



Universitatea
Transilvania
din Brașov

ȘCOALA DOCTORALĂ INTERDISCIPLINARĂ

Facultatea de Știință și Ingineria Materialelor

Ing. Valeriu V. COMICI

**Îmbunătățirea performanțelor oțelurilor inoxidabile înalte
aliate prin tratamente termice**

**Research on the improvement of highly-alloyed stainless
steels by thermal treatments**

REZUMAT / ABSTRACT

Conducător științific

Prof.univ.dr.ing. Ioan GIACOMELLI

BRAȘOV, 2021

D-lui (D-nei)

COMPONENTĂ

Comisiei de doctorat

Numită prin ordinul Rectorului Universității Transilvania din Brașov
Nr. 11272 din 24.06.2021

PREȘEDINTE: Prof.dr.ing. Teodor MACHEDON-PISU, Universitatea
Transilvania din Brașov

CONDUCĂTOR ȘTIINȚIFIC: Prof.dr.ing. Ioan GIACOMELLI, Universitatea Transilvania
din Brașov
REFERENȚI: Prof.dr.ing. Corneliu MUNTEANU
Prof.dr.ing. Mihai Ovidiu COJOCARU
Prof.dr.ing. Maria STOICĂNESCU

Data, ora și locul susținerii publice a tezei de doctorat: 28.09.2021, ora 12,00

Eventualele aprecieri sau observații asupra conținutului lucrării vor fi transmise electronic, în timp util, pe adresa secretariat-sdi@unitbv.ro

Totodată, vă invităm să luați parte la ședința publică de susținere a tezei de doctorat.

Vă mulțumim.

CUPRINS

INTRODUCERE	Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 1.....	Error! Bookmark not defined.
OȚELURI INOXIDABILE ÎNALT ALIATE.....	Error! Bookmark not defined.
1.1 Oțeluri înalt aliate. Generalități	Error! Bookmark not defined.
1.2. Oțeluri inoxidabile. Mărci și compoziții.....	Error! Bookmark not defined.
1.3. Influența elementelor de aliere asupra structurii.....	Error! Bookmark not defined.
1.3.1. Influența cromului – Modificări structurale.....	Error! Bookmark not defined.
1.3.2. Influența nichelului..... Error! Bookmark not defined.
1.4. Domenii de utilizare	Error! Bookmark not defined.
1.4.1. Domenii de utilizare ale familiilor de oțeluri..... Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 2	Error! Bookmark not defined.
STADIUL ACTUAL AL REALIZĂRIILOR ÎN DOMENIUL TRATAMENTELOR TERMICE ALE OȚELURILOR INOXIDABILE.....	Error! Bookmark not defined.
2.1. Procedee de obținere. Elaborare, deformare plastică, prelucrare mecanică	Error! Bookmark not defined.
2.1.1 Deformarea la cald a oțelurilor inoxidabile.....Error! Bookmark not defined.
2.1.2 Laminarea oțelurilor inoxidabileError! Bookmark not defined.
2.1.3 Parametrii tehnologici ai tratamentului termicError! Bookmark not defined.
2.2. Tratamente termice specifice oțelurilor inoxidabile martensitice	Error! Bookmark not defined.
2.2.1. Tratamente termice aplicate oțelurilor inoxidabile feriticeError! Bookmark not defined.
2.2.2. Tratamente termice aplicate oțelurilor inoxidabile austeniticeError! Bookmark not defined.
2.3 Tratamente termochimice	Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 3	Error! Bookmark not defined.
MATERIALE, UTILAJE ȘI APARATURĂ UTILIZATE LA ÎNCERCĂRI.....	Error! Bookmark not defined.
3.1.Materiale metalice. Caracteristici. Epruvete	Error! Bookmark not defined.

3.2. Utilaje necesare încercărilor experimentale.....	Error! Bookmark not defined.
3.3 Aparatura utilizată la încercări	Error! Bookmark not defined.
3.4. Direcții de cercetare	Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 4	Error! Bookmark not defined.
ÎNCERCĂRI EXPERIMENTALE DE TRATAMENTE TERMICE APLICATE OȚELURILOR INOXIDABILE	Error! Bookmark not defined.
4.1.Tratamente termice preliminare	Error! Bookmark not defined.
4.2 Călirea oțelurilor martensitice	Error! Bookmark not defined.
4.3. Revenirea	Error! Bookmark not defined.
4.4 Tratamente criogenice	Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 5	Error! Bookmark not defined.
STUDII PRIVIND INVESTIGAȚIILE SEM ȘI RX.....	Error! Bookmark not defined.
5.1 Structuri metalografice. Microscopie și electronică SEM	Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 6	Error! Bookmark not defined.
ANALIZE EDS ȘI TESTĂRI LA UZARE ȘI COROZIUNE.....	Error! Bookmark not defined.
6.1. Analize EDS. Difracție de raze X	Error! Bookmark not defined.
6.2 Încercări la uzare.....	Error! Bookmark not defined.
6.3. Teste de coroziune.....	Error! Bookmark not defined.
6.4. Concluzii.....	Error! Bookmark not defined.
CAPITOLUL 7	Error! Bookmark not defined.
CONCLUZII GENERALE. CONTRIBUȚII PROPRII. DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE.....	Error! Bookmark not defined.
7.1. Concluzii generale	Error! Bookmark not defined.
7.2 Contribuții proprii	Error! Bookmark not defined.
7.3 Direcții viitoare de cercetare	Error! Bookmark not defined.
7.4 Diseminarea rezultatelor	Error! Bookmark not defined.
BIBLIOGRAFIE	Error! Bookmark not defined.

INTRODUCERE

MOTIVAȚIA TEMATICII TEZEI DE DOCTORAT

Oțelurile inoxidabile reprezintă o gamă largă de oțeluri cu domenii de utilizare cât mai variate. Principala calitate a oțelurilor inoxidabile este rezistența la coroziune. Dintre cele 3 categorii de oțeluri inoxidabile înalt aliate: austeitice, feritice și martensitice, oțelurile care excelează la cât mai multe medii de lucru sunt cele austenitice.

Această categorie de oțeluri inoxidabile are comportare foarte bună la coroziune, ductilitate, rezistență la temperaturi înalte, rezistență la temperaturi scăzute, viteză de ecrusare, sudabilitate. Mai mult, are și posibilitatea de a-și îmbunătăți durificarea prin prelucrare la rece.

A doua categorie, oțelurile feritice au o comportare foarte bună doar la temperaturi înalte, dar nu oferă posibilitatea de a fi durificate prin tratament termic.

A treia familie de oțeluri inoxidabile o reprezintă oțelurile martensitice. Această gamă de oțeluri are o duritate și rezistență mecanică foarte bună. Mai mult, oferă posibilitatea durificării prin tratament termic, călire urmată de revenire. Posibilitatea de a îmbunătăți performanțele oțelurilor inoxidabile martensitice prin tratamente termice reprezintă o mare provocare pentru o cercetare experimentală.

De la acest considerent am plecat în alegerea tematicii tezei de doctorat. Îmbunătățirea performanțelor oțelurilor inoxidabile înalt aliate transformă oțelurile martensitice în oțeluri inoxidabile cu viață lungă de funcționare.

Având o comportare bună la coroziune (dar inferioară celor din grupa oțelurilor austenitice) și o sudabilitate scăzută, unica soluție pentru a îmbunătăți performanțele acestor oțeluri o reprezintă tratamentul termic (călire+revenire).

Pentru o cercetare experimentală vastă am considerat că și tratamentele termochimice ar putea aduce îmbunătățiri performanțelor pe care le poate atinge un oțel martensitic.

Crearea unei suprafețe dure și rezistente la coroziune, în timp prelungit de funcționare ar putea fi nitrurarea în plasmă prin stratul format pe suprafețele pieselor din oțel martensitic pentru îmbunătățirea performanțelor acestuia.

Toate acestea se pot certifica, doar după o cercetare experimentală cu încercări de duritate, microduritate, uzură și testări la coroziune, care să probeze eficiența tratamentelor termice și termochimice, prin această teză de doctorat.

~~~

### **Obiectivele tezei de doctorat**

1. De îmbunătățire a performanțelor otelurilor inoxidabile martensitice și austenitice prin tratamente termice și termochimice. Am urmărit tratamentele termice tradiționale: recoacere incompletă, urmată de o recoacere de detensionare, care crează o prelucrabilitate mai bună otelului martensitic, deoarece produsele ar putea fi în această stare de utilizare;
2. A doua etapă a cercetărilor a fost consacrată determinării modului de creștere a performanțelor cu o procesare termică în vid, urmată de o nitrurare în plasmă. Efectele acestor tratamente termice au fost verificate prin încercări de duritate, microduritate a stratului, reziliență la coroziune și rezistență la uzare. Nu am determinat rezistența la coroziune, deoarece în aceste condiții de procesare nu se produce sensibilizarea otelului prin decromizarea limitelor de grăунte;
3. S-a urmărit tratamentul termic, urmat de tratament criogenic prin răcire cu azot lichid. Ruperea s-a realizat în domenii mai scăzute decât temperatura ambientală.

~~~

Multumirile mele se adreseză în primul rând domnului **Prof. dr. ing. Ioan Giacomelli**, membru corespondent al Academiei de Științe Tehnice din România, coordonatorul științific al prezentei lucrări, pentru sprijinul și recomandările oferite pentru întreaga perioadă de doctorat.

Multumiri comisiei de coordonare, formată din Prof. dr. ing. Maria Stoicănescu, Prof. dr. ing. Ana Vețeleanu și Prof. dr. ing. Virgil Geamăń pentru sprijin permanent și realist, prin evaluarea periodică a stadiului cercetărilor.

Multumiri domnului Prof. dr. ing. Machedon Pisu Teodor, decan al Facultății de Știință și Ingineria Materialelor și cadrelor didactice de la catedra de Știință Materialelor de la Universitatea „Transilvania” Brașov pentru sprijinul acordat.

