturile de revenire. Așadar, legile de formare a carburilor nu se modifică calitativ, compoziția acestor faze rămânând aceeași, ca și în lipsa deformării.

În planșa III se prezintă topografia și repartiția Ni, Co și Fe, pentru oțelul 12N90Co40 tratat termomecanic, rezultatele fiind similare și pentru oțelul 12N90. Cercetările cu microsonda electronică atestă o repartiție foarte omogenă a componentelor principale, fapt care demonstrează un grad mare de omogenitate chimică și structurală. Dimensiunile carburilor fiind foarte mici, acestea nu au putut fi analizate nici măcar sub aspect calitativ.



#### 4.5. CONCLUZII

La revenirea oțelurilor criogenice aliate cu Ni și Ni-Co, deformate în stare martensitică, apar importante modificări structurale atât în privința matricei feritice cât și a fazelor de carburi.

Lamelele de martensită rămân încă fragmentate și de dimensiuni mult mai fine comparativ cu starea de călire clasică.

Precipitățile de carburi sînt mai fine și cu o dispunere ordonată în matricea feritică. Orientarea acestora este în general pe direcția lamelelor de martensită.

Si la tratament termomecanic, apar aceleași tipuri de carburi ( $Fe_3C$ ) și cu o formă aciculară, similară celor separate la tratament clasic.

Rețeaua de dislocații fiind mult mai densă în oțelurile tratate neconvențional, apare o interacțiune complexă între aceste imperfecțiuni și particule, cu implicații în creșterea stabilității la revenire pînă la anumite temperaturi de revenire.

Deși la temperaturi de revenire de peste  $350^{\circ}C$ , nu apar diferențe semnificative între duritățile obținute prin cele două procedee de tratament, la scară microscopică fină, se mai mențin unele aspecte specifice legate de orientarea, distribuția carburilor și dimensiunea cristalelor de ferită.

Structura metalografică fină și omogenă a celor două mărci de oțeluri tratate termomecanic, va contribui la o creștere pronunțată a caracteristicilor de rezistență mecanică, cu menținerea unor valori corespunzătoare pentru proprietățile de ductilitate și tenacitate.

#### 4.6. DETERMINAREA PRIN RAZE X A IMPERFECTIUNILOR RETELEI OTELURILOR CRIOGENICE TRATATE TERMOMECHANIC.

##### 4.6.1. Metodica de lucru

Modificările structurale ce apar prin călire și revenire, desfășurîndu-se la nivelul cristalitelor, ca mărimi caracteristice pentru starea cristalină se consideră deranjamentele de rețea, distorsiunea rețelei, tensiunile interne, distorsiunea tetragonală,

lungimea de coerență și densitatea defectelor de împachetare) ce pot fi stabilite din repartiția liniilor de difracție Röntgen.

Cercetările au demonstrat că există o corelație clară între imperfecțiunile rețelei cristaline și valorile caracteristicilor de rezistență mecanică [28,29]. La studiul reacțiilor în stare solidă, metodele röntgenografice ocupă un loc important chiar de la începutul cercetării cu raze X, inclusiv o serie de cunoștințe privind transformarea austenitei în martensită.

Cu ajutorul analizei lățimii liniilor prin metoda Kochendörfer [28], Krainer [29], presupunând că distorsiunea tetragonală are o influență asemănătoare cu distorsiunea medie a rețelei asupra lățirii liniilor, a reușit să dovedească că interferențele {200} în comparație cu {110}, {211}, și {220} suferă o lățire dublă, astfel că s-a neglijat influența distorsiunii rețelei și a lungimii de coerență asupra lățimii liniilor de interferență {200}.

Dacă se recepționează celulele elementare ca centre de difracție, distribuția intensității I în funcție de unghiul de difracție  $2\theta$  - Considerând constante factorii de proporționalitate într-un domeniu unghiular al liniei de difracție - va fi descrisă prin relația [46]:

$$I \sim \sum_m \sum_{m'} \exp \left[ 2\pi i \frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} (\vec{R}_m + \vec{R}_{m'}) \right] \quad (1)$$

$\lambda$  - lungimea de undă a razelor Roentgen;

$\vec{S}_0$  - vectorul unitate în direcția razei incidente;

$\vec{S}$  - vectorul unitate al razei difractate;

$\vec{R}_m, \vec{R}_{m'}$  - vectorul rețelei din celula de referință pînă la a "m" sau "m'" celulă elementară.

La distorsiunea tetragonală a celulei cubice (tetragonali-tatea  $\frac{c}{a} = \frac{A_3 + \Delta A_3}{A_3} = 1+T$ ;  $A_1=A_2=A_3=a$ ) vectorul celulei spațiale este:

$$\vec{R}_m = m_1 \cdot \vec{A}_1 + m_2 \cdot \vec{A}_2 + m_3(1+T) \cdot \vec{A}_3 \quad (2)$$

Distribuția intensității unei reflexii (001) va fi astfel:

$$I \sim \sum_{m_3} \sum_{m'_3} \exp \left[ 2\pi i \frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda} (m_3 - m'_3)(1+T) \cdot \vec{A}_3 \right] \quad (3)$$

Prin distorsiune tetragonală nu sînt deplasate toate interferențele  $\{hkl\}$ ; astfel din totalul de 6 componente ale interferențelor  $\{200\}$  numai 2 sînt deplasate, din cele 12 componente ale interferențelor  $\{110\}$  numai 8, iar din cele 24 ale interferențelor  $\{211\}$  toate se deplasează, 16 mai puțin și 8 mai mult, în aceeași direcție.

Calcululele au condus la următoarea relație pentru lățimea liniei cauzată de distorsiunea tetragonală a interferențelor  $\{110\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{211\}$  și  $\{200\}$ :

$$\beta_T = \sqrt{8\pi} P_{hkl} \cdot T \operatorname{tg} \theta \quad (4)$$

$T = \frac{c}{a} - 1$  - distorsiunea tetragonală

$c, a$  - parametrii rețelei

$\theta$  - unghiul lui Bragg

Interferențele $\{hkl\}$	$P_{hkl}$
$\{110\}, \{211\}, \{220\}$	$\frac{\sqrt{3}}{6}$
$\{200\}$	$\frac{\sqrt{3}}{3}$

Deplasările unghiulare cauzate de distorsiunea tetragonală pentru interferențele singulare sînt identice cu calcululele lui Krainer [29]. Deoarece peste influența lui  $\beta_T$  se suprapune influența dată de distorsiunea rețelei, lungimea de coerență și densitatea defectelor de împachetare, e necesar să se separe toate aceste componente din profilul global al liniei de interferență.

Acest lucru este posibil cu ajutorul metodei Sturm [44] de analiză a lățimii liniilor de interferență, folosită în cadrul experimentărilor de față.

#### 4.6.2. Efectuarea încercărilor și procedee de evaluare.

Pentru cercetarea defectelor de rețea, din ambele mărci de oțel tratate termic convențional sau neconvențional s-au selectat și pregătit corespunzător epruvete care au fost supuse încercărilor röntgenostructurale. Experimentările au fost realizate cu ajutorul unei instalații Philips, folosind radiațiile  $K_{\alpha}$  de  $M_o$ , filtru de  $Z_r$  și următorii parametri principali de lucru :

$$U = 30 \text{ MV} ; \quad I = 35 \text{ mA}.$$

Lăţimea fizică a liniei,  $\beta$ , de la cele 4 interferenţe  $\{110\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{211\}$  şi  $\{220\}$  s-a stabilit cu ajutorul relaţiei (5) prin scăderea din lăţimea măsurată B, a lăţimii b condiţionată de geometria zonei de intrare a fasciculului de raze ( lăţimea instrumentală).

$$\beta = [(B - b)(B^2 - b^2)^{1/2}]^{1/2} \quad (5)$$

Distorsiunea tetragonală, distorsiunea reţelei şi tensiunile interne s-au determinat cu următoarele relaţii [44]:

$$\beta_{200} = \sqrt{8\pi} P_{200} T \operatorname{ctg} \theta_{200} \quad (6)$$

$$\beta_i \operatorname{ctg} \theta_i = \sqrt{8\pi} \left[ \langle \varepsilon^2 \rangle + P_{hkl}^2 \cdot T^2 \right]^{1/2} \quad (7)$$

( Stare omogenă de dilataţie)

$$\beta_i \operatorname{ctg} \theta_i = \sqrt{8\pi} \left[ \frac{\langle \sigma^2 \rangle}{E_{\langle hkl \rangle}^2} + P_{hkl}^2 T^2 \right]^{1/2} \quad (8)$$

( Stare omogenă de tensiuni)

$E_{\langle hkl \rangle}$  - modulul de elasticitate în direcţia  $\{hkl\}$ .

$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$  - distorsiunea reţelei

$\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$  - tensiunile interne

$T = \frac{c}{a}$  - l distorsiunea tetragonală;

$2\theta$  - unghiul lui Bragg.

La utilizarea relaţiilor (7) şi (8), pentru calculul mărimilor  $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ ,  $\langle \sigma^2 \rangle^{1/2}$  şi T s-a format câte un sistem de două ecuaţii cu două necunoscute, luînd în considerare valoarea  $\beta \operatorname{ctg} \theta$  odată corespunzătoare interferenţei  $\{200\}$  ( prima ecuaţie), respectiv o medie a valorilor  $\beta_i \operatorname{ctg} \theta_i$  corespunzătoare interferenţelor  $\{110\}$ ,  $\{211\}$  şi  $\{200\}$  (a doua ecuaţie).

La deducerea formulelor de evaluare prezentate s-a presupus că există o izotropie a distribuţiei tensiunilor şi microdilataţiilor [45].

#### 4.6.3. Rezultate experimentale.

În fig. 4.25 şi 4.26 sînt exemplificate înregistrările obţinute pentru două variante de tratament termomecanic, iar în tab.4.1, 4.2 se prezintă concentrat datele principale şi

mărimile calculate cu ajutorul relațiilor 5...8 pentru ambele mărci de oțel tratate termic diferit.

OȚEL 12N90

Nr crt	STAREA DE TRAIAM	(hkl)	2θ	B	B	B	b	β	T 10 <sup>3</sup>	-ε <sup>2</sup> ·10 <sup>4</sup>	-ε <sup>2</sup> ·10 <sup>4</sup> cos <sup>2</sup> ψ/mm <sup>2</sup>
			[grad]	[cm]	[grad]	10 <sup>3</sup> [rad]	10 <sup>3</sup> [rad]	10 <sup>3</sup> [rad]			
1	Călire martensitică	(100)	20,25	2,34	0,2925	5,1050	3,0797	2,8715	8,1615	1,7071	40,7237
		(200)	20,76	4,39	0,5237	9,4611	3,6251	5,8035			
		(211)	35,36	3,54	0,4425	7,7230	4,0396	4,9239			
		(220)	41,05	3,73	0,4662	8,1375	4,1705	5,2849			
2	Călire + Deformare ε = 2,5%	(110)	20,33	2,37	0,2962	5,1705	3,0797	2,9487	7,4677	2,4781	59,1132
		(200)	20,76	3,65	0,4562	7,9630	3,6251	5,5457			
		(211)	35,43	3,40	0,4250	7,6176	4,0396	4,5842			
		(220)	41,10	3,87	0,4837	8,4430	4,1705	5,6004			
3	Călire + Deformare ε = 2,5% + Revenire 160°C	(110)	20,25	2,35	0,2937	5,1269	3,0797	2,8967	8,7225	2,5078	59,8215
		(200)	20,77	3,41	0,4262	7,4394	3,6251	4,9778			
		(211)	35,37	3,22	0,4025	7,0249	4,0396	4,4621			
		(220)	41,04	3,81	0,4762	8,3121	4,1705	5,4569			
4	Călire + Deformare ε = 2,5% + Revenire 250°C	(110)	20,24	2,43	0,3037	5,3014	3,0797	3,0962	7,3303	2,2801	54,3910
		(200)	20,77	3,60	0,4500	7,8539	3,6251	5,4279			
		(211)	35,35	3,28	0,4100	7,1558	4,0396	4,2902			
		(220)	41,03	3,52	0,4400	7,6794	4,1705	4,7567			
5	Călire + Deformare ε = 2,5% + Revenire 350°C	(110)	20,25	2,03	0,2537	4,4287	3,0797	2,0720	4,9878	1,2745	30,4022
		(200)	20,77	2,88	0,3600	6,2831	3,6251	3,6933			
		(211)	35,35	2,62	0,3275	5,7159	4,0396	2,6036			
		(220)	41,05	2,75	0,3437	5,9995	4,1705	2,8086			

Tabel 4.1.

OȚEL 12N90Co40

Nr crt	STAREA DE TRAIAM	(hkl)	2θ	B	B	B	b	β	T 10 <sup>3</sup>	-ε <sup>2</sup> ·10 <sup>4</sup>	-ε <sup>2</sup> ·10 <sup>4</sup> cos <sup>2</sup> ψ/mm <sup>2</sup>
			[grad]	[cm]	[grad]	10 <sup>3</sup> [rad]	10 <sup>3</sup> [rad]	10 <sup>3</sup> [rad]			
1	Călire martensitică	(110)	20,20	2,42	0,3025	5,2796	3,0797	3,0714	8,7384	2,8631	68,2980
		(200)	20,64	4,04	0,5050	8,8139	3,6251	6,4564			
		(211)	35,26	3,85	0,4812	8,1793	4,0396	5,6661			
		(220)	41	4,37	0,5462	9,5338	4,1705	6,7809			
2	Călire + Deformare ε = 4%	(110)	20,35	2,43	0,3037	5,3016	3,0797	3,0962	6,6341	2,6038	62,7143
		(200)	20,81	3,39	0,4237	7,3958	3,6251	4,9302			
		(211)	35,43	3,36	0,42	7,3302	4,0396	4,4864			
		(220)	41,16	3,6	0,45	7,8539	4,1705	4,9511			
3	Călire + Deformare ε = 4% + Revenire 160°C	(110)	20,33	2,44	0,305	5,3232	3,0797	3,1210	8,3354	2,7032	64,4841
		(200)	20,77	3,29	0,4112	7,1776	3,6251	4,6912			
		(211)	35,32	3,32	0,415	7,2431	4,0396	4,3885			
		(220)	41,06	3,64	0,453	7,9412	4,1705	5,0479			
4	Călire + Deformare ε = 4% + Revenire 250°C	(110)	20,21	2,5	0,3125	5,4541	3,0797	3,2692	6,7274	2,5447	60,7036
		(200)	20,68	3,41	0,4262	7,4394	3,6251	4,3778			
		(211)	35,33	3,19	0,3987	6,9695	4,0396	4,2678			
		(220)	41	3,57	0,4462	7,7885	4,1705	4,5783			
5	Călire + Deformare ε = 4% + Revenire 350°C	(110)	20,25	2,04	0,2550	4,4505	3,0797	2,0986	5,8518	1,5360	36,6403
		(200)	20,64	3,14	0,3925	6,8504	3,6251	4,3298			
		(211)	35,35	2,86	0,3575	6,2395	4,0396	3,7343			
		(220)	41	3,17	0,3962	6,9158	4,1705	3,8918			

Tabel 4.2.