Multumiri Institutului de Cercetare și Dezvoltare al Universității „Transilvania” din Brașov, Universității Politehnice București, Institutului Politehnic „Gheorghe Asachi” Iași, Institutului Național de Cercetare – Dezvoltare pentru Tehnologii Criogenice și Izotopice Râmnicu Vâlcea, SC UTTIS SA Brașov, SC PLASMA TERM Tg Mureș SA, SC INNA SCHAEFFLER SA Brașov, SC UPRUC CTR SA

Făgăraș și SC DENICO SRL Făgăraș pentru colaborarea oferită pe durata efectuării cercetărilor experimentale.

Adresez mulțumiri pentru ajutorul acordat în timpul cercetărilor experimentale următoarelor persoane: cercetător științific doctor inginer Sebastian Brad, inginer Adrian Muscalu, inginer Dorin Bica, inginer Liviu-Eugen Pojar, inginer Nicolae Han, inginer Ioan Ghișa.

Mulțumiri colegilor profesori din învățămîntul preuniversitar care m-au susținut și încurajat.

Mulțumiri familiei mele, căreia îi dedic cercetările și lucrarea de față.

Autorul



CAPITOLUL 1

OȚELURI INOXIDABILE ÎNALT ALIATE

1.1 Oțeluri înalt aliante. Generalități

Sunt cunoscute drept oțeluri inoxidabile aliajele Fe-Cr, care au o concentrație de cel puțin 12% crom.

Prin conținutul de 12% Cr se conferă oțelurilor proprietatea de a se acoperi de un strat pasiv în cele mai multe medii (aer, apă, acizi, atmosferă industrială și.a) făcându-le rezistente la oxidare și coroziune, în raport cu alte materiale metalice. Stratul pasiv, format în principal din oxizi de crom, este aderent, dens, impermeabil și puțin solubil, fapt care-l face rezistent la acțiunea unui mare număr de medii agresive [24], [25], [89], [100].

Medii din ce în ce mai agresive, temperaturi și presiuni din ce în ce mai ridicate solicită producerea de oțeluri inoxidabile cu proprietăți tot mai ridicate, adăugând aliajelor Fe-Cr elemente de aliere: nichel, molibden, cupru, mangan, titan, niobiu, siliciu, bor, aluminiu, azot și.a. [25], [26], [90], [101].

Adăugarea acestor elemente de aliere influențează structura, dar și proprietățile tehnologice.

Oțelurile inoxidabile au o compoziție chimică mai specială:

- Elemente de structură: carbonul, cromul, nichelul, manganul și azotul;
- Elemente anticorozive: în special cromul a cărui prezență poate fi întărită de prezența altor elemente, spre exemplu molibdenul;
- Impurități: sulf și fosfor, dar și azot.

Pe lângă rezistența la coroziune (inoxidabilitate, comună tuturor), oțelurile inoxidabile înalt aliante au și proprietăți tehnologice și de utilizare:

- Rezistență mecanică
- Așchiabilitatea
- Deformabilitatea
- Sudabilitatea

1.2. Oțeluri inoxidabile. Mărci și compozitii

Sunt cunoscute trei mari familii de oțeluri inoxidabile și intermediare: **Martensitice**, **Feritice**, **Austenitice**

OȚELURI INOXIDABILE MARTENSITICE

Se caracterizează prin conținut ridicat în crom 12....17% Cr și prin conținut mai mare în carbon, peste 0,1%. Se împart în 4 grupe:

- Grupa M1- oțeluri martensitice cu conținutul scăzut de carbon 0,15%C și 12...14% Cr,
- Grupa M2- oțeluri martensitice cu conținut mediu în carbon (0,2....0,4% C)
- Grupa M3- oțeluri martensitice cu conținut ridicat în carbon, având (0,6..1%C) și (14... 16% Cr).
- Grupa M4- oțelurile martensitice cu conținut redus în carbon (0,1% C), (16....20% Cr) și (2....4%Ni).

Tabel 1.2 Oțeluri inoxidabile martensitice [90, 101]

Marca oțelului	Compoziția chimică [%]											
	C%	Si ≤	Mn ≤	P max	S max	Cr	Mo	Ti	Alte elemente	Rm daN mm ²	R _{0,2} daN mm ²	E _{0,2} daN mm ²
12 Cr130	0,09 0,15	0,6	0,6	0,035	0,03	12 14	-	-	Cu ≤ 0,30	60	42	21 000
20 Cr130	0,16 0,24	0,6	0,6	0,035	0,03	12 14	-	-	Cu ≤ 0,30	66	25	21 000
30 Cr130	0,25 0,34	0,6	0,6	0,035	0,03	12 14	-	-	Cu ≤ 0,30	-	-	21 600
40 Cr130	0,35 0,44	0,6	0,6	0,035	0,03	12 14	-	-	Cu ≤ 0,30	-	-	21 600
90 Cr130	0,90 1,00	0,8	0,7	0,035	0,03	17 19	-	-	Cu ≤ 0,30	-	-	21 500

OȚELURI INOXIDABILE FERITICE

Conțin 0,10%0,35% C și 15....30% Cr. Fiind oțeluri monofazice nu există transformări structurale la încălzire și răcire. Sunt stabilite două grupe de oțeluri feritice, notate F1 și F2 în funcție de conținutul de carbon și crom .

OȚELURI INOXIDABILE AUSTENITICE

Se caracterizează prin conținut scăzut de carbon, C<0,1% și un conținut de 12...25% Cr și 8....30% Ni. Sunt o categorie de oțeluri inoxidabile cu performanțe deosebite, dar și costurile sunt foarte ridicate.

În funcție de elementele de aliere oțelurile inoxidabile austenitice se împart în mai multe grupe (tabelul 1.5):

- **Oțeluri austenitice crom-nichel, Cr-Ni**

Acestea au un conținut foarte scăzut de carbon și un raport (exemplu: 18-8%) de crom-nichel. Sunt realizate și alte oțeluri inoxidabile austenitice în funcție de raportul crom-nichel: 12-12;18-12; 18-10; 20-12; 25-12; 25-20.

- **Oțeluri austenitice crom-nichel-molibden, Cr-Ni-Mo**

La această grupă, oțelul are o concentrație de carbon <0,03%. Pentru creșterea rezistenței la coroziune în medii sulfuroase sau cloruri se adaugă oțelurilor 18-8 într-o concentrație de 2...4% Mo.

- **Oțeluri austenitice Cr-Ni-Mn-N**

Prin adaosul de Mn în oțelurile pe bază cu crom se modifică viteza de răcire. Azotul în aceste oțeluri ameliorează proprietățile mecanice. Acesta poate fi un înlocuitor complementar al nichelului în scăderea costurilor [101]

1.4. Domenii de utilizare

1.4.1. Domenii de utilizare ale familiilor de oțeluri

Tabel 1.8 Oțeluri inoxidabile martensitice

Grupa oțelului	Domenii de utilizare	Medii de lucru
M1	Scuturi pentru turbine cu abur, supape (tije, scaune, corp), șuruburi piulițe, arbori și elice pentru nave;	Acid acetic, acid boric, acid benzoic, tanic, uric, carbonați de amoniu, de sodiu, ammoniac.
M2	Cuzineti, arcuri, accesorii aerionate.	
M3	Lame de bărbierit, bile de rulmenți, instrumente chirurgicale, piese pentru	Apă, abur, atmosferă obisnuită, benzină, alcool.

	cuțite.	
M4	Piese și utilaje pentru industria alimentară, tacâmuri, vase și accesorii de menaj.	Soluții de acizi organici: formic, citric, lactic, oxalic.

Tabel 1.9 Oțeluri inoxidabile feritice

Grupa	Domenii de utilizare	Medii de lucru
F1	Instalații și echipamente în industria chimică, industria automobilelor.	-acid aetic cu concentrații până la 20% -acid azotic pentru toate concentrațiile; -soluții de sulfat de amoniu, sulfat de aluminiu, acid citric.
F2	Instalații ce lucrează în atmosferă oxidantă și sulfuroasă. Piese turnate pentru instalații chimice.	-acid azotic -acizi organic -acid acetic -apă de mare

CAPITOLUL 2

STADIUL ACTUAL AL REALIZĂRILOR ÎN DOMENIUL TRATAMENTELOR TERMICE ALE OȚELURILOR INOXIDABILE

2.1. Procedee de obținere. Elaborare, deformare plastică, prelucrare mecanică

Procedee de elaborare

A.

Procede

e de afinare cu oxigen sub vid [101]

-

Procede

ul VOD (VACUM OXYGEN DECARBURIZATION) (figura 2.1)

Acest procedeu urmărește afinarea otelurilor cu conținut ridicat de crom, în vid. Un inconvenient al acestui procedeu este stabilirea momentului opririi insuflării oxigenului. De obicei se ia momentul de final creșterea bruscă a temperaturii. Cromul oxidat este în jurul a 1%, iar cantitatea de carbon este foarte mică de 0,015%.

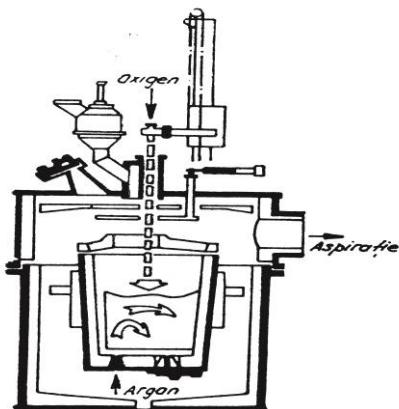


Figura 2.1 Schema de principiu a instalației pentru proceul VOD [101]

- Procedeul RH-OB (OXYGEN BLAWING) (figura 2.2)

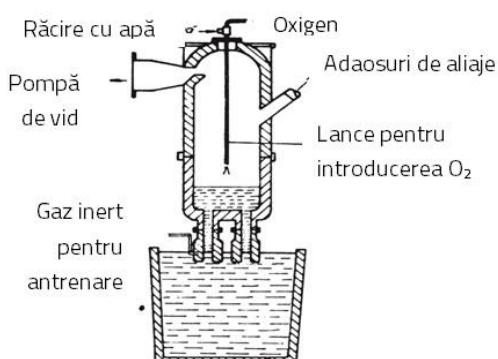


Figura 2.2 Schema de principiu a instalației pentru proceul RH-OB [101]

B.

Procede

e de afinare la presiune normală cu oxigen diluat cu gaz inert [101]

2.1.1 Deformarea la cald a oțelurilor inoxidabile

Rezistența la deformare și recristalizarea

Factorii care influențează rezistența la deformare: temperatura de deformare, viteza de deformare, sistemul de cristalizare, conținutul de elemente de aliere (figura 2.4).

Conținutul mai mare de elemente de aliere duce la o rezistență mărită a metalului și implicit o rezistență la deformare mai mare. Obținerea unui grăunte de o anumită dimensiune și omogenitatea structurală este una dintre problemele fundamentale ale laminării la cald, deoarece de dimensiunile grăuntăilor depind proprietățile fizice, chimice și mecanice și în final calitatea oțelului [101].

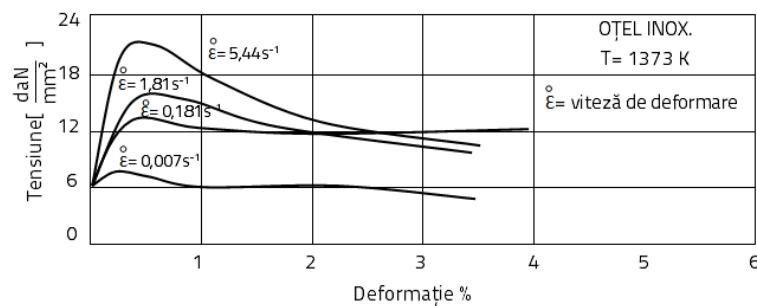


Figura 2.4 Influența gradului și vitezei de deformare asupra rezistenței la deformare a oțelului

Prin recristalizarea din timpul prelucrării la cald se înțelege de obicei un proces termic datorită căruia se produce mărirea unui grăunte fractiōnat mecanic. Acest proces se produce în timpul prelucrării la cald și în intervalele dintre aceste operații [101], dar trebuie evitată apariția feritei delta.

2.1.2 Laminarea oțelurilor inoxidabile

Oțelurile feritice - pot fi prelucrate la cald prin forjare, laminare sau perforare.

Oțelurile austenitice – au sensibilitate la creșterea grăuntăilor. Temperaturile de deformare sunt mai ridicate. Trebuie evitată ferita de peste 2...4% care prin diferența de plasticitate față de austenită duce la ruptură în metal.

Oțelurile martensitice – pot fi deformate la cald cu precauția unei răciri lente după laminare, pentru a se evita călirea în aer.

2.1.3 Parametrii tehnologici ai tratamentului termic

Indiferent de tipul de tratament termic (recoacere, călire, revenire, durificare structurală, etc), trebuie aleși corect următorii parametrii tehnologici:

- viteza de încălzire;
- temperatură și durata încălzirii;
- sau gradul de subrăcire,

pentru a asigura transformările structurale dorite sau pentru a diminua tensiunile interne și pentru a reface granulația materialului.

Natura materialului, tipul de tratament termic, natura mediului de încălzire sau de răcire, dimensiunile și configurația pieselor pot influența ciclul de încălzire-răcire obținându-se ciclograme specifice (figura 2.7).

Pentru piese de formă simplă și fabricate din materiale cu bună conductivitate termică se recomandă ciclograma din figura 2.7.a, iar pentru cele de formă complexă și materiale cu slabe conductivități termice se recomandă ciclograma complexă din figura 2.7.b. De asemenea răcirile aplicate pot fi anizoterme (figura 2.7) curbele 1 sau izoterme, curbele 2, sau pot avea caracter anizoterm, cu răcirea de medii refrigerante (tratament la temperaturi joase - curba 3).

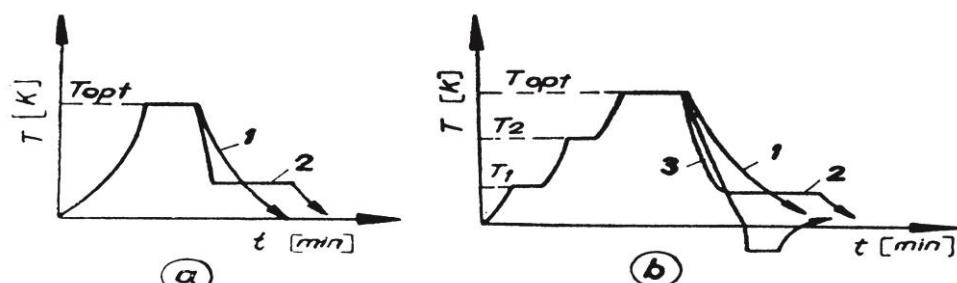


Figura 2.7 Ciclograme de tratament termic al oțelurilor [101]

Alegerea vitezei de încălzire se face în funcție de proprietățile fizice și mecanice ale materialului, respectiv în funcție de tipul de tratament termic (recoacere, călire)

$$v_{inc} = \frac{c \cdot a \cdot R_a}{\beta \cdot E \cdot x^2} \left[\frac{o}{s} \right] \quad (2.1)$$

unde: $c = 5,6$ pentru piese cilindrice și $2,3$ pentru piese cu secțiune pătrată

$a = \lambda / c_p \cdot \gamma$ coeficient de difuzibilitate termică m^2/s

λ - este conductivitate termică, $[J/m \cdot s \cdot K]$

c_p - căldura specifică, $[J/kg \cdot K]$

β – coeficient de dilatație termică, $[m/m \cdot K]$

E – modul de elasticitate, $[daN/mm^2]$

x - grosimea de calcul, în cazul încălzirii bilaterale este $\frac{1}{2}$ din cea minimă a piesei [m]

R_a – rezistență admisibilă la rupere, $[daN/mm^2]$

Temperatura de încălzire se alege în funcție de natura materialului și de tipul de tratament termic aplicat.

Temperaturatura optimă de încălzire trebuie să asigure punerea în soluție a componentelor aliajului sau să activeze procesele de difuzie a elementelor de aliere. Durata încălzirii are trei componente principale: încălzirea propriu-zisă, care depinde de dimensiunile pieselor și de tipul de tratament termic și durata necesară transformărilor de fază. Ca o regulă generală se admite pentru călire o durată necesară transformărilor de fază la încălzire egală $t=1\ldots 3\text{min}$, iar pentru recoacere o durată egală cu $(0,3\ldots 0,5) t_{\text{men}}$ în special la oțelurile aliate cu elemente care formează carburi.

Durata încălzirii propriu-zisă și durata de menținere se determină orientativ prin calcul, folosind criteriile adimensionale .

Alegerea vitezei sau a gradului de subrăcire se face în funcție de natura materialului și tipul tratamentului termic. Pentru răcirile anizotorme se recomandă în cazul recoacerilor viteză de răcire de $0,6\ldots 1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, iar pentru căliri viteză de răcire de $500\ldots 5000^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Valoarea vitezei de răcire se alege de pe diagramele de transformare anizotermă a oțelului, iar gradul de subrăcire se alege de pe diagramele de transformare izotermă ale oțelului respectiv [91, 101].

2.2. Tratamente termice specifice oțelurilor inoxidabile martensitice

Oțelurile inoxidabile martensitice se supun unei game de operații de tratament termic, ca și oțelurile obișnuite:

-recoaceri, căliri, reveniri

A.

Recoace

rea

Se aplică recoacerea completă sau incompletă în scopul prelucrabilității oțelului, dar cu scăderea durătății.

Oțelurile inoxidabile înalt aliate au o conductibilitate termică scăzută. Își pentru a nu se crea tensiuni interne importante, viteză de încălzire este mică, aproximativ $0,6 \text{ mm/min}$. Este necesară menținerea la temperatura de regim (cca 5 min/mm). Răcirea se face în cuptor până la 600°C și apoi în aer.

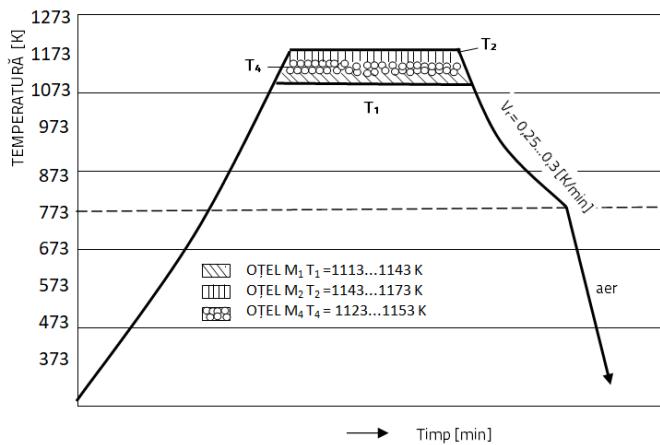


Figura 2.8 Recoacerea completă a oțelurilor inoxidabile martensitice [91, 101]

Recoacerea incompletă

Durata de menținere este de 3-8 min/mm la temperaturi de încălzire sub A_1 . Răcirea se face lent în aer liniștit. Pentru oțelurile inoxidabile, recoacerile generează durată între 140-250 HB [90, 100].