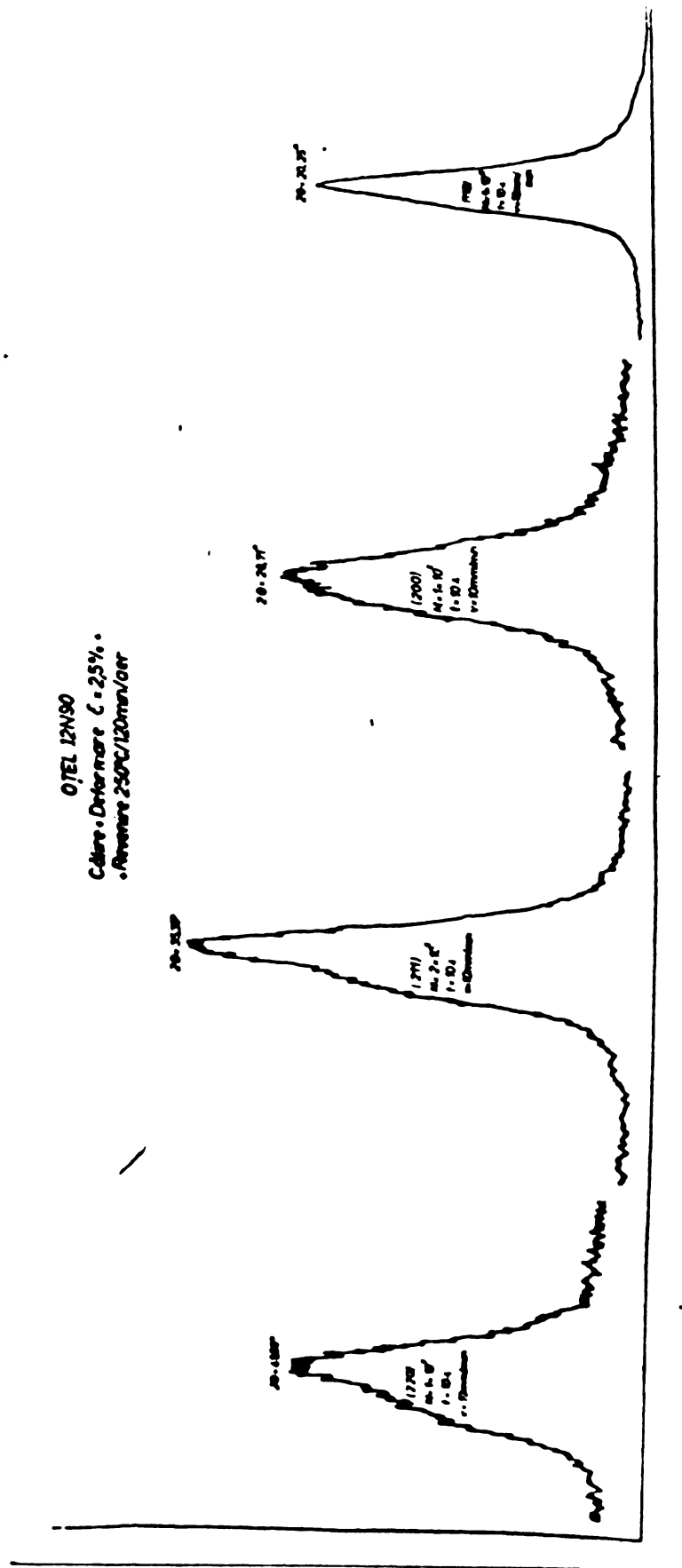


Fig.4.25. Distribuția intensității I în funcție de unghiul de difracție 2θ

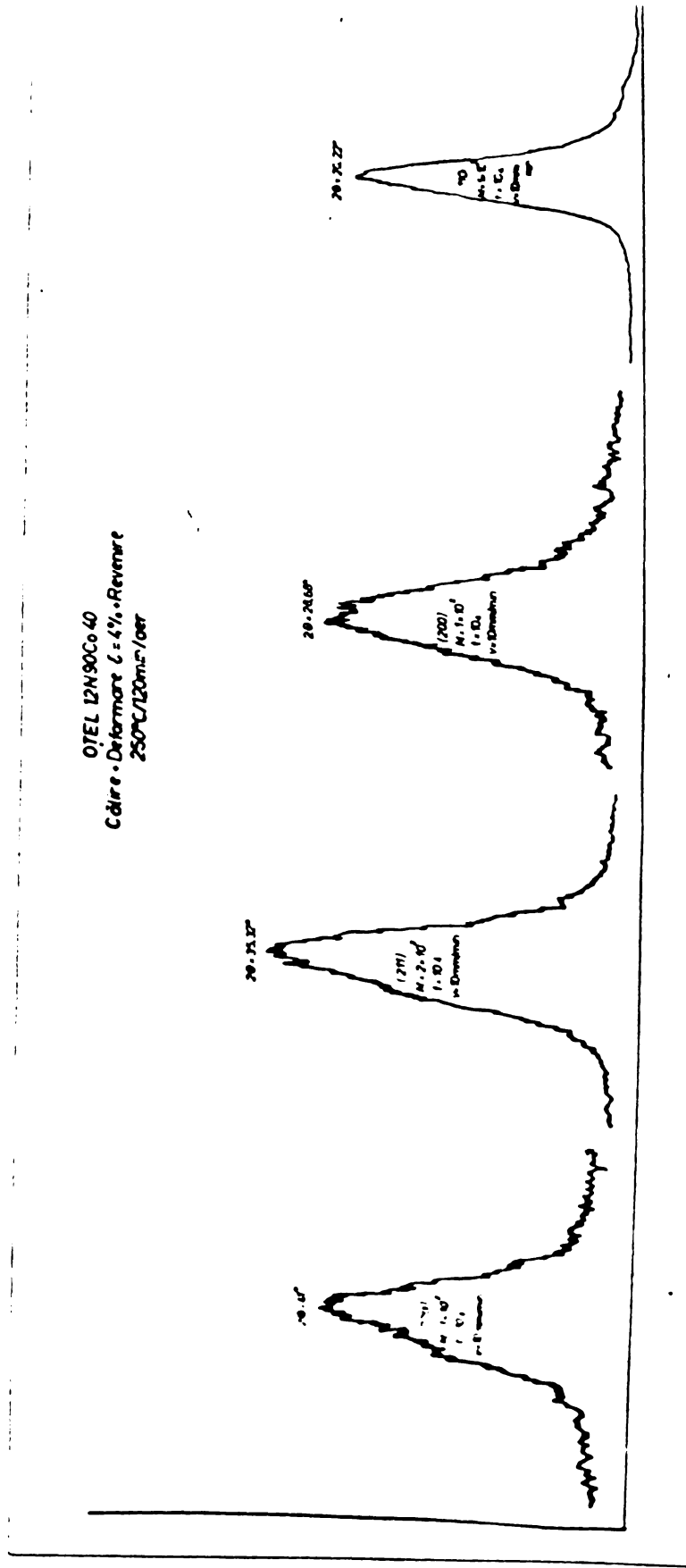


Fig.4.26. Distribuția intensității I în funcție de unghiul de difracție  $2\theta$

Pentru trasarea curbelor de evoluție a imperfecțiunilor de rețea cu temperatura de revenire fig.4.27 s-au selectat valorile calculate prin diferite procedee în felul următor: pentru distorsiunea tetragonală s-au considerat numai valorile obținute din ecuația (6) deși calitativ, determinările sînt similare și prin ecuațiile (7) și (8); distorsiunea rețelei s-a obținut din sistemul de ecuații (7), în ipoteza unei stări omogene de dilatații, iar tensiunile interne au fost calculate din sistemul de ecuații (8), în ipoteza unei stări omogene de tensiuni.

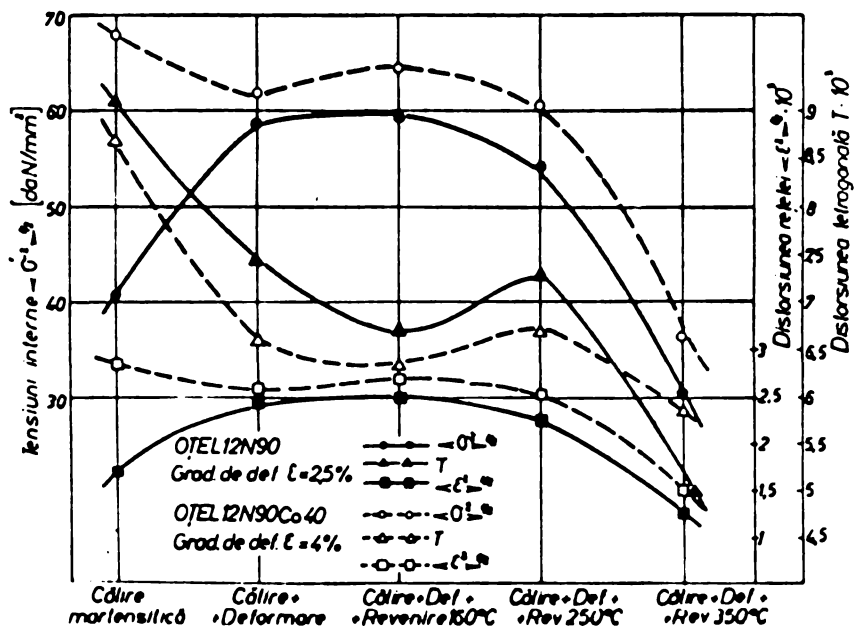


Fig.4.27.

Analiza rezultatelor obținute prin examinări roentgenostructurale evidențiază următoarele :

- oțelul aliat numai cu Ni, avînd după călire clasică o cantitate mai mare de austenită reziduală, posedă o stare de tensiuni interne și o deformare a rețelei martensitei mai mici în comparație cu oțelul aliat cu Ni și Co (tab.1 comparativ cu tab.2);
- deformarea plastică la rece a structurii de călire prezente în ambele oțeluri, favorizează o mărire a tensiunilor interne și a distorsiunilor rețelei numai la oțelul aliat cu 9% Ni; acest fapt este o consecință a transformării parțiale a austenitei reziduale și a modificării morfologiei martensitei ;
- alierea cu Co, provocînd micșorarea austenitei reziduale,



chiar prin procesul de deformare la rece se favorizează descompunerea martensitei ecruisate, astfel că se diminuează tensiunile interne și distorsiunea rețelei, în comparație cu starea de călire clasică;

- o consecință a precipitărilor fine de carburi în timpul deformării oțelului călit 12N90Co40 este și valoarea mai mică a distorsiunii tetragonale față de oțelul aliat numai cu Ni ;

- temperatura de revenire de 160°C provoacă o creștere a tensiunilor interne și a distorsiunilor de rețea, respectiv o diminuare a distorsiunii tetragonale. Explicația acestor fenomene este dată de precipitățile extrem de fine de carburi în primul stadiu al revenirii, care constituie obstacole în calea deplasării dislocațiilor; așa cum era de așteptat, starea de tensiuni și distorsiunea de rețea sînt mai mari la oțelul aliat și cu Co, iar distorsiunea tetragonală este mai mică la acest oțel;

- temperaturile de revenire de 250°C, favorizînd încă transformarea austenitei reziduale, măresc distorsiunea tetragonală, iar tensiunile interne și distorsiunile rețelei sînt ceva mai mici ca urmare a procesului de descompunere a martensitei ecruisate;

- la 350°C, se observă clar o micșorare accentuată a celor trei tipuri de imperfecțiuni structurale, determinată de transformările de structură intervenite atît în matricea de bază cît și în dispunerea, cantitatea și mărimea fazelor precipitate; de remarcat este faptul că la acest nivel de temperaturi, distorsiunea tetragonală la oțelul aliat și cu Co devine mai mare decît la oțelul aliat numai cu Ni, urmare directă a efectului de creștere a stabilității la revenire prin prezența Co;

- deși metoda de lucru este laborioasă, are avantajul unei precizii foarte ridicate;

- examinările roentgenostrutturale sînt într-o deplină concordanță cu rezultatele examinărilor metalografice electronice evidențiînd clar, complexitatea mecanismului de durificare prin tratament termomecanic a oțelurilor criogenice cercetate.

## CONCLUZII - Capitolul IV.

Examinările metalografice electronice efectuate pe folii metalice, demonstrează că prin deformarea plastică la rece a structurii de călire cu  $\xi = 1...4\%$  se favorizează finisarea pronunțată a grosimii medii a lamelei de martensită de la  $1...1,6 \mu\text{m}$  (călirea convențională) la  $0,14...0,25 \mu\text{m}$  (călire + deformare), respectiv a lungimii medii de la  $6...10 \mu\text{m}$  la  $3...4 \mu\text{m}$ .

Creșterea gradului de dispersie al martensitei, orientarea ei sub formă de pachete și modificarea morfologiei acesteia sînt elemente care justifică parțial mecanismul de durificare al acestor oțeluri prin tratament neconvențional.

În timpul proceselor de revenire a martensitei deformate apar modificări importante legate de mecanismul și cinetica proceselor de precipitare, ca urmare a intensificării fenomenelor de difuzie și a creșterii numărului de germeni de cristalizare.

Tratamentul neconvențional provoacă apariția unor faze secundare extrem de fine, cu o dispunere ordonată și o orientare în general pe direcția lamelei de martensită.

La oțelul aliat cu 9% Ni și 4% Co, fenomenele de precipitare apar chiar în cursul deformării plastice, în timp ce la oțelul aliat numai cu nichel, acestea se produc de la temperaturi de revenire de  $160^{\circ}\text{C}$ .

Investigațiile prin difracție electronică au arătat că la ambele procedee de tratament (clasic și termomecanic) apar aceleași tipuri de carburi ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) și cu aceeași formă, la toate temperaturile de revenire.

Creșterea puternică a densității de dislocații (urmare a deformării plastice) și dispunerea lor cît mai uniformă în volumul de material (urmare a revenirii ulterioare) va conduce la o durificare suplimentară a oțelurilor prin interacțiunea complexă dintre aceste imperfecțiuni liniare și fazele secundare precipitate.

Deși la temperaturi de revenire de  $350^{\circ}\text{C}$ , nu apar diferențe semnificative între duritățile obținute prin cele două

procedee de tratament, la scară microscopică fină, se mai mențin unele aspecte specifice legate de orientarea, distribuția carburilor și dimensiunea cristalelor de ferită.

Metodica de analiză röntgenostructurală, deși este foarte laborioasă, se caracterizează printr-o precizie ridicată, completând foarte exact observațiile micro- și submicrostructurale făcute pe folii metalice.

...  
Evoluția imperfecțiunilor de rețea cu temperatura de revenire, alături de examinările metalografice electronice, elucidează practic complet mecanismul și cinetica transformărilor de fază intervenite la diferite etape de interacțiune deformare - tratament termic.

CAPITOLUL V.