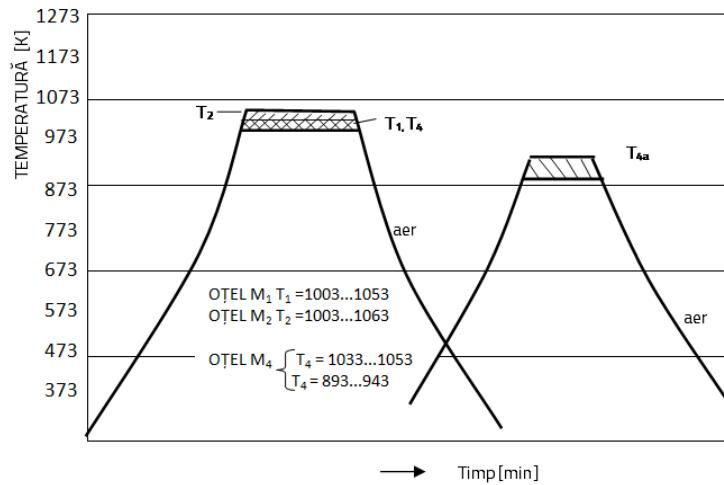


Figura 2.9 Recoacerea incompletă a oțelurilor inoxidabile martensitice [91, 101]

B . Călirea și revenirea oțelurilor inoxidabile

Călirea

Trebuie să se aibă în vedere compoziția chimică mai specială și conductivitatea termică scăzută a oțelurilor inoxidabile, drept pentru care se recomandă:

- Temperaturi de încălzire cuprinse între $950\text{--}1100^\circ\text{C}$ în funcție de tipul oțelului;
- Încălzirea directă până la temperatura de austenitizare, dar cu viteză sau încălzire în trepte cu una sau două preîncălziri;
- Răcirea se face în ulei încălzit la $40\text{--}90^\circ\text{C}$. Piezile complexe se răcesc în aer.

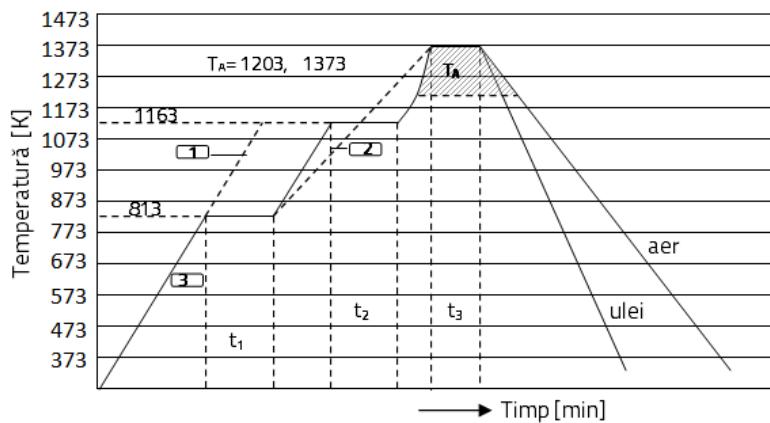


Figura 2.10 Graficul de tratament termic de călire a oțelurilor inoxidabile martensitice/147 st [91, 101]

Revenirea de detensionare

Se face la $150\text{--}450^{\circ}\text{C}$ cu o durată de 4 ore. Oferă proprietăți bune: duritate, reziliență, rezistență la coroziune.

Revenirea la temperaturi ridicate

Se face la $600\text{--}700^{\circ}\text{C}$ cu timp de menținere de 1-4 ore și răcire în aer și ulei.

Revenirea la temperaturi înalte este specifică oțelurilor cu conținut mic de carbon. La oțelurile cu conținut ridicat de carbon este necesară aplicarea revenirii imediate pentru prevenirea fisurilor și microfisurilor.

Influența temperaturii de austenitzare asupra durității oțelurilor inoxidabile martensitice se observă în figura 2.11.

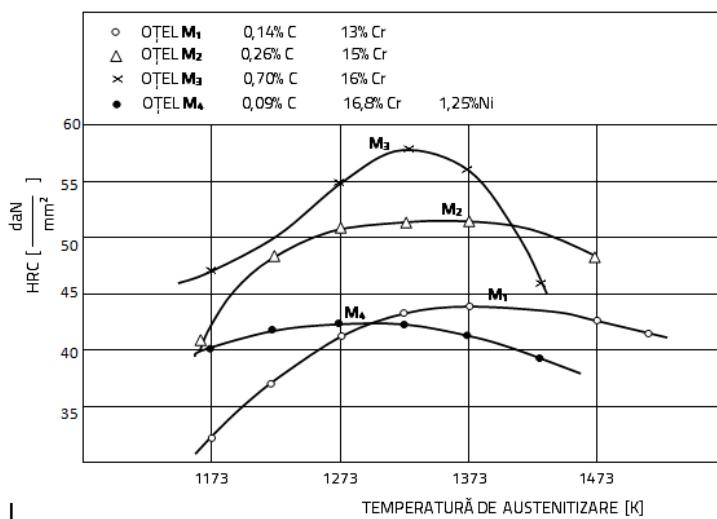


Figura 2.11 Influența temperaturii de austenitzare asupra durității oțelurilor inoxidabile martensitice [91, 101]

Diagramele de transformare a austenitei la răcire anizotermă pentru diverse oțeluri martensitice prezintă diverse aspecte , în funcție de compoziția oțelului. Pentru oțelurile aliate cu crom și având conținuturi diferite de carbon, diagramele CCT prezintă aspectul din figurile 2.12 și 2.13 [102]

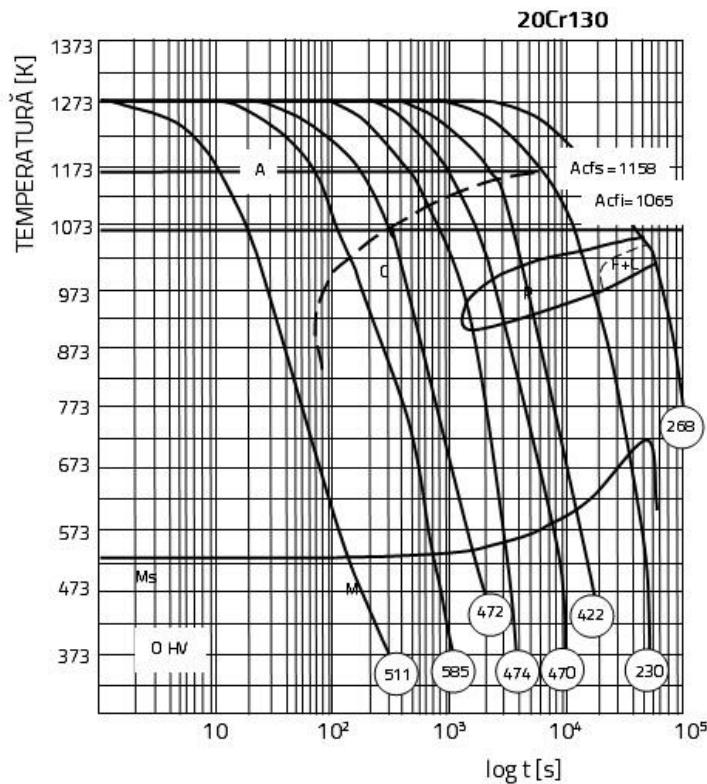


Figura 2.12 Diagrama CCT a oțelului 20Cr130 [102]

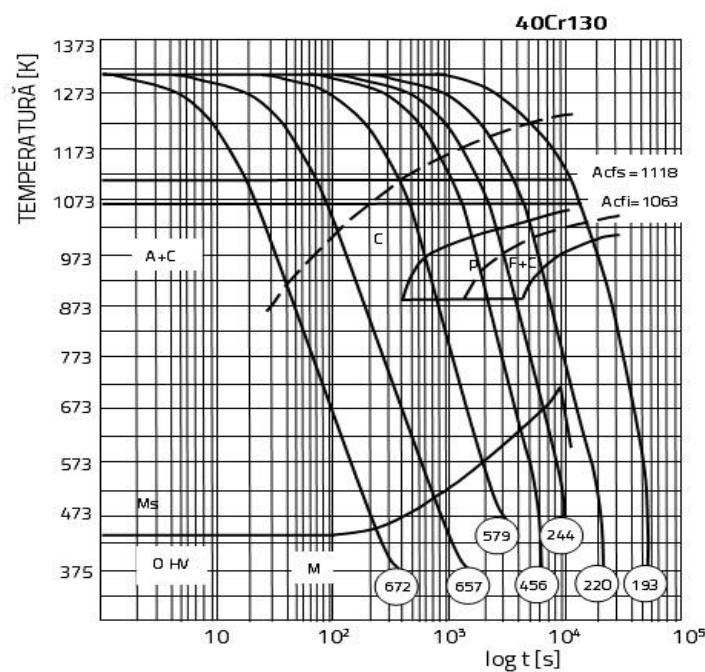


Figura 2.13 Diagrama CCT a oțelului X40Cr13 [102]

2.2.1. Tratamente termice aplicate oțelurilor inoxidabile feritice

A. Durificarea structurală

Durificarea se obține prin precipitarea unor carburi fine de crom prin procese de încălzire și răcire (figura 2.14).

Se poate realiza prin două procedee:

-Varianta 1: încălzire la $t > 1100^{\circ}\text{C}$ urmată de răcire în apă sau aer.

-Varianta 2: încălzire la $400-500^{\circ}\text{C}$ urmată de o perioadă mare de menținere și răcire ulterioară în aer [90, 100].

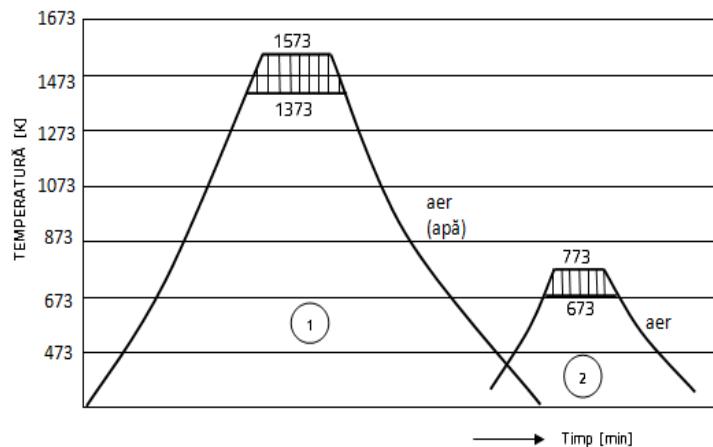


Figura 2.14 Ciclurile termice de durificare structurală a oțelurilor inoxidabile feritice [91, 101]

B.Recoacerea

Pentru îmbunătățirea proprietăților tehnologice și pentru îmbunătățirea rezilienței produselor deformate plastic se aplică recoacerea de recristalizare (figura 2.15).

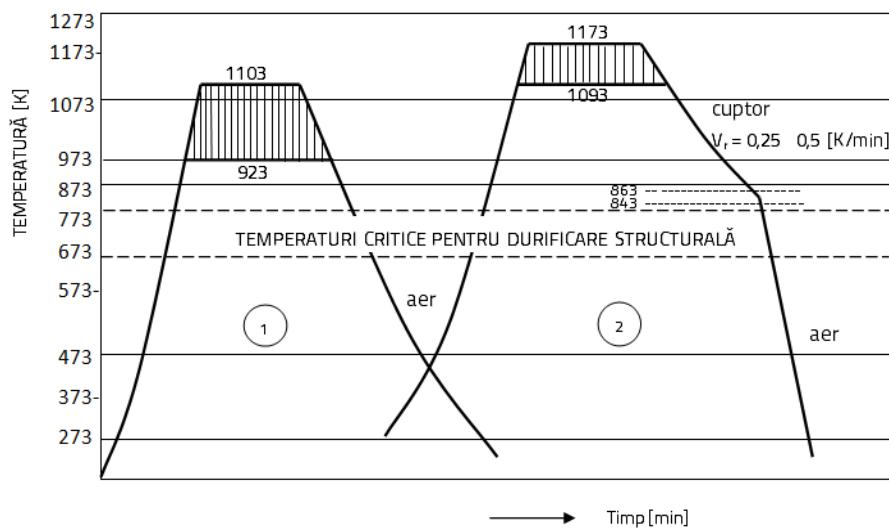


Figura 2.15 Cicluri termice de recoacere de recristalizare a oțelurilor inoxidabile [91, 101]

1. Pentru grade medii de deformare
2. Pentru grade mari de deformare

Recoacerea constă în încălzire la 700- 900°C cu răcire ulterioară în aer. Scopul recoacerii este înălțarea durificării structurale. Se micșorează duritatea, dar nu crește reziliența.

2.2.3. Tratamente termice aplicate oțelurilor inoxidabile austenitice

Tratamentele termice specifice acestor oțeluri (de tip 18-8) sunt:

- recoacerile - de detensionare și recristalizare;
- de sensibilizare la coroziune intercristalină;
- călire de punere în soluție.

Recoacerea de detensionare și recristalizare

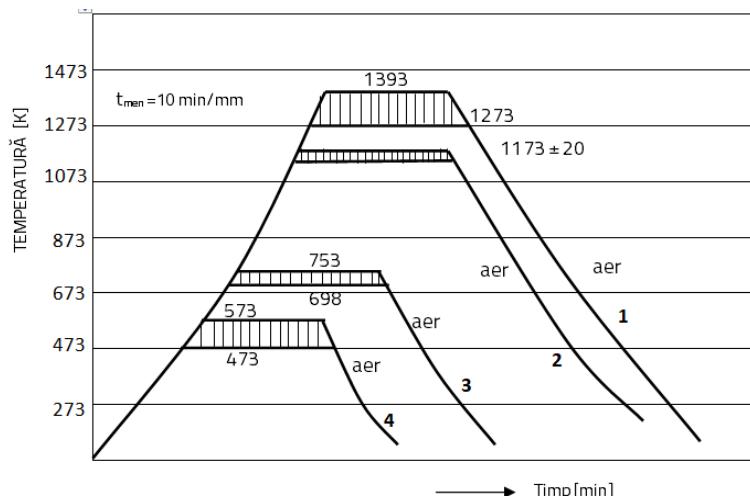


Figura 2.16 Recoacerile aplicate oțelurilor inoxidabile austenitice [91, 101]

Recoacerile 1 și 2 se aplică oțelurilor ce lucrează în condiții severe (medii puternic corozive și solicitări mecanice).

Recoacerile 3 și 4 conduc la creșterea limitei de elasticitate și a dilatației dimensionale.

Recoacerea de sensibilizare

Se aplică oțelurilor inoxidabile austenitice în vederea determinării intervalului critic de temperaturi la care apare coroziunea intercristalină.

Se construiesc diagrame TTS (temperatură-timp-sensibilizare) care arată intervalul de temperaturi critice și duratele de menținere în care apare o sensibilizare mai mare la coroziunea intercristalină. Separarea carburilor pe limita de grăunte se produce prin sărăcirea limitei în crom. În cadrul cercetărilor viitoare voi aborda și fenomenul de coroziune intercristalină a oțelurilor austenitice. La nitrurarea oțelurilor austenitice se recomandă o temperatură de regim mai joasă pentru a se evita procesele de precipitare care conduc la coroziunea intercristalină.

Călirea de punere în soluție

Se urmărește creșterea rezistenței la coroziune și stoparea coroziunii intercristaline. Încălzirea la temperaturi înalte de 900-1200⁰ C asigură dizolvarea fazelor precipitate, iar răcirea doar în apă împiedică precipitarea lor.

2.2. Tratamente termochimice

Nitrurarea în plasmă

Procesul de nitrurare în câmp electrostatic

Analiza din punct de vedere energetic a reacției de descompunere a amoniacului în condiția încălzirii prin radiație indică faptul că hemosorbția se declanșează odată cu apariția ionilor negativi ai amoniacului. Explicația fenomenului este legată de faptul că hemosorbția ionului negativ de amoniac de tip NH₃⁻, urmată de descompunerea lui pe suprafața adsorbantă, are loc cu un consum minim de energie (la formarea ionului negativ NH₃⁻ ca rezultat al alipirii electronului are loc cu degajare de energie 2,8 eV).

Formarea acestor ioni negativi, ca urmare a transferului de electroni între suprafața materialului metalic și moleculele de gaz, este posibilă datorită existenței la suprafața metalului a așa-numitului "strat dublu" electric compus din norul de electroni și stratul imediat următor încărcat pozitiv (în ansamblu materialul nu prezintă potențial electric). În limitele acestui strat se produce schimbarea potențialului de la plus (metalul) la minus (limita metal-gaz). Prezența acestui strat este generată de mai multe cauze. În primul rând, electronii ajunși la suprafața interioară a metalului sunt

reflectați de aceasta și, datorită energiei lor cinetice, ei continuă să se deplaseze în virtutea inertiei în raport cu suprafața. În plus, la suprafață nu este compensat echilibrul electric al rețelei, fapt care conduce la ridicarea concentrației în electroni [19].

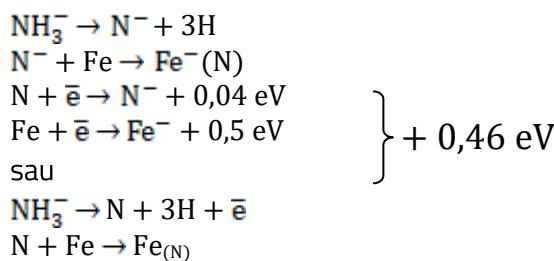
Energia necesară pentru ieșirea electronilor din suprafața metalică și depășirea barierei de potențial se compune din:

-energia termică a electronilor în metal ($\bar{\epsilon}_J$);

-energia cinetică a moleculei cedată electronului prin ciocnirea acesta cu suprafața metalică $KT = \frac{m(j)^2}{2}$

- afinitatea de electron a moleculelor de gaz (S).

Electronii, accelerati în spațiul interelectroodic, bombardează suprafața anodului și reclamă o emisie electronică secundară. În urma contactului dintre ionul negativ NH_3^- și suprafața metalică a anodului (piesei), el se descompune după unul din următoarele mecanisme [19]:



Energia ionilor crește considerabil ca urmare a aplicării câmpului electrostatic și este în interdependență cu mărimea intensității câmpului electrostatic (E), temperatura ($T \circ K$) și afinitatea de electroni a moleculei de gaz (S) [19].

$$\Delta W = E\lambda + KT + S \text{ unde } \lambda = \lambda_0 \frac{T_i}{T_0} \text{ mărimea drumului liber al ionului } (\lambda_0 = 12,8 * 10^{-8} \text{ m în condițiile } T_0 = 293^\circ K \text{ și } p = 760 \text{ torr) atmosfera: } NH_3 [19].$$

Procentul maxim de ioni negativi se obține la intensități ale câmpului electrostatic capabile să furnizeze procentul maxim de electroni cu energii echivalente energiei de ieșire a electronilor din suprafața materialului metalic. Dependența numărului mediu de electroni având energii echivalente energiei de ieșire a electronului din suprafața materialului metalic (3,0 eV pentru eOg) de intensitatea câmpului electrostatic prezintă un caracter extremal.

Dispersia Maxwell a electronilor în funcție de energie dă posibilitatea limitării intervalului de intensități ale câmpului electrostatic în care energia electronilor este echivalentă energiei de ieșire. Acest interval pentru temperatura de $560^\circ C$ este delimitat de valorile $E=2,16*10^5-2,88*10^5 \text{ V/M}$ pentru un factor geometric $\frac{R}{r} = 1,4$, unde:

R este diametrul electrodului exterior;

r – diametrul electrodului interior (piesa) [19].

Comportarea amoniacului în timpul încălzirii

Reacția de bază, al cărei echilibru caracterizat prin valoarea constantei sale de echilibru singura valoare potențialului de azot al atmosferei de amoniac, este:



Fundamentarea teoretică a posibilităților și modului în care se apreciază capacitatea de nitrurare o constituie calculele termodinamice. Este cunoscut faptul că termodinamica operează cu mărimi de stare. Avându-se în vedere acest lucru, mecanismul, deci modul în care se realizează o anumită transformare, pare lipsit de importanță. Una dintre aceste mărimi este constanta de echilibru a unei reacții. Calculele termodinamice fac legătura prin intermediul constantei de echilibru a reacției (1), K_{p1} între parametrii fazei gazoase (presiunea parțială a amoniacului, gradul de disociere) și concentrația azotului în stratul superficial, exprimată în cazul saturării soluției solide α sau Y prin activitatea termodinamică [21]:

$$K_{p1} = \frac{a_N^{\alpha Y} * P_{H_2}^{3/2}}{P_{NH_2}} \quad (2)$$

Unde $a_N^{\alpha Y}$ este activitatea termodinamică a azotului în ferită, respectiv austenită; P_{NH_2} , P_{H_2} – presiunile parțiale ale amoniacului, respectiv hidrogenului.