COMPORTAREA LA TRATAMENT TERMOMECHANIC A

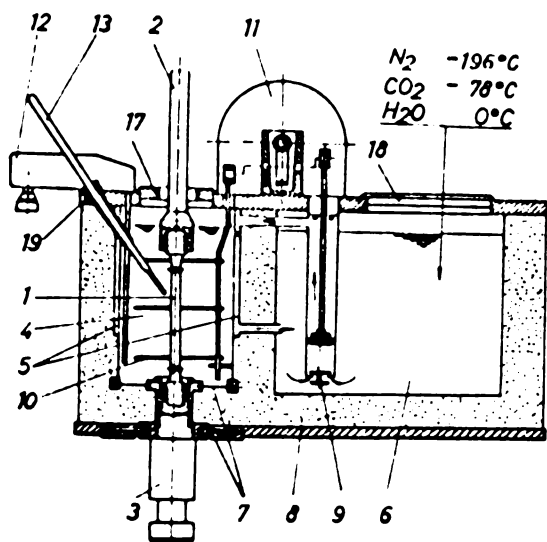
OTELURILOR CRIOGENICE CERCETATE

5.1. CARACTERISTICILE DE TRACȚIUNE ALE STRUCTURILOR  
OBTINUTE PRIN CALIRE - DEFORMARE

Experimentările au fost realizate pe o mașină de tracțiune Wolpert, folosind epruvete de formă și dimensiuni standardizate ( $L_0 = 5 d_0$ ).

Au fost respectate în totalitate condițiile impuse de STAS 200-67 și STAS 6638-70. Atît la temperatura ambiantă cît și la cea corespunzătoare azotului lichid, s-au determinat următoarele caracteristici mecanice statice : rezistența la rupere  $\sigma_r$ , limita de curgere convențională  $\sigma_{0,2}$ , gîtuirea specifică,  $\psi$  și alungirea specifică  $\delta_5$ .

Incercările mecanice în azot lichid au fost efectuate cu ajutorul unei instalații Amsler, reprezentată schematic în figura 5.1 care a fost montată pe mașina de tracțiune.



- 1 Epruveta de incercat
- 2 Sigurata superioara a epruvetei
- 3 Sigurata inferioara a epruvetei
- 4 Camera rece
- 5 Rezervor de schimb
- 6 Recipient de rezervă
- 7 Membrană de contracție
- 8 Izolație
- 9 Pompă
- 10 Dispozitiv de agitare
- 11 Servomotor
- 12 Termocupl
- 13 Termometru

Prin intermediul termosta-  
tului 12 care acționează mo-  
torul 11 și pompa 9 se asigu-  
ră menținerea riguros cons-  
tantă a temperaturii ( $\pm 1/10^{\circ}$   
în camera de lucru 4.

Încărcarea fiecărei epruvete  
s-a făcut după un timp de 20  
minute de la atingerea tempe-  
raturii de regim. Pe baza re-  
zultatelor experimentale ob-  
ținute, la ambele temperaturi  
de încercare, s-au trasat  
curbele de evoluție a caracte-  
risticilor de tracțiune în  
funcție de gradul de defor-  
mare. (fig.5.2 și 5.3)

Fig.5.1.

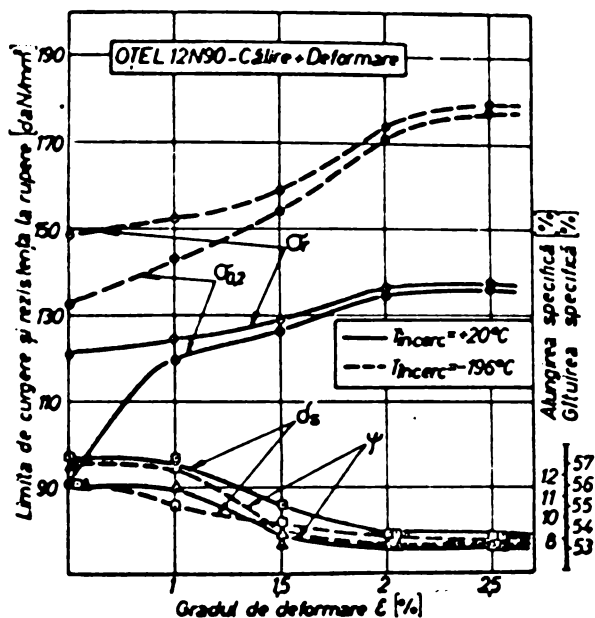


Fig.5.2.

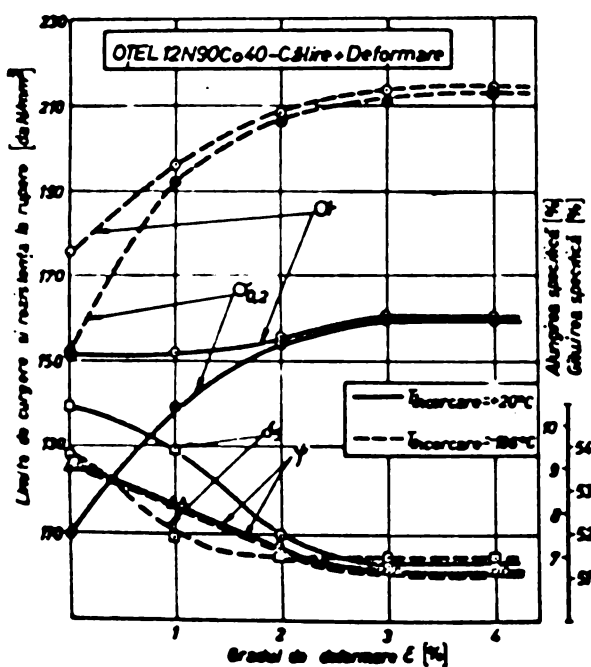


Fig.5.3.

(creștere cu 39,6%);

-atît la temperatura ambientă cît și la - 196°C, capacitatea de deformare plastică a ambelor oțeluri este puțin afectată, gîtuirea specifică micșorîndu-se doar cu 4,5...7,5%.

Analiza acestora permite evidențierea următoarelor aspecte:

- la ambele calități de oțel, caracteristicile de rezistență ale martensitei ecruisate cresc continuu cu gradul de deformare aplicat;

- la + 20°C, apare o creștere cu 14% a rezistenței la rupere a oțelului aliat cu 9% Ni și a limitei de curgere  $\sigma_{0,2}$  cu 49,2%;

- la -196°C, la același oțel, rezistența la rupere a martensitei deformate crește cu 20,4%, iar limita de curgere  $\sigma_{0,2}$  cu 33,5%;

- martensita aliată și cu 4% Co (oțel 12N90Co40) prezintă după o deformare cu  $\epsilon = 4\%$ , valori ale rezistenței la rupere de 160 daN/mm<sup>2</sup> (creștere cu 6%) respectiv ale limitei de curgere de 159 daN/mm<sup>2</sup> (creștere cu 45,4%), temperatura de încercare fiind de +20°C;

- la temperatura corespunzătoare azotului lichid (-196°C) același oțel posedă după deformare cu  $\epsilon = 4\%$ , rezistențe la rupere de 214 daN/mm<sup>2</sup> (o creștere cu 21,8%) și limite de curgere de 212 daN/mm<sup>2</sup>

Creșterea accentuată a caracteristicilor de rezistență mecanică ale oțelurilor aliate cu 9% Ni respectiv 9% Ni și 4% Co, fără diminuarea sensibilă a ductilității, este o consecință a finisării acelor de martensită, a creșterii cantitative a acestora în structură, a măririi densității de dislocații și de alte imperfecțiuni de rețea și a precipitării prin deformare la rece a unor faze secundare extrem de fine ( oțel 12N90Co40) ca o consecință a intensificării proceselor de difuziune.

## 5.2. CARACTERISTICILE DE TRACȚIUNE ALE STRUCTURILOR OBTINUTE PRIN CALIRE - DEFORMARE - REVENIRE.

Modificările importante de proprietăți, apărute prin revenirea la diferite temperaturi a structurii de călire deformată cu diferite grade de reducere, evidențiază o serie de particularități legate fie de instabilitatea termodinamică mărită a matricei structurale, fie de mecanismul și cinetica proceselor de precipitare.

Deoarece la temperaturi de revenire de peste 350°C nu au apărut diferențe sensibile între valorile caracteristicilor mecanice obținute prin tratament clasic sau termomecanic, în cele ce urmează se prezintă numai rezultatele obținute în domeniul de temperaturi cuprins între 160...350°C. Pentru intervalul de temperaturi de revenire 450...550°C, proprietățile mecanice ale ambelor mărci de oțel sînt cunoscute [51] și nu se mai reiau în această lucrare. Precizăm că la tratamentul clasic ambele oțeluri sînt revenite la 550...575°C, obținîndu-se următoarele valori pentru proprietățile mecanice :

OTEL 12N90  $T_{\text{încercare}} = +20^{\circ}\text{C}$

$$\sigma_r = 70 \dots 74 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \sigma_{0,2} = 60 \dots 62 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \psi = 60 \dots 66\%; \delta_5 = 18 \dots 20\%;$$
$$\text{KCV} = 14 \dots 16 \frac{\text{daJ}}{\text{cm}^2}$$

OTEL 12N90  $T_{\text{încercare}} = -196^{\circ}\text{C}$

$$\sigma_r = 108 \dots 110 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \sigma_{0,2} = 90 \dots 92 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \psi = 55 \dots 58\%; \delta_5 = 17 \dots 20\%;$$
$$\text{KCV} = 10 \dots 12 \frac{\text{daJ}}{\text{cm}^2}$$

OTEL 12N90Co40.  $T_{\text{încercare}} = +20^{\circ}\text{C}$

$$\sigma_r = 82 \dots 86 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \quad \sigma_{0,2} = 78 \dots 82 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \quad \psi = 55 \dots 60\%; \quad \delta_5 = 15 \dots 18\%;$$
$$\text{KCV} = 11 \dots 13 \frac{\text{daJ}}{\text{cm}^2}$$

OTEL 12N90Co40,  $T_{\text{încercare}} = -196^{\circ}\text{C}$

$$\sigma_r = 120 \dots 124 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \quad \sigma_{0,2} = 112 \dots 116 \frac{\text{daN}}{\text{mm}^2}; \quad \psi = 55 \dots 60\%;$$
$$\delta_5 = 15 \dots 18\%; \quad \text{KCV} = 8 \dots 10 \frac{\text{daJ}}{\text{cm}^2}$$

Prin tratament termomecanic, favorizîndu-se precipitarea carburilor înaintea revenirii sau în primele etape de revenire, se obțin structuri metalografice superioare tratamentului clasic, dacă temperatura de revenire are valori cuprinse între  $160 \dots 300^{\circ}\text{C}$ .

Efectul gradului de deformare la rece, a temperaturii de revenire și a temperaturii de încercare asupra caracteristicilor de rezistență mecanică și plasticitate, pentru ambele mărci de oțel, este redat sugestiv în figurile 5.4 ... 5.9, trasate pe baza valorilor statistice din tabelele 5.1 și 5.2.

Intrucît rezultatele experimentale au fost prelucrate și prin calcul statistic, în tabelele 5.3 și 5.4 sînt prezentate ecuațiile de regresie și coeficienții de corelație ai mărimilor cercetate, pentru variantele tehnologice semnificative.

Analiza acestor date evidențiază următoarele aspecte:

- creșterea gradului de deformare la rece favorizează ridicarea continuă a rezistenței mecanice și diminuarea ușoară a plasticității;

- ambele oțeluri tratate neconvențional păstrează și după revenire pînă la temperaturi de  $350^{\circ}\text{C}$ , caracteristici de rezistență mecanică superioare celor obținute prin aplicarea tratamentului convențional de călire - revenire;

- nu se sesizează diferențe semnificative între valorile gîtuirii și alungirii specifice obținute la temperatura de încercare de  $+20^{\circ}\text{C}$  sau  $-196^{\circ}\text{C}$ , la epruvetele supuse tratamentului termomecanic;

OTEL 12N90

Nr crt	Tratament aplicat	Grad de def. (%)	Temp de incerc (°C)	Q <sub>1</sub> (daN/m <sup>2</sup> )		Q <sub>2</sub> (daN/m <sup>2</sup> )		γ (%)		d <sub>1</sub> (%)			
				Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab	Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab	Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab	Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab		
1	Cădere martensitică + Deformare la rece	0	+20	121	-	91,1	-	56	-	13	-		
			-196	148,9	-	132,9	-	57	-	11,86	-		
		1	+20	124,4	124,4	118,5	118,5	56,1	56,096	12,97	12,97		
			-196	152,6	152,6	143,2	143,2	52,03	52,009	10,66	10,66		
		1,5	+20	126,7	126,7	126,2	126,2	53,77	53,77	10,73	10,73		
			-196	159	159	154,1	154,1	53,21	53,21	9,8	9,79		
		2	+20	136,3	136,3	134,5	134,5	53,3	53,3	9,2	9,23		
			-196	173,9	173,9	170,6	170,6	53,27	53,27	9,4	9,39		
		2,5	+20	137,7	137,7	136	135,9	53,3	53,9	9,1	9,4		
			-196	179,3	179,3	177,5	177,9	53,5	53,49	9,4	9,396		
		2	Cădere + Deformare + Revenire 160°C/2h/or	0	+20	121	-	92	-	57,5	-	12	-
					-196	141,2	-	129,9	-	58,67	-	11	-
1	+20			124,2	124,2	123	123	57,3	57,29	10,5	10,4		
	-196			156,3	156,3	151,3	151,3	57,10	57,17	9,6	9,59		
1,5	+20			132,5	132,5	131,3	131,3	55,1	55,09	8,7	8,6		
	-196			171,9	171,9	166,1	166,1	55,65	55,65	8,06	8,06		
2	+20			140,5	140,5	139	139	53,3	53,29	7,9	7,79		
	-196			179	179	176	176	54,41	54,41	8,53	8,53		
2,5	+20			140,5	140,5	139	139	53,3	53,29	7,9	7,79		
	-196			185,5	185,5	182,2	182,2	54,03	54,039	8,46	8,46		
3	Cădere + Deformare + Revenire 250°C/2h/or			0	+20	114,7	-	106,8	-	61,74	-	14,33	-
					-196	150,7	-	146,1	-	60,99	-	12,66	-
		1	+20	121,3	121,6	120,9	120,9	61,07	61,06	13,13	13,12		
			-196	156,3	156,3	152,6	152,6	58,79	-	10,13	-		
		1,5	+20	130,4	129,7	129,6	129,6	60	59,99	12	11,99		
			-196	165,8	165,7	163,2	163,2	58,79	-	10,16	-		
		2	+20	133,8	134,6	133,1	133,1	59,2	59,19	11,66	11,65		
			-196	164,1	164	161,5	161,5	58,65	-	10,17	-		
		2,5	+20	134,1	133,9	133,3	133,3	59,37	59,31	11,66	11,64		
			-196	166,1	166	163,5	163,5	58,51	-	10,23	-		
		4	Cădere + Deformare + Revenire 350°C/2h/or	0	+20	100,8	-	99,3	-	64,35	-	19,33	-
					-196	133,4	-	132,6	-	63,02	-	16,66	-
1	+20			105,4	105,4	104,3	104,3	63,39	63,39	18,33	18,32		
	-196			134,3	134,3	133	133	62,3	62,29	17,8	17,8		
1,5	+20			110,1	110,1	109	109	61,72	61,73	17	17,01		
	-196			139,2	139,2	138,1	138,1	60,93	60,92	16	16,02		
2	+20			112,7	112,6	111,6	111,6	61,72	61,76	16,66	16,69		
	-196			146,4	146,4	144,2	144,2	60,67	60,65	15,66	15,71		
2,5	+20			113,7	113,7	112,7	112,7	61,59	61,66	16,66	16,72		
	-196			144,2	144,2	142,7	142,9	61,37	61,30	16	16,1		

Tabel 5.1.