Tabelul 2.2 și ecuația (2) exprimă valorile constantelor ce caracterizează echilibrul amoniacului cu austenia (stare standard nituraș).

Tabelul 2.2: Dependența de temperatură a constantei de echilibru a reacției (3) [21]

$T_0^{\circ C}$	660	720	810	827	827	927
K_{p1}	8,13	9,43	11,23	12,10	12,60	13,20

$$\log a_N^Y = \log \frac{N_N}{1-5N_N} - \frac{747}{T} + 1,453 \quad [21] \quad (3)$$

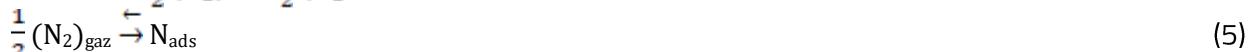
Unde: a_N^Y este activitatea termodinamică a azotului în austenită;

N_N – concentrația azotului în austenită, % at;

T – temperatura, °K

Datorită solubilității extrem de scăzute a azotului în ferită, echilibrul sistemului $NH_3 - N_2 - H_2 - F_e$ este mult mai puțin studiat. Datele referitoare la constanta de echilibru a reacției descompunerii amoniacului și legat de ele datele privind activitatea termodinamică a azotului în ferită au, din această cauză, în calcule o utilizare mult mai restrânsă.

Se menționează faptul că valorile din tabelul 1 ale constantei de echilibru a reacției (1) sunt valorile experimentale [3], dar apropiate de cele ce se pot obține prin calcul pe baza reacțiilor [21]:



Particularități ale transferului de căldură și de masă la nitrurarea în plasmă

O analiză de transfer de căldură în plasma descărcărilor luminiscente indică o serie de aspecte specifice care nu au fost luate în considerare. Astfel, temperatura produsului încălzit prin bombardamentul ionilor pozitivi este rezultatul acumulărilor de căldură Q_a , în timpul procesului. Această cantitate de căldură rezultă din diferența dintre căldura transmisă corpului prin cedarea de către ioni a energiei lor de mișcare Q_a , (proporțională cu aria suprafeței produsului) și căldura cedată mediului exterior (din incinta instalației) prin radiație Q_r , datorită faptului că temperatura piesei este mai mare decât temperatura mediului, care o înconjoară [20]:

$$Q_a = Q_b - Q_r \quad (3)$$

Creșterea suprafeței laterale a produsului influențează pozitiv temperatura, prin creșterea cantității de energie Q_b și negativ, prin creșterea cantității de căldură pierdută prin radiație Q_r , care duce la creșterea temperaturii mediului din jurul piesei. În cazul în care volumul piesei este mare (piese masive), preponderent devine fluxul de căldură de la suprafață spre interiorul piesei (Q_a crește ducând la creșterea temperaturii), iar când volumul piesei este mic, important devine fluxul de la suprafață piesei către mediul înconjurător (Q_r crește ducând la scăderea temperaturii piesei). Acest mecanism, deși simplu și evident, a putut fi pus în evidență, după cum s-a arătat, numai în modelarea produsului de încălzire [20].

Pe baza acestor date și având în vedere faptul că grosimea stratului nitrurat în plasmă crește o dată cu proporția de hidrogen (în limitele 0-25%), se poate aprecia faptul că nici radicalii pozitivi de azot (N_2^+) și nici amoniac (NH_3^+) nu produc nitrurarea. Adsorbția azotului de către suprafața metalului se realizează numai prin bombardamentul radicalilor NH_4^+ și N_2H^+ [20].

Tabelul 2.3 Mecanismul de adsorbție a azotului [20]

Nitrurare în plasmă
$(NH_3)_{gaz} \rightarrow (NH_3^+)_{gaz} + \bar{e}$
$(NH_3^+)_{gaz} \rightarrow (NH_3^+)_{ads}$
$(NH_3^+)_{ads} \rightarrow (N^+)_{ads} + (\frac{3}{2} H_2)_{ads}$
$(N^+)_{ads} + \bar{e} \rightarrow (N)_{ads}$
$(\frac{3}{2} H_2)_{ads} \rightarrow (\frac{3}{2} H_2)_{gaz}$

În tabelul 2.3 este prezentat mecanismul ionic al adsorbției azotului în suprafața metalică. Analizând în paralel acest mecanism pentru cele două procedee principale de nitrurare: în gaz și în plasmă, se constată o asemănare perfectă în ceea ce privește transferul de masă din fază gazoasă în fază solidă (are loc adsorbția în stare ionizată a radicalilor de tip N_mH_m). Diferența constă în felul ionilor

produși la interfața gaz-metal: negativi, în cazul nitrurării gazoase, produși prin alipirea unui electron rezultat prin emisie (electronică) la molecula radicalului N_mH_n , și pozitivi în cazul străpungerii de către electronii emiși de metalul în jurul căruia se produce descărcarea; aceștia sunt accelerati în câmpul electrostatic al moleculelor radicalilor N_mH_n , expulzând un electrod din molecula acestui radical. Electronul emis, metalic, în funcție de nivelul de energie pe care îl posedă, ionizează moleculele radicalilor N_mM_n care în această stare sunt adsorbiți în suprafața produsului metalic.

Influența câmpului electrostatic se manifestă asupra proceselor de adsorbție, influență care afectează în principal grosimea zonei de compuși și foarte puțin adâncimea totală de nitrurare. Eficiența tehnică și economică a procesului de nitrurare în plasmă este determinată de:

- Posibilitățile mai mari de reglare a potențialului de nitrurare și, deci, a structurii stratului nitrurat;
- Scăderea consumului de energie, ca urmare a încălzirii pieselor fără retortă, fără zidărie etc;
- Micșorarea consumului de amoniac;
- Micșorarea duratei totale a ciclului de nitrurare, ca urmare a micșorării duratei de răcire; această reducere este importantă, ținând seamă de faptul că, după nitrurare, piesele se răcesc în instalație în curent de amoniac [20].

Fenomene care apar în instalația de nitrurareionică

Caracteristicile – intensitate de descărcare (I_d) și tensiune de descărcare (U_d) variază conform figurii 2.17 de unde rezultă următoarele porțiuni [60]:

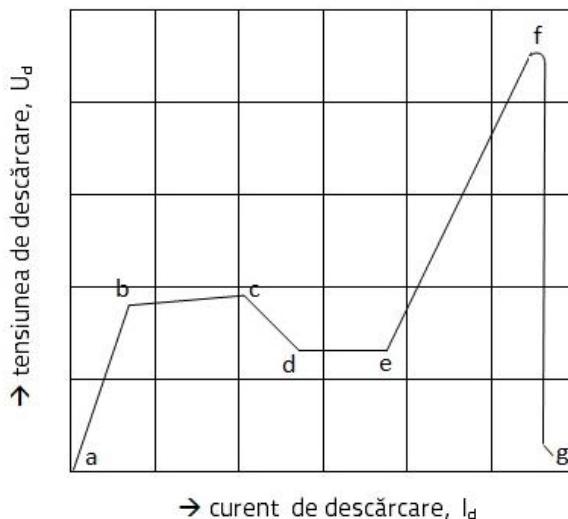


Figura 2.17 Caracteristica Volt-Amper a unei descărcări în gaze rarefiate [60]

bc- descărcarea dependentă întunecată

cd- în punctul „c” are loc aprinderea descărcării, dar care nu cuprinde întregul catod

de-descărcarea luminiscentă normală, zonă în care descărcarea nu depinde de intensitatea curentului și de presiunea gazului, în punctul „e” întregul catod devine luminiscent

ef- descărcare luminiscentă anormală – la depășirea punctului „e” prin mărirea curentului are loc și creșterea tensiunii de descărcare

fg- descărcarea în arc- ce trebuie evitată

Fenomenele care au loc în instalația de nitrurare ionică:

Emisia electronică primară – electronii de valență a catodului căpătând o energie suplimentară părăsesc suprafața catodului.

La ionizarea și emisia electronică secundară electronii au părăsit catodul sunt accelerati de către câmp, lovesc moleculele gazului, ionizându-le.

Bombardarea catodului- moleculele de gaz ionizate, devenite deci ioni pozitivi sunt accelerate spre catod , îl lovesc și pierd energia cinetică. Energia cinetică a ionilor este consumată pentru:

-încălzirea suprafeței catodului (pieselor) la $490 - 550^{\circ}\text{C}$ nefiind necesară o altă încălzire

absorbția moleculei de gaz, proces ce are loc relativ ușor având în vedere energia suplimentară a moleculelor ionizate și accelerate;

-pulverizarea catodică, aceasta constând în dizlocarea de atomi al catodului (Fe, N elemente de aliere) și trimiterea lor în spațiul plasmei; orientativ, se apreciază că adâncimea stratului (pulverizat) în unitatea de timp la nitrurarea oțelurilor carbon în atmosferă de amoniac disociat este:

$$g = (1,4 \dots 1,6) [\mu\text{m}/\text{h}]$$

În apropierea catodului au loc o serie de reacții chimice, având ca efect formarea radicalilor NH^+ , NH_2^+ sau FeN^+ (din atomii de fier rezultați din pulverizarea catodică). Această gamă variată de molecule ionizate explică accelerarea proceselor de absorbție și difuziune de la nitrurarea ionică [60].

CAPITOLUL 3

MATERIALE, UTILAJE ȘI APARATURĂ UTILIZATE LA ÎNCERCĂRI

3.1. Materiale metalice. Caracteristici. Epruvete

Cele două oțeluri inoxidabile martensitice 40Cr 130 și 20Cr 130, propuse pentru studiul experimental sunt prezentate mai jos:

Oțelul 40Cr130

Oțelul 40Cr 130 (X39Cr13) este un oțel inoxidabil martensitic. Compoziția chimică a oțelului este prezentată în tabelul 3.1. La deformarea plastică la cald a acestui oțel nu este permisă depășirea limitelor de temperatură. Are loc o creștere periculoasă a grăunților cristalini, împreună cu o precipitare a rețelelor de carburi în jurul grăunților, ceea ce reduce duritatea, alungirea și tenacitatea oțelului călit.

Capacitatea de prelucrare prin aşchieri nu diferă față de oțelurile de îmbunătățire. Se poate lustrui la luciu oglindă. Nu se poate suda în condiții obișnuite. Proprietățile mecanice ale oțelului 40Cr130 sunt prezentate în tabelul 3.2. Cea mai bună rezistență la coroziune se obține în stare călăț și cu suprafața lustruită la luciu oglindă. Prezintă rezistență la coroziune în apă, aer și abur. Se utilizează mai frecvent pentru instrumente de tăiere în industrie, de uz casnic, precum și pentru instrumente medicale.

Oțelul 20Cr130

Această marcă este un oțel inoxidabil martensitic. Compoziția chimică este prezentată în tabelul 3.3. Domeniul de utilizare este unul care necesită din partea oțelului 20Cr130 proprietăți mecanice ridicate, dar și chimice, deoarece intră în contact cu apă sau cu aburul. Spre exemplu, este folosit pentru confectionarea instrumentelor chirurgicale (clești sau forceps), paletele de turbină, scaune conice ale supapelor, axe.

Oțelul X5CrNi18 10

Oțelul X5CrNi18 10 este un oțel inoxidabil austenitic. Oțelul austenitic tratat termic prin călire de punere în soluție (în regim optim) a fost supus termic la diferite niveluri de temperaturi, durate de menținere și răcit în aer. S-au folosit următoarele regimuri: 500...900°C/3...180 minute/aer și după prelucrarea rezultatelor, s-a construit diagrama TTS (temperatură, timp, sensibilizare) [104]

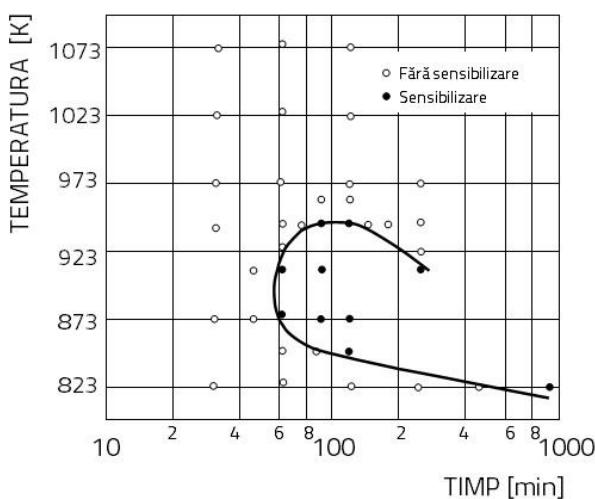


Figura 3.1 Diagrama TTS pentru oțelul X5CrNi 1810 [144]

Oțelul austenitic este sensibil la coroziune intercristalină la încălziri în intervalul de $600\ldots900^{\circ}\text{C}$. Coroziunea intercristalină se instalează după durație de încălzire de 3 minute la 750°C , iar la temperaturi mai ridicate apare dezagregarea grăunților. La prelucrarea termică a acestui oțel, recomandarea este a se evita menținerea de lungă durată (peste 5 minute) în intervalul de temperaturi de: $700\ldots900^{\circ}\text{C}$ [103, 104].

Epruvete utilizate la cercetările experimentale:

Epruvete pentru determinarea duratăii în urma tratamentelor termice aplicate au dimensiunea :

Φ 40 mm, grosime 15 mm

Epruvete pentru determinarea rezilienței în urma tratamentelor termice aplicate: **(10x 10x 55) mm**

Epruvete pentru determinarea duratăii în urma tratamentelor termice au dimensiunea:

Φ 20 mm X 15 mm

Confecționarea acestor epruvete din oțel inoxidabil martensitic 40Cr130 și 20Cr130 a fost realizată la SC UPRUC CTR Făgăraș în atelierul de prelucrări mecanice. Deasemenea programul de încercări comparative cât și tratamentele termice aplicate preliminare le-am făcut în cuptoarele fabricii, respectiv laboratul acesteia.

Epruvetele din acest tip de oțel, cu dimensiunea de: **Φ 20 mm X 10 mm**, le-am confectionat la societatea de prelucrări mecanice SC Denico SRL Făgăraș. Pentru încercarea la coroziune, epruvetele din oțelul X5CrNi18 10 (1.4301) au fost stabilite la dimensiunea 20 X 20 mm fiind confectionate din platband de 4 mm. Am stabilit loturi de epruvete pentru toate încercările de coroziune, uzare, dar și pentru microscopie.

Pentru cercetările experimentale criogenice s-au utilizat epruvete standardizate Charpy V, prelucrate mecanic la SC Denico SRL Făgăraș.

3.2. Utilaje necesare încercărilor experimentale

3.2.1 Instalația de nitrurare în plasmă - NITRION 10 (de la SC PLASMA TERM SRL Tg Mureș) este prezentată în figura 3.3.

Instalațiile de nitrurare în plasmă NITRION 10 sunt destinate pentru realizarea tratamentului termochimic de nitrurare, nitrocarburare a pieselor de mașini, pentru elaborarea unor tehnologii specifice de nitrurare și pentru studiul nitrurabilității oțelurilor.



Figura 3.3. Instalație NITRION 10 – Nitrurarea ionică a oțelurilor studiate
(SC PLASMA TERM SRL Tg Mureș)

Nitrurarea în plasmă se realizează prin stabilirea unei descărăcări luminescente între piesa de tratat și peretele retortei, piesa fiind catodul, iar peretele retortei fiind anodul intervalului de descărcare.

Descărarea luminescentă este un fenomen fizic legat de trecerea curentului electric prin gaze de joasă presiune. Parametrii fizici de care depinde descărarea sunt următorii:

- tensiunea aplicată intervalului de descărcare;
- presiunea și compoziția gazului;
- distanța anod-catod.

Tabel 3.8. Parametrii tratamentului de nitrurare ionică (în plasmă) - Test 1.

Otel inoxidabil: X5CrNi18 10 (1.4301)	
Compoziția gazelor	NH ₃ -Amoniac cracat la 750 °C
Menținere la temperatură	~20h
Presiune	2.5-3.5mbar
Temperatura de menținere	420+/-10 °C
Grosimea stratului depus	30-60 µm

Tabel 3.9. Parametrii tratamentului de nitrurare ionică- (în plasmă) - Test 2

Otel inoxidabil: 40Cr130, 20Cr130	
Compoziția gazelor	NH ₃ -Amoniac cracat la 750 °C
Menținere la temperatură	~20h
Presiune	2.5-3.5mbar
Temperatura de menținere	520+/-10 °C
Grosimea stratului depus	0,2 -0,3 mm

3.4. Direcții de cercetare

1. Determinarea și compararea duratării și a energiei de rupere pentru oțelurile 40Cr130 și 20Cr130 în urma tratamentelor termice de recoacere, pentru comparație cu stările de după tratamentul termic.
2. Analiza modificărilor structurale, compararea duratării și a energiei de rupere pentru oțelurile 40Cr130, 20Cr130 și X5CrNi18 10 după tratamentele termice. Oțelul austenitic se supune călirii pentru punere în soluție urmată de îmbătrânire artificială, iar oțelurile martensitice la clire cu revenire ulterioară.
3. Determinarea parametrilor la încercarea la uzare pentru oțelurile 40Cr130, 20Cr130 și X5CrNi1810 prin metoda „Pin on disk”.
4. Determinarea vitezei de coroziune și a vitezei de uzare, la testarea la coroziune pentru oțelurile 40Cr130, 20Cr130 și X5CrNi1810 prin metoda potențiosstatică. Am studiat coroziunea superficială pentru oțelurile stabilite.
5. Determinarea energiilor de rupere pentru oțelurile 40Cr130 și 20Cr130 după tratament criogenic.
6. Evidențierea prin imagini SEM a modificărilor structurale pentru oțelurile 40Cr130, 20Cr130 și X5CrNi18 10 în urma tratamentelor termice și termochimice.

7. Analiza EDS a elementelor de aliere din compoziția chimică a oțelurilor inoxidabile înalt aliate studiat

CAPITOLUL 4

ÎNCERCĂRI EXPERIMENTALE DE TRATAMENTE TERMICE APLICATE OȚELURILOR INOXIDABILE

4.1. Tratamente termice preliminare

Tratamentele termice preliminare sunt aproape fără excepție recoaceri. Clasificarea lor se poate face după mai multe criterii. În funcție de tipul transformărilor: recoaceri fără transformări de fază (sau de ordinul I), recoaceri cu transformări de fază (sau de ordinul II). În funcție de temperatura de recoacere: recoaceri supracritice (complete), recoaceri intercritice (incomplete), recoaceri subcritice. În funcție de scopul (destinația) recoacerii: recoacere de omogenizare, recoaceri de regenerare, recoacere de ameliorare a prelucrabilității prin aşchiere, recoacerea de recristalizare simplă, recoacere de detensionare [87].

4.2 Călirea oțelurilor martensitice

Elementul principal de aliere al acestor oțeluri este cromul, care în concentrație de peste 12%, asociat cu un conținut scăzut de carbon, asigură rezistență la coroziune necesară.

Se utilizează secțiuni plane verticale din diagrama de echilibru ternară Fe-Cr-C la conținuturi constante de Cr pentru stabilirea tratamentului termic.

Alegerea unui interval peste A_{c3} ($\Delta = 100\ldots150^\circ C$) are drept scop dizolvarea carburilor grosolane și o oarecare omogenizare a austenitei. Trebuie avut în vedere faptul că grăuntele austenitic crește relativ repede după ce se depășește temperatura de $950^\circ C$, creșterea fiind mai accentuată în cazul oțelului cu conținut de carbon mai ridicat.