OTEL 12N90Co40

Nr crt	Tratament aplicat	Grad de def. (%)	Temp de incerc (°C)	Q <sub>1</sub> (daN/m <sup>2</sup> )		Q <sub>2</sub> (daN/m <sup>2</sup> )		γ (%)		d <sub>1</sub> (%)			
				Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab	Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab	Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab	Vol. exp. / vol. slab	Vol. exst. / vol. slab		
1	Cădere martensitică + Deformare la rece	0	+20	151	151,3	110	10,26	53,5	53,45	8,4	10,49		
			-196	176	175,7	151	152	53,44	53,45	9,33	9,32		
		1	+20	152	150,9	140	139,1	52,7	52,7	8,5	9,14		
			-196	195	195,9	192,9	192,9	52,34	52,25	7,46	7,42		
		2	+20	154	153,6	153	154,4	51,9	51,82	6,95	7,49		
			-196	209,7	207,8	206,1	207,5	51,39	51,3	7	7		
		3	+20	167,5	160,4	161	150,1	51,2	51,2	6,8	6,44		
			-196	213,2	213,6	212,2	210,4	51,29	51,29	7,2	7,21		
		4	+20	160	160,2	160	160,3	51,2	51,2	6,8	6,9		
			-196	213,9	214	211,9	212,2	51,55	51,5	7	7		
		2	Cădere + Deformare + Revenire 160°C/2h/or	0	+20	135,5	135,3	111	110,8	54,5	54,75	10	10,7
					-196	159,1	152,5	141,4	142	54,37	55,33	10	9,98
1	+20			118	118,8	132	112,8	54,2	53,65	9,32	9,02		
	-196			192,5	190,6	188,4	182,2	51,76	51,77	8	8		
2	+20			143,2	147	148	147	53,2	53,3	7,1	7,14		
	-196			198,4	200,7	193,3	197,4	53,57	53,5	7,33	7,34		
3	+20			153,5	154,3	153	153,4	52,7	53,1	6,8	6,50		
	-196			203	200	198,8	195,6	53,64	53,6	7,33	7,34		
4	+20			155,5	155,3	155	154,1	52,7	52,47	6,8	6,80		
	-196			201,8	201,5	197,8	198	53,35	53,31	7,33	7,34		
3	Cădere + Deformare + Revenire 250°C/2h/or			0	+20	136	136	118	118,4	58,43	58,45	14,56	14,74
					-196	169,8	169,5	155,6	156,7	58,08	58,05	12,5	12,55
		1	+20	144,2	144,1	142,8	142,5	57,68	57,53	13,86	13,57		
			-196	175	176,2	166,7	167,6	56,26	56,2	12,93	12,93		
		2	+20	148,8	148,5	147,4	148,9	56,28	56,47	11,40	11,68		
			-196	188,1	186,4	183,5	180,7	55,9	55,96	9,06	9,39		
		3	+20	151,5	151,4	151	149,8	55,84	55,69	10,33	10,21		
			-196	192,58	193,76	187,9	188,8	55,9	56	9	8,9		
		4	+20	153,9	153,9	153,3	153,7	55,80	55,61	10,33	10,30		
			-196	192,3	192,1	187,6	186,6	55,9	55,96	9,06	9,14		
		4	Cădere + Deformare + Revenire 350°C/2h/or	0	+20	119,6	119,4	113,6	113,4	64,05	64,05	15,66	-
					-196	148,7	148,8	144,6	144,6	61,59	61,52	16,33	-
1	+20			122,2	122,6	116,5	116,4	63,56	63,50	15	-		
	-196			156,4	156,1	153	152,9	59,51	59,64	13,66	-		
2	+20			124,7	124	117,5	117,5	63,07	63,11	15	-		
	-196			157,4	157,9	155,4	155,4	59,04	58,95	13,33	-		
3	+20			123,6	124,1	117,9	117,7	62,97	62,92	15	-		
	-196			157,9	157,2	155,4	155,4	59	58,98	13,33	-		
4	+20			123,6	123,5	117,9	117,8	62,97	62,95	15	-		
	-196			158,3	158,5	156	156,1	59,20	59,23	13,33	-		

Tabel 5.2.

OTEL 12N90

Nr crt	Tratament aplicat	Temp de incerc (°C)	Dependența	Ecuația de regresie		Coef de corelație R <sup>2</sup> (%)	
				Y	X		
1	Cădere martensitică + Deformare la rece	+20	C <sub>1</sub> = f(ε)	Y = -158X <sup>2</sup> + 1125X - 132,89	99,97		
				-196	Y = -296X <sup>2</sup> + 2195X - 386,08	99,94	
		+20	C <sub>2</sub> = f(ε)	Y = -139X <sup>2</sup> + 912X - 10,93X - 122,69	99,96		
				-196	Y = -2,33X <sup>2</sup> + 17,96X <sup>2</sup> - 25,77X - 153,05	99,94	
		+20	γ = f(ε)	Y = -0,233X <sup>2</sup> + 4,327X - 7,676X - 61,678	99,83		
				-196	Y = -0,666X <sup>2</sup> + 5,975X <sup>2</sup> - 17,06X + 68,76	99,80	
		+20	d = f(ε)	Y = 0,119X <sup>2</sup> - 0,355X <sup>2</sup> - 2X - 15,211	99,95		
				-196	Y = -0,0099X <sup>2</sup> + 0,289X <sup>2</sup> - 1,658X + 12,038	99,95	
		2	Cădere + Deformare + Revenire 160°C/2h/or	+20	C <sub>1</sub> = f(ε)	Y = -128X <sup>2</sup> + 7,53X <sup>2</sup> - 5,34X - 123,31	99,99
						-196	Y = 1,295X <sup>2</sup> - 11,989X <sup>2</sup> - 42,462X - 124,583
				+20	C <sub>2</sub> = f(ε)	Y = -118X <sup>2</sup> - 6,78X <sup>2</sup> - 3,78X - 121,18	99,94
						-196	Y = 0,178X <sup>2</sup> - 3,483X <sup>2</sup> + 23,975X - 130,656
+20	γ = f(ε)			Y = 0,233X <sup>2</sup> - 1,197X <sup>2</sup> - 0,24X - 58,5	99,89		
				-196	Y = 0,0949X <sup>2</sup> - 0,424X <sup>2</sup> - 0,919X - 58,426	99,91	
+20	d = f(ε)			Y = -0,033X <sup>2</sup> + 0,697X <sup>2</sup> - 3,66X - 12,96	99,88		
				-196	Y = 0,0719X <sup>2</sup> + 0,354X <sup>2</sup> - 1,624X - 19,891	99,90	
3	Cădere + Deformare + Revenire 250°C/2h/or			+20	C <sub>1</sub> = f(ε)	Y = -0,406X <sup>2</sup> + 0,846X <sup>2</sup> - 0,392X - 112,783	99,96
						-196	Y = 2,43X <sup>2</sup> - 20,087X <sup>2</sup> - 52,64X - 121,33
				+20	C <sub>2</sub> = f(ε)	Y = 1,111X <sup>2</sup> - 4,619X <sup>2</sup> - 11,171X - 105,11	99,91
						-196	Y = 2,63X <sup>2</sup> - 21,86X <sup>2</sup> - 57,67X - 114,24
		+20	γ = f(ε)	Y = 61,749 - 0,283X - 0,54X <sup>2</sup> + 0,1082X <sup>3</sup>	99,97		
				-196	Nu este cazul	-	
		+20	d = f(ε)	Y = 75,493 - 3,735X - 0,643X <sup>2</sup> - 0,0749X <sup>3</sup>	99,85		
				-196	Nu este cazul	-	
		4	Cădere + Deformare + Revenire 350°C/2h/or	+20	C <sub>1</sub> = f(ε)	Y = 1119X <sup>2</sup> - 1,799X <sup>2</sup> - 9,263X - 97,84	99,88
						-196	Y = -1,928X <sup>2</sup> + 12,695X <sup>2</sup> - 19,676X - 141,209
				+20	C <sub>2</sub> = f(ε)	Y = 0,116X <sup>2</sup> - 1,769X <sup>2</sup> - 8,182X - 96,817	99,97
						-196	Y = -1,41X <sup>2</sup> + 8,877X <sup>2</sup> - 11,665X - 137,2
+20	γ = f(ε)			Y = -0,299X <sup>2</sup> + 2,632X <sup>2</sup> - 3,458X - 64,519	99,99		
				-196	Y = -0,0333X <sup>2</sup> + 0,754X <sup>2</sup> - 1,401X - 64,974	99,96	
+20	d = f(ε)			Y = -0,106X <sup>2</sup> + 1,171X <sup>2</sup> - 1,964X - 21,268	99,94		
				-196	Y = -0,129X <sup>2</sup> + 1,509X <sup>2</sup> - 5,403X - 21,829		



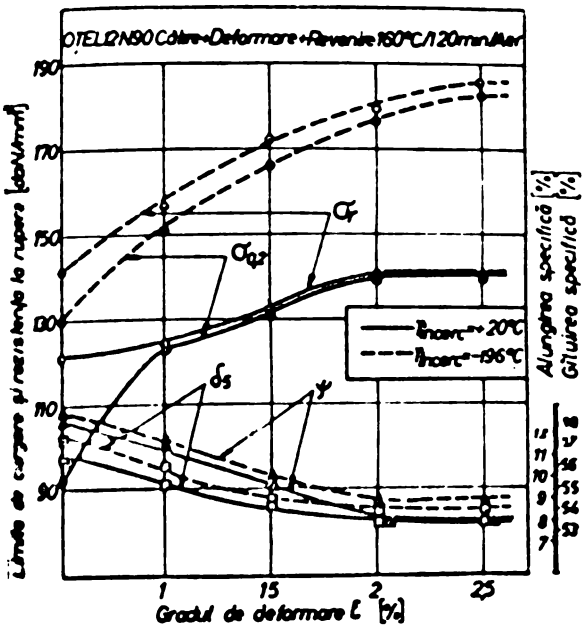


Fig.5.4.

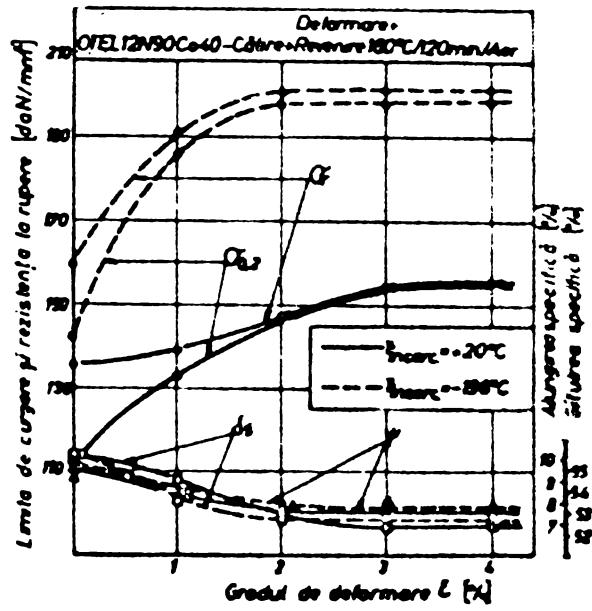


Fig.5.5

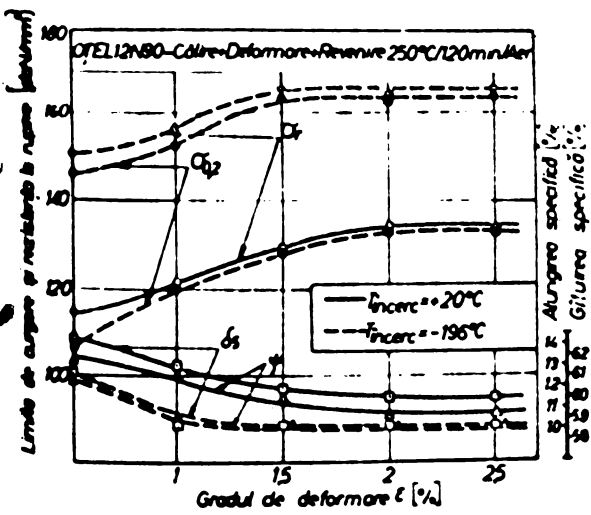


Fig.5.6.

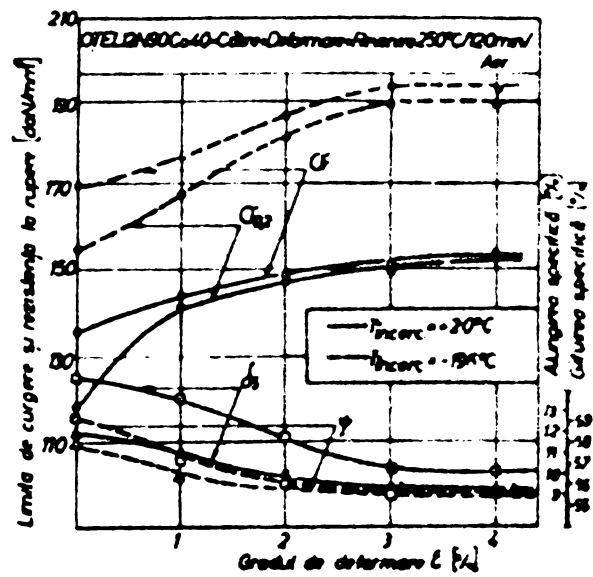


Fig.5.7.

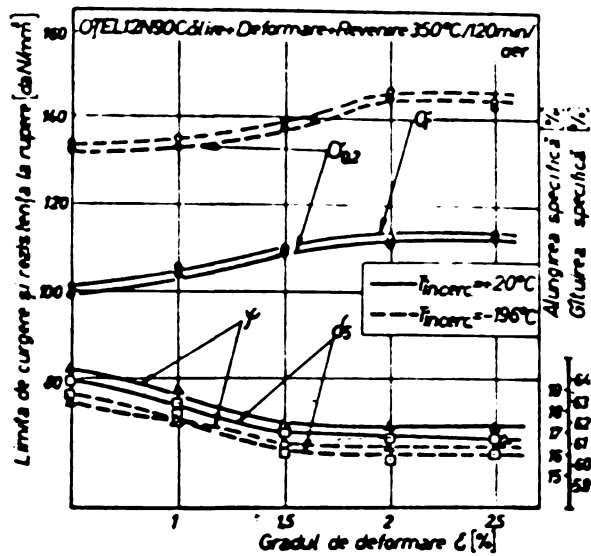


Fig.5.8.

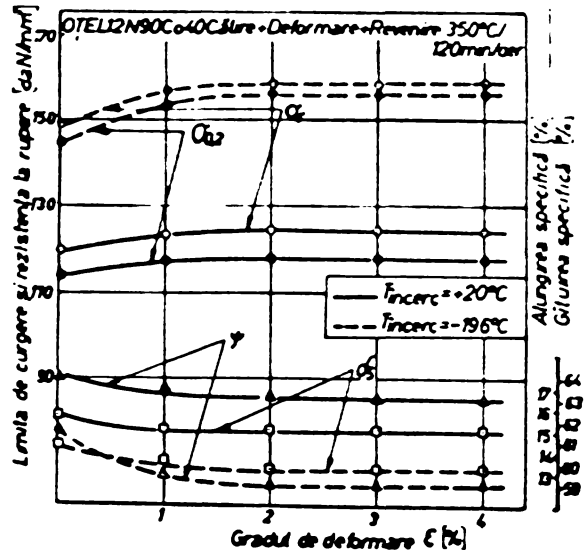


Fig.5.9.

oțelul 12N90, deformat în stare călită cu  $\epsilon = 2,5\%$  și revenit la  $160^\circ\text{C}$ , atinge o rezistență la rupere  $\sigma_r = 185 \text{ daN/mm}^2$ , o limită de curgere  $\sigma_{0,2} = 182 \text{ daN/mm}^2$ , caracteristicile de ductilitate menținându-se la valori favorabile:  $\psi = 54\%$  și  $\delta_5 = 8,5\%$  ( fig. 5.4);

- temperaturile de revenire la  $250^\circ\text{C}$  și  $350^\circ\text{C}$  provoacă un efect de înmuiere continuă la ambele oțeluri, fenomen explicabil prin separarea și creșterea cantitativă a particulelor de carburi uniform distribuite în matricea structurală ecruisată (fig.5.6... 5.9);

- diminuarea valorilor rezistenței mecanice cu temperatura de revenire este mai puțin accentuată la oțelul aliat și cu Co (tab.5.2) ca urmare a efectului suplimentar (în afara celui provocat de tratamentul termomecanic) de creștere a stabilității la revenire, determinată de prezența acestui element de aliere;

- valorile foarte mari ale coeficienților de corelație demonstrează un grad mare de încredere în rezultatele experimentale obținute.

Incercările mecanice efectuate atestă că procedeul de tratament termomecanic aplicat acestei categorii de oțeluri permite atingerea unor rezistențe mecanice de circa  $200 \text{ daN/mm}^2$  cu păstrarea unei ductilități suficiente la temperatura azotului lichid

( $-196^{\circ}\text{C}$ ), fapt care face ca aceste aliaje să se înscrie practic în grupa celor mai rezistente oțeluri criogenice din lume. Prelucrarea termomecanică a acestora le deschide posibilități deosebite de întrebuințare, avînd în vedere domeniul particular de folosire, acela al construcțiilor aerospațiale și echipamentelor criogenice - produse care trebuie să fie cît mai suple, cît mai rezistente, și cu un grad deosebit de siguranță în funcționare.

### 5.3. ASPECTE MICROFRACTOGRAFICE ALE EPRUVETELOR DE TRACȚIUNE TRATATE TERMOMECHANIC.

O parte importantă în caracterizarea oțelurilor de înaltă rezistență cu structură martensitică, o constituie analiza caracterelor suprafețelor de rupere. Aspectul unei suprafețe de rupere permite determinarea precisă a condițiilor care au favorizat apariția și dezvoltarea microfisurilor în cristalele de martensită.

Epruvetele de tracțiune rupte la temperatura ambiantă sau la  $-196^{\circ}\text{C}$ , au fost supuse examinărilor microfractografice la un microscop electronic prin transmisie tip BS-613, folosind replici duble acetat de celuloză-carbon.

În planșele I și II sînt prezentate microfractografiile caracteristice stărilor de tratament convențional și neconvențional, temperatura de încercare fiind de  $-196^{\circ}\text{C}$ . Se observă clar că la ambele oțeluri, prelucrate clasic sau termomecanic, rupturile au un pronunțat caracter ductil. Mai mult, se poate afirma că oțelurile tratate neconvențional vor prezenta o mai bună rezistență la rupturi accidentale (premature), deoarece numărul de "cupuli" aici este ceva mai mare comparativ cu rupătura martensitei de călire obișnuită.

Tratamentul termomecanic favorizează micșorarea dimensiunilor acelor de martensită și prin aceasta intensitatea șocului exercitat de acestea în punctele în care ating marginile grăunților austenitici sau alte obstacole este mult diminuat. De asemenea, prin interacțiunea dintre lamelele de martensită și densitatea de dislocații mult mărită ca urmare a deformării plastice, se reduce probabil efectul de șoc la marginile grăunților.

PLANSA I.

OTEL 12N90. Epruvete de tracțiune rupte la  $-196^{\circ}\text{C}$



Fig.1. M.E.x 2700  
Călire martensitică

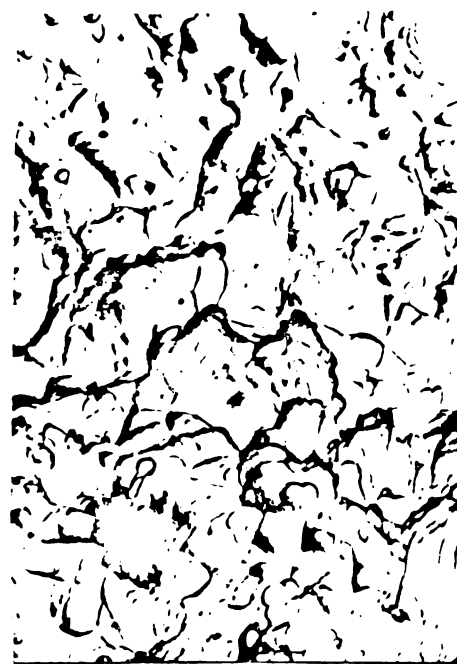


Fig.2. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 2,5\%$



Fig.3. M.E.x 2700  
Călire+Rev.  $160^{\circ}\text{C}$

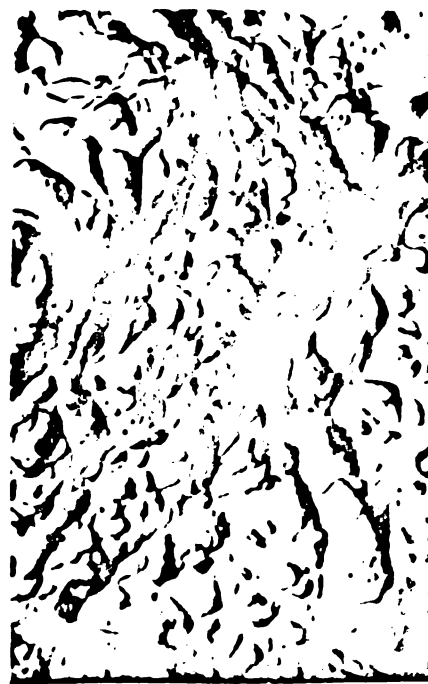


Fig.4. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 2,5\%$ +  
Rev.  $160^{\circ}\text{C}$

PLANSA I. (Continuare)



Fig.5. M.E.x 2700  
Călire+Rev.250°C

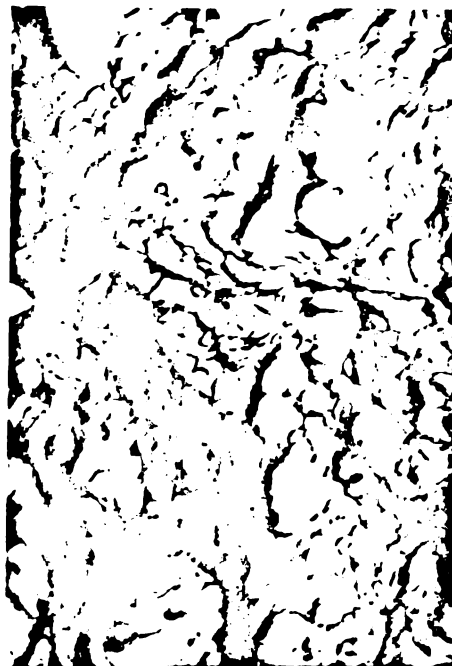


Fig.6. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\xi = 2,5\%$ +  
Rev.250°C

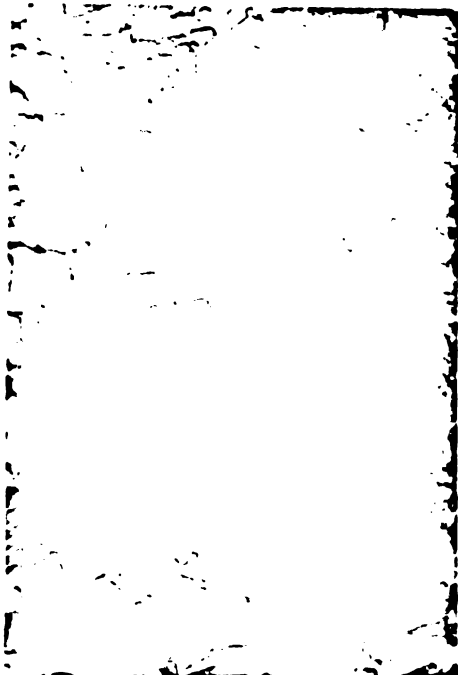


Fig.7. M.E.x 2700  
Călire+Rev.350°C



Fig.8. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\xi = 2,5\%$ +  
Rev.350°C.

PLANSA II.

OTEL 12N90Co40. Epruvete de tracțiune rupte la  $-196^{\circ}\text{C}$

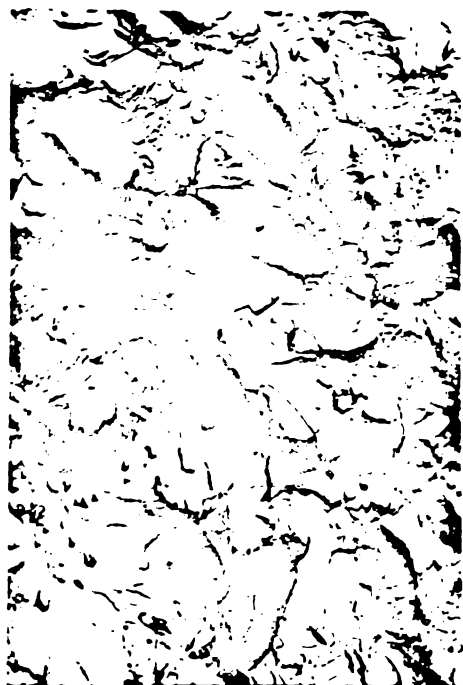


Fig.1.M.E.x 2700  
Călire martensitică



Fig.2.M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 4\%$



Fig.3.M.E.x 2700  
Călire +Revenire  
 $160^{\circ}\text{C}$

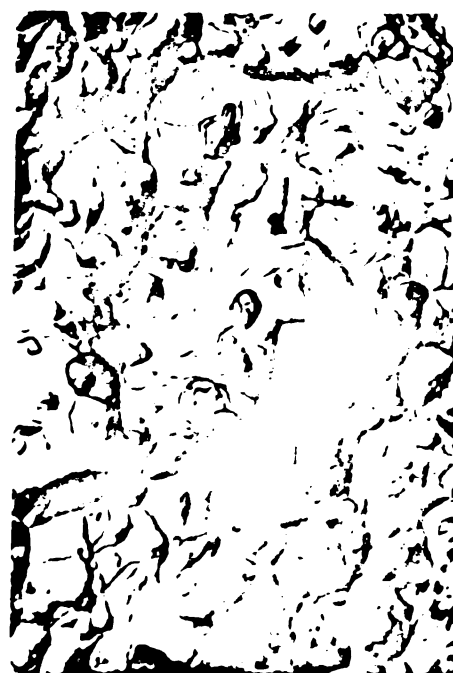


Fig.4.M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 4\%$ +  
Rev.  $160^{\circ}\text{C}$

PLANSA II. (Continuare)



Fig.5. M.E.x 2700  
Călire+Revenire 250°C



Fig.6. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 4\%$ +  
+Rev.250°C



Fig.7. M.E.x 2700  
Călire+Revenire 350°C



Fig.8. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 4\%$ +  
+Rev.350°C

INSTITUTUL POLITEHNIC  
TIMISOARA  
1970

Se poate deci conchide că prin tratament termomecanic marginile grăunților austenitici vor fi mai puțin slăbite și că probabilitatea de germinare a fisurilor la punctele de contact dintre lamelele de martensită respectiv de dezvoltare a lor fie pe limitele grăunților fie pe marginile lamelelor martensitice este mult diminuată.

#### 5.4. STABILITATEA LA REVENIRE A OTELURILOR CRIOGENICE TRATATE TERMOMECHANIC.

Așa cum s-a arătat anterior, structura obținută prin tratament "marstraining" conservă la revenire pînă la temperaturi de 300°C, caracteristici de rezistență mecanică superioare celor asigurate de structura specifică tratamentului termic clasic. Vom analiza în continuare contribuția factorilor care determină o stabilizare importantă de proprietăți pentru fiecare etapă de revenire. În figurile 5.10, 5.11 sînt redată curbele de evoluție a durității cu temperatura de revenire la ambele mărci de oțel, fie după aplicarea tratamentului clasic, fie după deformarea martensitei înalt aliate cu diferite grade de reducere. Se remarcă faptul că prin tratament clasic oțelul aliat și cu Co prezintă o mai mare stabilitate la revenire comparativ cu oțelul aliat numai cu Ni și că aplicarea tratamentului termomecanic conduce la o suplimentare a rezistenței am-

belor oțeluri în cursul revenirii.

La oțelul 12N90 deformat după călire, se favorizează precipitarea unor faze secundare extrem de fine, la limitele și sublimitele blocurilor în mozaic și ca urmare a interacțiunii precipitat-dislocații apare o ușoară durificare secundară la temperaturi de revenire de 160°C (fig.5.10).

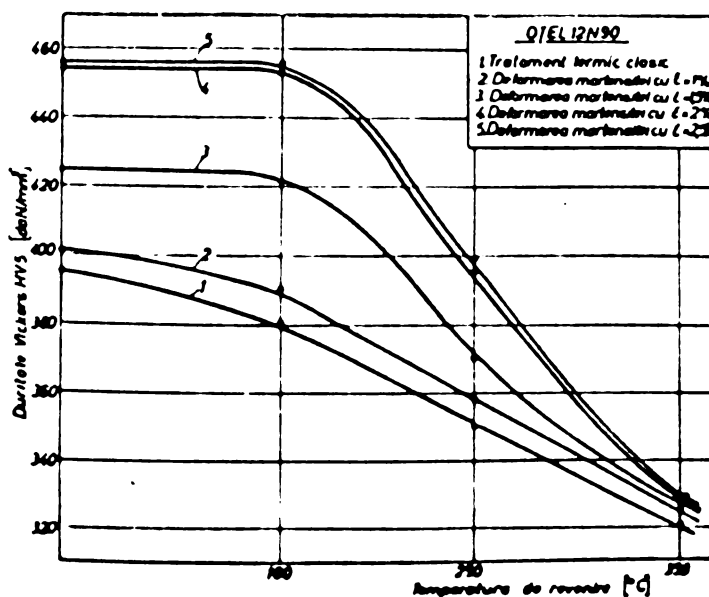


Fig.5.10.



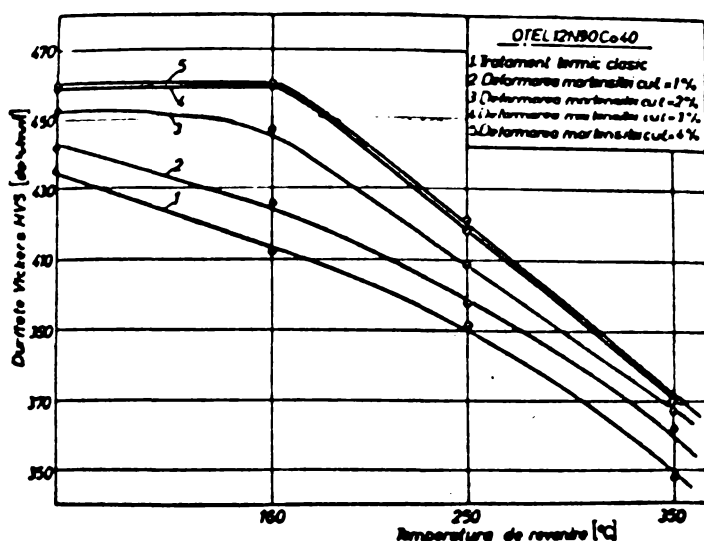


Fig.5.11.

Temperaturile de revenire de 350°C conduc la o descreștere continuă a durității ca urmare a scăderii gradului de tetragonalitate al martensitei, a micșorării densității de dislocații și a reducerii tensiunilor de ordinul II. Particulele de carburi separate sînt mult mai fine și mai uniform distribuite în masa de metal tratat neconvențional comparativ cu starea de tratament convențional. Acest fenomen prezintă o importanță deosebită prin menținerea unor caracteristici ridicate de tenacitate într-un interval larg de temperaturi de utilizare.

Așadar, stabilitatea mărită la revenire a ambelor oțeluri tratate termomecanic prin "marstraining" este o consecință a acțiunii următorilor factori:

- prezența precipitatelor fine și uniform distribuite, separate fie în cursul procesului de deformare plastică, fie în primele stadii ale revenirii;

- menținerea solubilității carbonului dizolvat în martensită, ca urmare a prezenței în structura de călire ecruisată, a unei densități mari de imperfecțiuni structurale. Aceste defecte care constituie site preferențiale pentru precipitarea carburilor, pot să se comporte ca zone cu o puternică solubilitate a carbonului. Deci, ferita va putea rămîne în stare suprasaturată pînă la temperaturi de revenire superioare stării de tratament termic clasic.

Prin deformarea la rece a martensitei aliate cu Ni-Co se provoacă începerea proceselor de precipitare chiar înainte de revenire și ca urmare, durificarea secundară semnalată la oțelul 12N90 este înlăturată.

La 250°C, la ambele oțeluri fenomenele de precipitare se desfășoară mai activ, în toată masa de metal, duritatea menținându-se la valori ridicate.

Deoarece prin procedeul "marstraining", peste starea de ecruisare fazică ce însoțește transformarea martensitică se suprapune o ecruisare mecanică, instabilitatea termodinamică a matricei structurale obținute este mult mai mare și se favori-

zează o desfășurare relativ rapidă a fenomenelor de restaurare, (diminuarea tensiunilor interne de ordinul II) poligonizare (reordonarea dislocațiilor din aglomerări prin difuziune) sau recristalizare (creșterea subgrăunților) în timpul revenirilor ulterioare. Peste transformările suferite de matrice se suprapun procesele de separare a compușilor secundari, existînd o influență reciprocă pronunțată a acestor procese. Așadar, instabilitatea termodinamică mărită a martensitei ecruisate precum și precipitării de carburi sînt elemente care în corelație cu compoziția chimică particulară a oțelurilor, determină o bună stabilitate la revenire numai pînă la temperaturi de 350°C.

Curbele de evoluție a caracteristicilor de tracțiune cu temperatura de revenire pentru cele două temperaturi de încercare și cele două procedee de tratament sînt redată în figurile 5.12; 5.13; 5.14; 5.15.

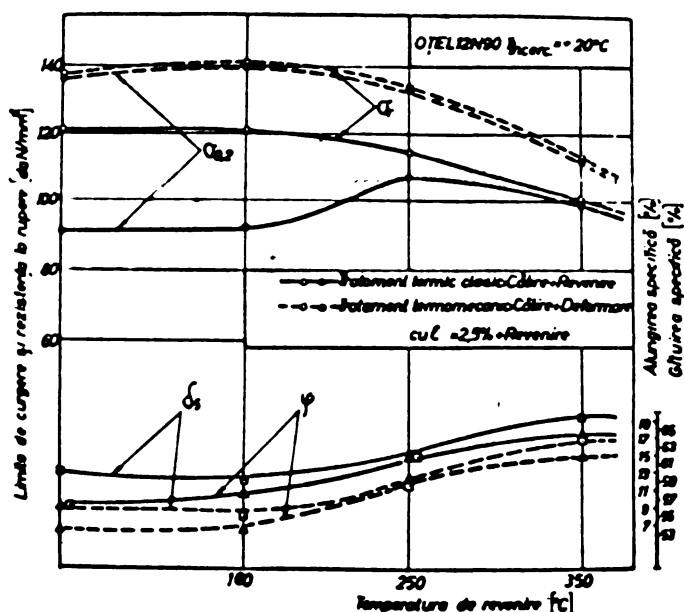


Fig.5.12.

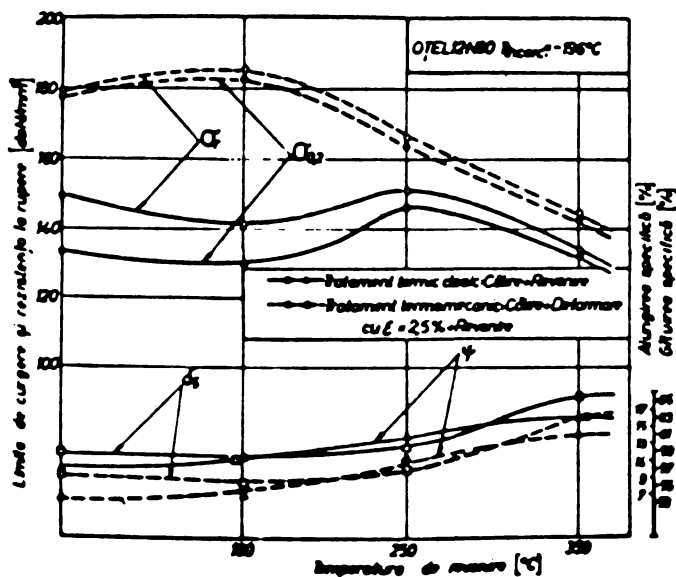


Fig.5.13.

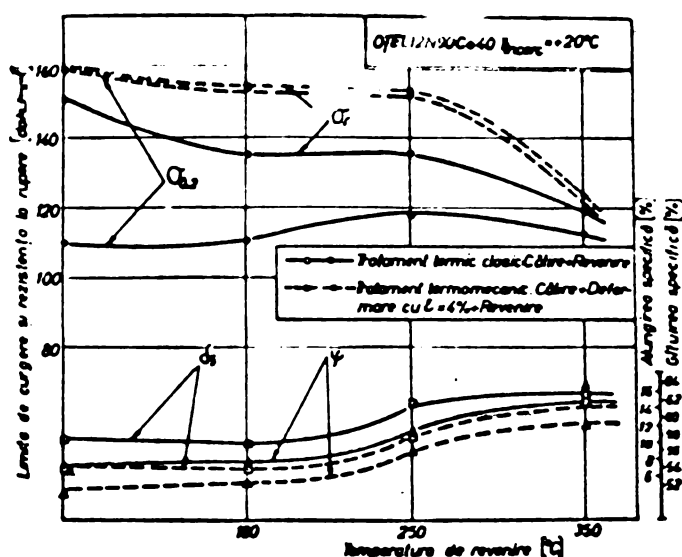


Fig.5.14.

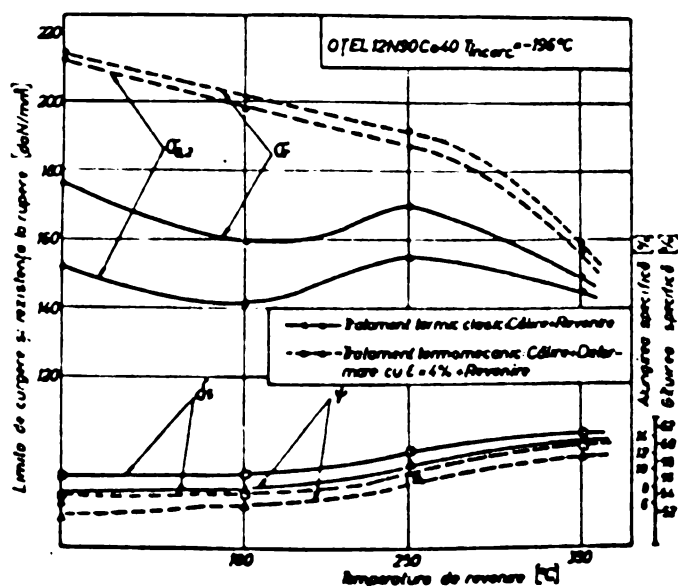


Fig.5.15.

Ele scot în evidență elemente care vin să confirme mecanismul de stabilizare la revenire a proprietăților oțelurilor tratate "marstraining". Astfel, se demonstrează faptul că prin tratament termic clasic la ambele oțeluri apare o durificare secundară la temperaturi de revenire de 250°C. La oțelul aliat numai cu Ni, vârful de durificare secundară este mai accentuat, deoarece

aici apare după călirea clasică o cantitate mai mare de austenită reziduală. Alierea cu Co, mărin­d stabilitatea la revenire și micșorând cantitatea de austenită reziduală, se senizează o tendință de aplatizare a vârfului de durificare secundară. Tratamentul termomecanic atenuează în totalitate durificarea secundară la oțelul 12N90Co40 și aplatizează

puternic vârful de durificare la oțelul aliat numai cu Ni, deplasându-l la temperaturi de revenire de 160°C. Acest fenomen este o consecință a micșorării stabilității termodinamice a martensitei sub influența energiei de deformare acumulate, ce conduce la descompunerea ei fie în prima etapă de revenire (oțelul 12N90) fie chiar în cursul deformării plastice (12N90Co40). La temperaturi de revenire de 350°C, deja se observă o

înmuiere a oțelurilor tratate termomecanic, cauzată de procesul de revenire spre echilibru a martensitei deformate (înlăturarea tensiunilor de ordinul II, reordonarea și micșorarea densității de dislocații și de alte imperfecțiuni ale rețelei cristaline etc).

### 5.5.COMPORTAREA LA SOC A OTELURILOR CRIOGENICE TRATATE TERMOMECHANIC.

În ultima vreme, deși s-au dezvoltat metodele de apreciere a tendinței spre rupere fragilă, încercările de reziliență Charpy V.rămân încă de bază la materialele de înaltă rezistență mecanică și care trebuie să asigure o deosebită securitate în exploatare. Experimentările au fost realizate pe epruvete de reziliență Charpy V. tratate termic convențional și neconvențional, temperaturile de revenire fiind cuprinse între 160 și 350°C.

Din lipsă de material, s-au luat în considerare numai gradele de deformare maxime permise (2,5%, respectiv 4%), care de fapt au asigurat obținerea celor mai ridicate valori pentru rezistența mecanică a ambelor oțeluri.

Rezultatele obținute sînt prezentate în figurile 5.16, 5.17, temperaturile de încercare fiind de +20°C și -196°C.

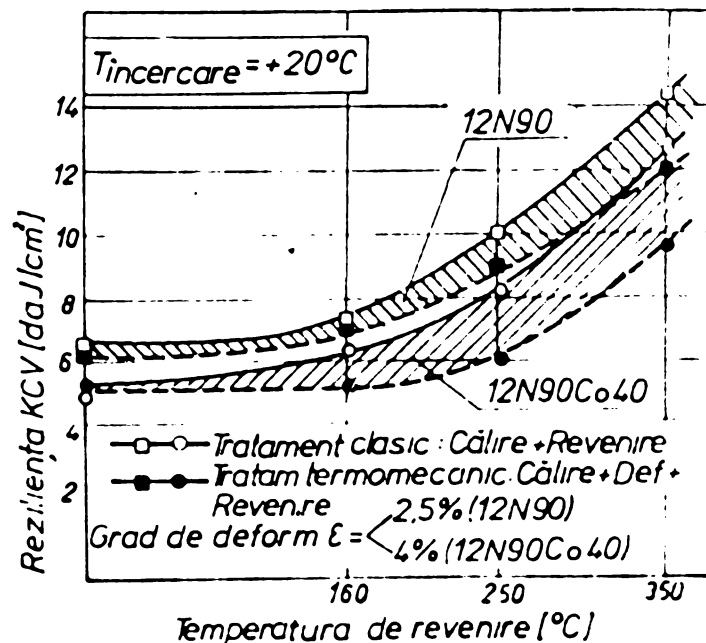


Fig.5.16. ...

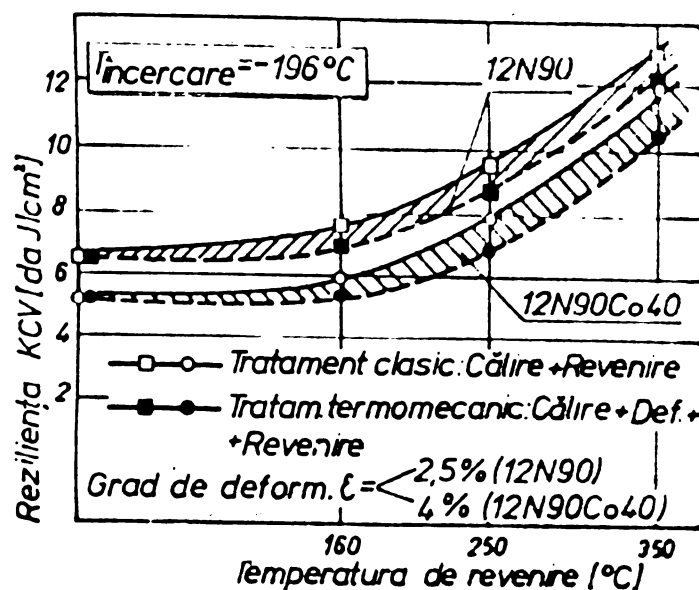


Fig. 5.17.

În planșele III, IV se redau și microfractografiile epruvetelor de reziliență pentru temperatura de încercare de  $-196^{\circ}\text{C}$ , acestea avînd un pregnant caracter ductil.

Analiza acestor rezultate evidențiază o serie de elemente care concordă deplin cu examinările anterioare. Ambele oțeluri posedă o bună tenacitate în tot intervalul temperaturilor de revenire și pentru ambele temperaturi de încercare. Chiar și structura martensitică de călire respectiv martensita de călire-deformare posedă valori favorabile ale rezilienței, urmare a conținutului scăzut în carbon și în incluziuni nemetalice și a alierii cu Ni.

Adărsul de 4% Co în compoziția oțelului aliat cu 9% Ni deși permite o creștere substanțială a rezistenței mecanice nu înrăutățește sensibil tenacitatea, probabil tocmai ca urmare a efectului său de finisare a cristalelor martensitice și a particulelor de carburi separate prin deformare sau revenire ulterioară.

Diminuarea ușoară a rezilienței ambelor oțeluri prin tratament termomecanic se poate atribui valorilor mai mari ale tensiunilor interne și distorsiunilor rețelei cristaline ale martensitei.

Precizăm că normele internaționale pentru oțelurile crio-  
genice aliate cu 9% Ni [64,66], impun ca valorile rezilienței Charpy V. să fie de minim  $2...3 \text{ daJ/cm}^2$  la temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$ .

PLANSA III. OTEL 12N90  
Epruvete de reziliență KCV rupte la  $-196^{\circ}\text{C}$



Fig.1. M.E.x 2700  
Călire martensitică



Fig.2. M.E.x 2700 Călire+  
Deformare  $\xi = 2,5\%$



Fig.3. M.E.,x 2700  
Călire+Revenire  $160^{\circ}\text{C}$

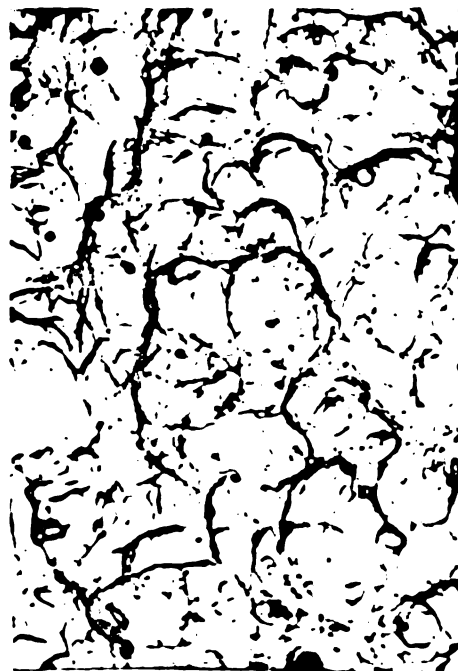


Fig.4. M.E.x 2700 Călire+  
Def.  $\xi = 2,5\%$  + Rev.  $160^{\circ}\text{C}$

PLANSA III.(Continuare)



Fig.5. M.E.x 2700  
Călire+Revenire 250°C



Fig.6. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 2,5\%$ +Rev.250°C



Fig.7. M.E.x 2700  
Călire+Revenire 350°C



Fig.8. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 2,5\%$ +Rev.350°C

PLANSA IV. OTEL 12N90Co40.

Epruvete de reziliență KCV rupte la  $-196^{\circ}\text{C}$



Fig.1. M.E.x 2700  
Călire martensitică



Fig.2. M.E.x 2700  
Călire+Deformare  $\epsilon = 4\%$



Fig.3. M.E.x 2700  
Călire+Revenire  $160^{\circ}\text{C}$



Fig.4. M.E.x 2700  
Călire+Def.  $\epsilon = 4\%$ +Rev.  $160^{\circ}\text{C}$



PLANSA IV. (Continuare)



Fig.5. M.E.x 2700  
Călire+Revenire 250°C



Fig.6. M.E.x 2700  
Călire+Def.ξ=4%+Rev.250°C

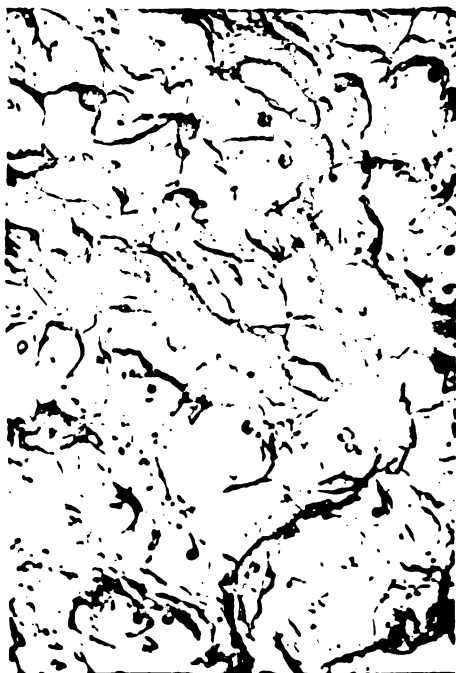


Fig.7. M.E.x 2700  
Călire+Revenire 350°C



Fig.8. M.E.x 2700  
Călire+Def.ξ=4%+Rev.350°C

Mai mult, cercetările recente bazate pe rezultatele mecanicii ruperii atestă că valorile rezilienței KCV de 2...3 daJ/cm<sup>2</sup> sînt suficiente pentru o exploatare în condiții de deplină siguranță a acestor produse.

Apreciem că, funcție de natura și gradientul eforturilor din exploatare, de forma și complexitatea pieselor realizate, pornind de la rezultatele încercărilor de tracțiune și reziliență, aceste oțeluri se pot utiliza cu succes prelucrate termomecanic după oricare din variantele tehnologice folosite.

## 5.6. CONCLUZII - Capitolul V.

Încercările mecanice efectuate pe epruvete de tracțiune călite și deformate cu diferite grade de reducere atestă că atît la temperatura ambiantă cît și la cea corespunzătoare azotului lichid, apar creșteri ale caracteristicilor de rezistență mecanică cu 15...40%, fără diminuarea sensibilă a caracteristicilor de ductilitate.

Temperaturile de revenire se manifestă activ, influențînd diferențiat valorile caracteristicilor de tracțiune.

Curbele de variație a proprietăților mecanice cu temperatura de revenire pentru cele două temperaturi de încercare, evidențiază stabilitatea mărită la revenire a oțelurilor tratate neconvențional, consecință a acțiunii următorilor factori :

- prezența precipitatelor fine și uniform distribuite, separate fie în cursul procesului de deformare plastică, fie în primele stadii ale revenirii ;

- menținerea solubilității carbonului dizolvat în martensită, ca urmare a prezenței în structura de călire ecruisată, a unei densități mari de imperfecțiuni structurale. Aceste defecte constituind site preferențiale pentru precipitarea carburilor, pot să se comporte ca zone cu o puternică solubilitate a carbonului, ferita rămînînd în stare suprasaturată pînă la temperaturi de revenire superioare stării de tratament convențional.

Tratamentul termomecanic atenuază în totalitate durificarea secundară la oțelul 12N90Co40 și aplatisează puternic vîrfurile

e durificare la oțelul aliat numai cu nichel, deplasându-l la temperaturi de revenire de 160°C.

Cercetările microfractografice efectuate asupra epruvetelor de tracțiune și reziliență rupte la -196°C, au demonstrat că ruperile au un pronunțat caracter ductil și că tratamentul termomecanic mărește rezistența la ruperi accidentale ca urmare a sollicitării mai puțin intense a marginilor grăunților austenitici.

Prelucrarea statistică a rezultatelor încercărilor mecanice vidențiază un grad mic de împrăștiere al valorilor experimentale, contribuind la întregirea concluziilor desprinse.

Aplicarea tratamentului termomecanic marstraining acestei categorii de oțeluri permite atingerea unor rezistențe mecanice de circa 200 daN/mm<sup>2</sup> cu păstrarea unei ductilități și tenacități suficiente la temperatura azotului lichid, fapt care face ca aceste aliaje să se înscrie practic în grupa celor mai rezistente oțeluri criogenice din lume.

## CAPITOLUL VI.

### CONCLUZII

În literatura de specialitate se prezintă încercări de aplicare a tratamentului termomecanic "Marstraining" [2,3,47,63] la diferite categorii de oțeluri cu destinație specială (cu excepția celor criogenice), arătându-se că durificarea este o consecință a finisării fazelor separate din martensita deformată, a transformării austenitei reziduale și a efectului de ecrusare mecanică a structurii martensitice.

Cercetările efectuate în diverse țări arată că la unele oțeluri apar creșteri ale caracteristicilor de rezistență mecanică prin acest procedeu de tratament, iar la altele se obține un efect de înmuiere, subliniindu-se necesitatea efectuării unor studii pentru elucidarea acestor aspecte și a mecanismului de durificare [1,5,20,66].

Pornind de la premiza că natura stării de înaltă rezistență a oricărui aliaj metalic este dependentă nemijlocit de finețea matricei structurale, de dimensiunile cât mai mici și de gradul de dispersie cât mai mare al fazelor secundare, precum și de o densitate mare de imperfecțiuni structurale, se preconizează că prin tratament "marstraining" există o posibilitate de acționare favorabilă a acestor factori. Cercetările întreprinse asupra celor două mărci de oțel aliat cu 9% Ni și având sau nu 4% Co, au avut ca scop atât aprofundarea teoretică a mecanismului durificării realizate la interacțiunea tratament termic-deformate, cât și verificarea eficienței și a oportunității aplicării acestei metode de durificare.

Printre contribuțiile teoretice și practice ale lucrării de doctorat subliniem următoarele aspecte:

1. Studiarea influenței deformării plastice la rece a structurii de călire asupra finisării cristalelor de martensită (reducerea grosimii medii de la 1...1,6  $\mu\text{m}$  la 0,14...0,25  $\mu\text{m}$  și a lungimii medii de la 6...10  $\mu\text{m}$  la 3...4  $\mu\text{m}$ ), orientării lor sub formă de pachete, creșterii gradului de dispersie și schimbarea morfologiei martensitei (de la forma aciculară se trece la forma lamelară), - elemente care justifică parțial mecanismul de durificare.

2. Cercetarea metalografică electronică atestă că rețeaua de dislocații e mult mai densă la starea de tratament termomecanic că dispunerea acestora este mai uniformă în volumul de metal și că prin ancorarea lor puternică pe particulele precipitate se accentuează efectul de durificare.

3. Prin deformarea la rece a martensitei aliate cu Ni-Co se provoacă începerea proceselor de precipitare chiar înainte de revenire, evitându-se astfel durificarea secundară semnalată la aceste oțeluri călite și revenite.

4. Se demonstrează pentru prima dată la grupa oțelurilor criogenice aliate cu Ni sau Ni-Co că prin tratament termomecanic se atenuază în totalitate durificarea secundară semnalată la oțelul aliat cu Ni-Co și se aplatisează puternic vârful de durificare la oțelul aliat numai cu Ni, deplasându-l la temperaturi de revenire de 160°C.

5. Se evidențiază influența gradului de deformare la rece asupra finisării fazelor separate din martensita deformată, a dispunerii lor regulate în matricea feritică și a orientării în general pe direcția lamelor de martensită. Examinările prin difracție electronică arată că legile de formare a carburilor separate nu se modifică calitativ, compoziția acestor faze rămânând aceeași ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) ca și în lipsa deformării.

6. Se confirmă datele din literatură [51,66] legate de efectul adaosului de 4% Co asupra finisării cristalelor de martensită, măririi gradului de dispersie a carburilor, creșterii rezistenței mecanice și a stabilității la revenire.

7. Cu ajutorul analizei röntgenostructurale se fac determinări cantitative și calitative ale imperfecțiunilor rețelei cristaline pentru variantele de tratament convențional și neconvențional, ilustrându-se indirect mecanismul de interacțiune dislocații - particule precipitate. Se evidențiază astfel, pentru prima dată la această categorie de oțeluri, rolul de catalizator al imperfecțiunilor structurale asupra mecanismului de precipitare-germinare - creștere și rolul dispersiei carburilor în blocarea mișcării dislocațiilor. Aceste cercetări atestă pe de o parte mecanismul de durificare iar pe de altă parte, justifică creșterea caracteristicilor de rezistență mecanică.

8. Se verifică pentru prima dată și se confirmă oportunitatea aplicării tratamentului "marstraining" oțelurilor aliate cu Ni și Ni-Co, recomandându-se anumiți parametri de deformare și revenire ulterioară.

9. Se dovedește că aplicarea unor grade mici de deformare la rece (2,5% respectiv 4%) produsului călit la martensită, conduce la o mărire a rezistenței mecanice cu 20...48%, fără o diminuare sensibilă a ductilității și tenacității ( $\Psi$  se micșorează cu 4,5...7% iar KCV cu 2...8%). Acest procedeu de tratament permite proiectantului și tehnologului obținerea de produse al căror raport "greutate/rezistență la rupere", este cât mai mic posibil, produse care posedă în același timp o securitate mărită în exploatare.

10. Prin încercări mecanice și cercetări microfractografice se demonstrează păstrarea unei bune plasticități a oțelurilor tratate termomecanic, în condiții de exploatare la temperatura azotului lichid rupturile avînd un pronunțat caracter ductil. Deoarece la tratament neconvențional numărul de "cupuli" este mai mare comparativ cu ruptura martensitei de călire convențională, se apreciază că prin tratament "marstraining" va crește rezistența la rupturi accidentale (premature) ca urmare a solicitării mai puțin intense a limitelor foștilor grăunți austenitici și a micșorării probabilității de germinare a fisurilor și dezvoltarea lor pe marginile lamelilor martensitice sau a grăunților cristalini.

11. Pentru obținerea unui spectru de proprietăți mecanice cât mai ridicate la oțelurile cercetate se recomandă aplicarea următorului regim de prelucrare termomecanică:

OTEL 12N90

Călire  $810 \pm 10^\circ\text{C}/2,5 \text{ min}/1 \text{ mm grosime/apă}$  + Deformare la temperatura ambiantă cu  $\xi = 2,5\%$  + Revenire la  $T = 160...350^\circ\text{C}$ .

OTEL 12N90Co40

Călire  $830 \pm 10^\circ\text{C}/2,5 \text{ min}/1 \text{ mm grosime/apă}$  + Deformare la temperatura ambiantă cu  $\xi = 4\%$  + Revenire la  $T = 160...350^\circ\text{C}$ .

Oțelurile criogenice cu bază de Ni astfel tratate vor atinge rezistențe mecanice de circa  $200 \text{ daN/mm}^2$ , înscriindu-se practic în grupa celor mai rezistente oțeluri origenice din lume.

Cercetările efectuate confirmă rezultatele din literatură obținute după tratamentul termic clasic aplicat acestei categorii

de oțeluri și demonstrează că mecanismul de durificare prin tratament termomecanic este extrem de complex, existînd o multitudine de factori de interacțiune concomitentă sau consecutivă dintre care cei mai importanți privesc imperfecțiunile de rețea cristalină morfologia și distribuția cristalelor de martensită, transformarea austenitei reziduale și mărirea gradului de dispersie al carburilor precipitate.

Pentru evidențierea cineticii procesului de durificare prin tratament termomecanic sînt în curs de efectuare determinări cantitative de variație în timp la diferite temperaturi a proporțiilor de faze ( austenită, martensită, carburi).

...

...

BIBLIOGRAFIE

1. BERNSTEIN M.L., GOLLER P : Influența prelucrărilor termomecanice asupra proprietăților oțelurilor de construcții de mașini.  
Fizika metallov i metallovedenie 1967, nr.1, vol.23, p.176.
2. BERNSTEIN M.L : Influența prelucrării termomecanice asupra descompunerii martensitei la reveniri joase.  
Fizika metallov i metallovedenie 1967, nr.3, vol.24, p.463.
3. BLANTER M.E: O prelucrare combinată a oțelurilor martensitice durificabile prin îmbătrânire. Metallovedenie i termiceskaia obrabotka metallov nr.4, 1969.
4. BRASLAWSKI D.I : Tratatamentul termomecanic al oțelului refractar din clasa martensitică.  
Metallî 1965, nr.5, p.143-148.
5. BREYER N, POLAKOWSKI H : Deformarea la rece a oțelurilor martensitice. Transactions of American Society for Metals 1963, vol.55, p.667-683.
6. BRAMNAR I.S., DEWEY M.A.P: Specimen Preparation for Electron Metallografie. Blackwell, Oxford 1966.
7. CAVÉ R : Le controle statistique des fabrications. Edit.Eyrolles, Paris 1966.
8. CONSTANT A., MEYZAUD Y., SANZ G. : New research trends in cryogenic Steels with reduced nickel content. Acièrs speciaux nr.18, 1972.
9. COLAN H., : Studiul metalelor și tratamente termice. E.D.P. București. 1964.
10. COLAN H și colab : Studiul metalelor. Indrumător pentru lucrări de laborator. E.D.P. București 1968.



1. DRAGAN I, GAVRILESCU Gr: Cercetări asupra factorilor care influențează obținerea benzilor electrotehnice cu textură Goss. Cercetări metalurgice nr.14,1973, pag.251...271.
2. DRAGAN I. : Unele realizări ale cercetării metalurgice în actualul cincinal. Cercetări Metalurgice nr.14,1973, pag.23...28.
3. DIETER G.E. : Metalurgie mecanică. Edit.technică 1970 București.
4. EBEL H, ANDRES G, STURM F. : Experimentelle Bestimmung der Geräteinflüsse bei der Linienbreitenuntersuchung mit einem Zählrohrgoniometer. Acta Physica Austriaca 18 (1964) Nr.1, S.42...47.
5. PANINGER G., STURM F. : Ermittlung der Gitterstörungen in gehärteten und angelassenen unlegierten Stählen mit 0,1 bis 0,6 Gew.-% Kohlenstoff. Materialprüf. 11(1969)Nr.11,S.384...389.
6. GÂDEA S., PROTOPOPESCU M. : Aliaje neferoase. Editura tehnică București 1965.
7. GÂDEA S și colab. : Metalografie. B.D.P. București 1974.
8. GULEAEV A.P. : Modificări structurale la tratamentul termomecanic al oțelului și influența lor asupra proprietăților mecanice. Metallovedenie i teraiceskaia obrabotka metallov 1965, nr.11., p.9-17.
9. HEIMENDAHL M : Einführung in die Elektronenmikroskopie. Verfahren zur Untersuchung von Werkstoffen und anderen Festkörpern, 1970. B.R. Deutschland.

20. HOUARDY H.P., ROSE A : Eigenschaftsänderung von Stahl durch thermomechanische Behandlung. Härterei Technische Mitteilungen 24(1969) Heft 1, S.6...10.
21. HUBERT H. : Influența deformării plastice prealabile asupra mecanismului descompunerii martensitei la revenirea oțelurilor inoxidabile cu 12% Cr. Rezumatul tezei de doctorat 1972, București.
22. HYSPECKA L, MAZANEC K : Etude de la formation de microfissures dans la structure martensitique. Les mémoires scientifiques de la revue de métallurgie Nr.1, 1976, p.25...30.
23. JIN S, MORRIS J.W., ZACKAY V.F : An iron-nickel-titanium alloy with outstanding toughness at cryogenic temperature. Contract NASA 1973, 22p.
24. JIN S, MORRIS J.W, ZACKAY V.F. : Grain refinement through thermal in an Fe-Ni-Ti cryogenic alloys. Contract NASA 1974, 41 p.
25. KAREL V, PAHUTA P, HYSPECKA L, MAZANEC K: Contribution à la fractographie de la martensite. Les mémoires scientifiques de la revue de métallurgie, Nr.1, 1974, p.17...23.
26. KARCHNER G.M. : Metode pentru detașarea replicilor de carbon de pe oțel, care elimină dizolvarea precipitatelor fine de cementită. Transactions of American Society for Metals Quaterly, 1967, Decembrie, nr.4, vol.60 p.716.
27. KLINGELE E. : Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden, GmbH Köln 1974.

8. KOCHENDÖRFER A : Zur Bestimmung von Teilchengrösse und Gitterverzerrungen in kristallinen Stoffen aus der Breite der Röntgenlinien. Zeitsch. Kristallogr., Abt. A 105(1944) S.393...480.
9. KRAINER H. : Untersuchungen über angelassenen Martensit. Arch. Eisenhüttenwes. 22(1951) Nr.1/2, S.53...62.
10. LATHAN D.J. : Stadiul actual al tratamentelor termomecanice aplicate oțelurilor de construcție și oțelurilor de scule. Journal of Iran and Steel Institute, ian.1970, p.50-70.
11. LEBEDER D.V.,  
GADZHIBALAEV G.A. : Evaluation of the impact toughness of steels at cryogenic temperatures. Problemy Prochnosti vol.5, Aug.1973.
12. MANTEA ST, DULAMITA T : Teoria și practica tratamentelor termice. Edit.tehnică 1968 București.
13. MARTIN H.L., MILLER P.C.,  
INGRAM A.G. : Effects of low temperatures on the mechanical properties of structural metals. Contract NASA 1968, 65 p.
14. MITELEA I.,  
TRUSCULESCU M. : Acțiunea tratamentului termomecanic asupra densității de dislocații în oțelurile criogenice aliate cu Ni și Ni-Co. Metalurgia Nr.2, 1976 București p.88...92.
15. MITELEA I.,  
TRUSCULESCU M. : Influența gradului de deformare la rece asupra martensitei din oțelurile criogenice aliate cu Ni și Ni-Co. Revista Metalurgia 1976 Buc.
16. MITELEA I.,  
TRUSCULESCU M. : Determinarea röntgenografică a imperfecțiunilor rețelei cristaline a oțelului criogenic 12N90, tratat termomecanic. Cercetări Metalurgice nr. 18, 1976 București (acceptată pentru publicare).

37. MITELEA I., FARBAS N., FARBAS V. : Durificarea structurală a oțelurilor inoxidabile austenitice aliate și cu azot. Bul.șt.și tehn. I.P.Timișoara Seria Mecanică, Tom 21 (35) Fasc. 1-1976.
38. NANU A. : Tehnologia materialelor E.D.P. București, 1972.
39. OSTLE B. : Statistics in research. The Iowa University, Press, 1969, London.
40. RINK L.P., VERTINKOVA L.G. : Titanium alloys for cryogenic technology : Metallovedenie i Termiceskaja Obrabotka Metallov, June 1967, p.41-44.
41. SCHUMANN H. : Metallographia. Verlag Leipzig 1974
42. SCHWARTZBERG F.R. : Selecting structural materials for cryogenic service. Metal Progress vol.96, July 1969, p.52...57
43. SPAEDER C.E., MAJETICH J, BRICKNER K. : New steels has cryogenic potential. Metal Progress vol.96, July 1969, p.57-58.
44. STURM F. : Röntgenographische Linienbreitenanalyse an kubischen Vielkristallen. Zeitsch. angew. Phys.27(1969) Nr.2. S.100...103.
45. STURM F. : Einfluss der tetragonalen Verzerrung kubischer Gitter auf die Breite von Röntgen-Beugungslinien. Archiv. für Eisenhüttenwesen, Heft 4, April 1970, S.369...372.
46. STURM F. : Die röntgenographische Ermittlung der Kohärenzlänge, Gitterverzerrung und Stapelfehlerdichte in Kupfer - Feilspänen. Zeitsch. Metallkunde 60(1969) Nr.6, S.541...546.

47. SUPOV A.V., PROKOSKIN A.D; Influența ecruisării la rece asupra proprietăților mecanice și structurii fine a oțelului supus tratamentului termomecanic. Stali 1965, nr.9, p.846...848.
48. TACHE A.M., CARTIS I., MITELEA I. : Das anlassverhalten des 3,5%Ni-haltigen Tieftemperaturstahls. IV Symposium Verformung und Bruch 24-27 August 1976 in Magdeburg, D.D.R.
49. THIERINGER H.M., STRUNK H: Verfahren zur Herstellung elektronenmikroskopisches Durchstrahlungspräparate aus kompaktem Material. Zeitsch.für Metallkunde 60, S.584, 1969.
50. TRUSCULESCU M. : Studiul metalelor. E.D.P.București, 1972.
51. TRUSCULESCU M. : Studiul comportării oțelurilor aliate cu 9% Ni și 4% Co, folosite la temperaturi joase. Teză de doctorat, 1967.
52. TRUSCULESCU M. : Considerations sur l'evolution des tensions résiduelles et des blocs en mosaïque pendant le revenu d'aciers alliés à 9% Ni et 4% Co. A ...III-a Conferință de oțeluri cu înaltă rezistență și structură martensitică 12-14 sept.1972 Ostrava...
53. TRUSCULESCU M.: Determinarea cu ajutorul razelor X ...a conținutului de austenită reziduală în oțelurile aliate cu 9% Ni și 4% Co folosite la - 200°C. Cercetări Metalurgice nr.8, 1966.

54. TRUSCULESCU M . : Contribution a l'étude du traitement thermique et des propriétés mécaniques d'aciers à 9% Ni et 4% Co. C.N.R.M. Liège Belgia, 1965.
55. TRUSCULESCU M : Contribuții la studiul oțelurilor aliate cu 9% Ni folosite la  $-196^{\circ}\text{C}$ . Bul.șt.și tehn.I.P. Timișoara, Seria Mecanică, Tom 11(25), 1966.
56. TRUSCULESCU M : Influența Co asupra transformărilor la revenire a oțelurilor aliate cu 9% Ni. Cercetări Metalurgice nr. 9, 1967.
57. TRUSCULESCU M.,  
IEREMIA A : Unele considerații asupra elaborării și deformării plastice a oțelurilor criogenice tip 12N90 și 12N90Co40. Metalurgia 27(1975), nr.8-9, p.401-405.
58. TRUSCULESCU M., TACHE A.M., Studiul metalelor - tehnici de  
MITELEA I., BUDAU V : laborator. Edit. Facla 1976.
59. TRUSCULESCU M.,  
MITELEA I. : Influența Co asupra transformărilor structurale din oțelurile aliate cu 9% Ni, tratate termomecanic. Bul.șt. și tehn. I.P.Timișoara, Seria Mecanică, Tom 19(33), Fasc.2, 1974.
60. TRUSCULESCU M.,  
MITELEA I. : Zum Einfluss der thermomechanischen Behandlung auf die Anlassbeständigkeit von 9% Ni-haltigen Tieftemperaturstählen. IV Symposium Verformung und Bruch 24 - 26 August 1976 in Magdeburg, D.D.R.
61. TRUSCULESCU M.,  
MITELEA I. : Caracteristicile de tracțiune ale oțelului criogenic aliat cu 9% Ni, tratat termomecanic. Cercetări metalurgice Nr.18, 1976 București (Acceptat pentru publicare).

62. TUSINSKI L.I.,  
- TIHOMIROVA L.B. :  
Tratamentul termomecanic al oțelului  
carbon. Metallovedenie i termiceska-  
ia obrabotka metallov, nr.2, 1972,  
p.42.
63. WOODFORD D.A. :  
Unele observații asupra "marstrai-  
ning" a oțelului cu 12% Cr. Meta-  
lurgia 1967, 75 nr.447. p.3...8.
64. x x x  
Nickel - Metall der tausend Möglich-  
keiten. International Nickel, 1965.
65. x x x  
Mechanische und physikalische, Ei-  
genschaften der austenitischen  
Chrom-Nickel-Stähle bei tiefen  
Temperaturen. International Nickel,  
1966.
66. x x x  
Effects of Low Temperatures on  
Structural Metals. National Aero-  
nautics and Space Administration  
1966.
67. x x x  
Metals Handbook, 8th ed, vol.II,  
ASM, Ohio, 1964.
68. x x x  
Symposium on Relation of Properties  
to microstructure. Cleveland Ohio,  
American Society for Metals, 1954.
69. x x x  
Hütte. Taschenbuch für Eisenhütten-  
leute. Berlin, Verlag von Wilhelm  
Ernst Sohn, 1961.
70. x x x  
Handbuch der Mikroskopie. Berlin,  
Veb Verlag Technik, 1973.
71. x x x  
Phasenumwandlungen im festen Zustand.  
Leipzig, Veb Deutscher Verlag für  
Grundstoffindustrie, 1973.
72. x x x  
Metallovedenie i termiceskaia ob-  
rabotka metallov, tom.7., Moscova  
1973.

73. x x x Mărci noi de oțeluri. ICEM, MEM-ODPT, București, 1965.
74. x x x Induction Hardening and Tempering. Ohio, American Society for Metals, 1964.
75. x x x Die Wärmebehandlung von Bau und Werkzeugstählen von der Schweizerischen Gesellschaft für Wärmebehandlung. Microtechnik Scriptar S.A. 1967.
76. x x x Ausscheidungshärtbare nichtrostende Stähle. International Nickel, 1967.
77. x x x Die Verarbeitung der austenitischen Chrom-Nickel-Stähle. Teil II-Biegen, Abkanten und Kaltwalzen. International Nickel, 1967.
78. x x x Nickellegierte Einsatzstähle. International Nickel, 1966.
79. x x x Nichtmagnetisierbare Gusseisenwerkstoffe und ihre Prüfung. Nickel-Informationsbüro GmbH Düsseldorf, 1964.
80. x x x Korrosionsbeständigkeit der austenitischen Chrom-Nickel-Stähle gegenüber Chemikalien. International Nickel, 1967.