Durata de menținere nu trebuie să depășească 2...3 h (dar cel puțin 1 min/mm de grosime maximă). Trebuie să se folosească temperaturile de călire inferioare.

4.3. Revenirea

Oțelurile cu 12...13% Cr au o rezistență mare la revenire și nu se îmboanează la temperaturi de revenire până la $500^\circ C$, iar cele cu carbon mediu (0,2...0,3 % C) dau chiar un efect de durificare secundară în jurul temperaturii de $500^\circ C$.

Transformarea carburii $(Fe, Cr)_3 C$ în carbura $(Fe, Cr)_7 C_3$ dispersă și coerentă; ulterior creșterea a temperaturii conduce la transformarea în carbura $(Fe, Cr)_{23} C_6$ și la coalescența rapidă la temperaturi de revenire de peste $600^\circ C$.

La aceste oțeluri e posibilă apariția unei fragilități de revenire ireversibilă, numită fragilitate de 475°C . De aceea temperatura de revenire se alege fie de $250\ldots300^{\circ}\text{C}$ (pentru piesele de uzură și coroziune, din oțelurile cu $0,3\ldots0,4\%$ Cr), fie de $400\ldots430^{\circ}\text{C}$ (pentru arcuri din oțelurile cu $0,3\ldots0,4\%$ Cr), fie de $700\ldots750^{\circ}\text{C}$ (pentru piesele cu tenacitate și rezistență maximă la coroziune, din toate categoriile de oțeluri).

Program complet de încercări pentru oțelul 40Cr130

- 1) Recoacere (a doua) – 770°C , menținere 2 ore, răcire în cuptor până la 300°C , răcire în aer
- 2) Călire – 1050°C , menținere 2 ore, răcire în aer
- 3) Recoacere incompletă la temperaturi diferite: 650°C , 700°C , 750°C , urmată de recoacere de detensionare la temperaturi conform tabelului 4.4.

Am dorit ca recoacerea incompletă + recoacerea de detensionare să implice valorile durității și ale rezilienței. Am făcut acest lucru pentru a avea convingerea că tensiunile au fost îndepărtate. Mărirea capacitatii de prelucrare a așchiabilității prin recoacere incompletă, urmată de recoacere de detensionare se face pentru îndepărtarea tensiunilor, după care au fost testate valorile de duritate, respectiv reziliență (în ideea că o parte din produse pot fi utilizate în această stare). Rezultatele obținute la duritate și reziliență au fost comparate cu starea de livrare (recoaptă) F0, cu starea de călire F1, cu a doua recoacere F2 și cu celealte rezultate obținute după recoacerile incomplete F3, F5 și F7 pentru oțelul 40Cr130.

Tabel 4.4. Rezultate de duritate obținute după tratamente termice la oțelul 40Cr130

Nr. probei	Tratament termic								Duritate [HB]
	Recoacerea a doua [$^{\circ}\text{C}$]	Călire [$^{\circ}\text{C}$]	Recoacere incompletă [$^{\circ}\text{C}$]	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	Recoacere de detensionare [$^{\circ}\text{C}$]	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	
F0 Stare de livrare - recop	-	-	-			-	-	-	277
F 1	-	1050	-	2	aer	-	-	-	477
F2	770	-	-	2	În cuptor până la 300°C , apoi	-	-	-	195

					în aer				
F3	-	-	650	2	aer	100	2	aer	195
F5	-	-	700	2	aer	150	2	aer	229
F7	-	-	750	2	aer	200	2	aer	219

Pentru determinarea energiei de rupere am prelucrat mecanic 6 epruvete din oțel 40Cr130. Epruvetele au fost notate G1, G2,...,G6. Rezultatele au fost trecute în tabelul 4.5.

Tabel 4.5. Energia de rupere la oțel 40Cr130 după tratamentul de călire

Proba	Tratament termic								Energia de rupere KCU [J/cm ²]
	Recoacere a doua [°C]	Călire [°C]	Recoacere incompletă [°C]	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	Recoacere de detensionare [°C]	Menținere [ore]	Mediu de răcire	
G1 (stare crudă)	-	-		-	-				46
G2	770	-	-	2	În cuptor până la 300°C, apoi răcire în aer				60
G3	-	1040	-	2	aer				2
G4	-	-	650	2	aer	100	2	aer	16
G5	-	-	700	2	aer	150	2	aer	18
G6	-	-	750	2	aer	200	2	aer	46

Program complet de încercări pentru oțelul 20 Cr130

- 1) Recoacere (a doua)–770°C, menținere 2 ore, răcire în cuptor până la 300°C, răcire în aer.
- 2) Călire – 1050°C, menținere 2 ore, răcire în aer.
- 3) Recoacere incompletă la temperaturi diferite: 650 °C, 700°C, 750°C, răcire în aer.

Rezultatele obținute la duritate și reziliență au fost comparate cu starea de livrare (recoaptă) H0, cu starea de călire H3, cu recoacerea a două H1 și cu celelalte rezultate obținute după recoacerile incomplete H4, H6 și H8 pentru oțelul 20Cr130.

Pentru determinarea duratăii oțelului 20Cr130 am prelucrat 6 epruvete. Au fost notate cu H0, H1, H3, H4, H6, H8. Rezultatele obținute au fost trecute în tabelul 4.6.

Tabel 4.6 Oțel 20Cr130- valori duratăii determinate în urma tratamentelor termice aplicate

Proba	Tratament termic								Duritate [HB]
	Recoacerea a două [°C]	Călire [°C]	Recoacere incompletă [°C]	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	Recoacere de detensionare [°C]	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	
H0 (Stare de livrare)	-	-	-	-		-	-	-	229
H1	770	-	-	2	În cupor până la 300 °C, apoi în aer	-	-	-	187
H3	-	1050	-	2	aer	-	-	-	285
H4	-	-	650	2	aer	100	2	aer	207
H6	-	-	700	2	aer	150	2	aer	198
H8	-	-	750	2	aer	200	2	aer	187

Pentru determinarea energiei de rupere am prelucrat mecanic 6 epruvete din oțel 20Cr130. Epruvetele au fost notate L1, L2,...L6. Rezultatele trecute în tabelul 4.7.

Tabel 4.7 Oțel 20Cr130 - reziliență determinată în urma tratamentelor termice aplicate

Proba	Tratament termic								Reziliență KCU
	Recoacerea a două [°C]	Călire [°C]	Recoacere incompletă [°C]	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	Recoacere de detensionar	Timp de menținere [ore]	Mediu de răcire	

						e [°C]			[J/cm²]
L1 (stare de livrare)	-	-	-	-	-	-	-	-	68
L2	770	-	-	2	în cupitor până la 300°C, apoi răcire în aer	-	-	-	92
L3	-	1050	-	2	aer	-	-	-	6
L4	-	-	650	2	aer	100	2	aer	29
L5	-	-	700	2	aer	150	2	aer	65
L6	-	-	750	2	aer	200	2	aer	60

Tratamente termice și termochimice

În următoarea etapă a cercetării experimentale s-a urmărit modificarea performanțelor celor trei oțeluri luate în analiză ca urmare a aplicării unei succesiuni călire + revenire urmată de nitrurare. În acest context, a fost vizată modificarea durității superficiale, respectiv a rezistenței la coroziune generalizată a acestor oțeluri.

Tratamentele termice au fost realizate la SC UTTIS SA Brașov, ulterior nitrurarea în plasmă la SC PLASMA TERM SA Tg Mureș. Temperatura de nitrurare ionică a oțelurilor martensitice este de 520 °C. Nitrurarea oțelului X5CrNi18 10 s-a realizat la o temperatură mai mică, de 420 °C. Acest lucru se explică prin faptul că soluția solidă γ dizolvă foarte puțin azot în comparație cu soluția solidă α din oțelurile crom.

Analiza structurilor metalografice

Au fost realizate în laboratoarele SC INNA Schaffler SA Brașov la următoarele măriri: 50:1, 100:1, 500:1.

Test points:

No.	Value	Method	X pos. [mm]
1	1428	HV 0.3	0,050
2	1355	HV 0.3	0,100
3	446	HV 0.3	0,200
4	452	HV 0.3	0,300
5	446	HV 0.3	0,400
6	452	HV 0.3	0,500
7	452	HV 0.3	0,600
8	436	HV 0.3	0,700
9	431	HV 0.3	0,800
10	441	HV 0.3	0,900
11	446	HV 0.3	1,000

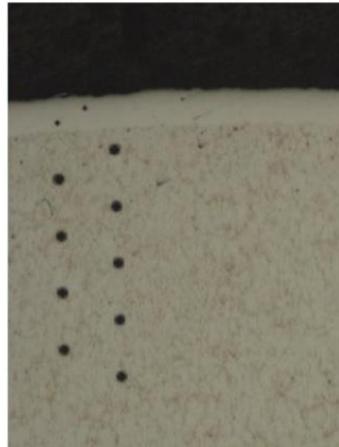
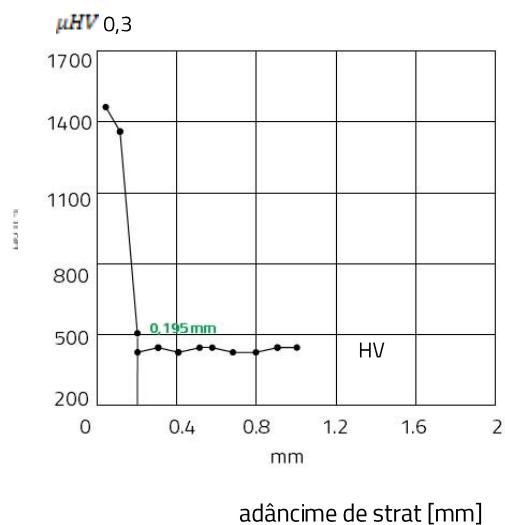


Figura 4.12 Otel 40Cr130 călit în vid la 950°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .

μHV _490HV0,3 = 0,195mm (Duritate miez 440 +50 HV). Adâncimea stratului nitrurat. Reactiv de atac: Murakami. 50:1

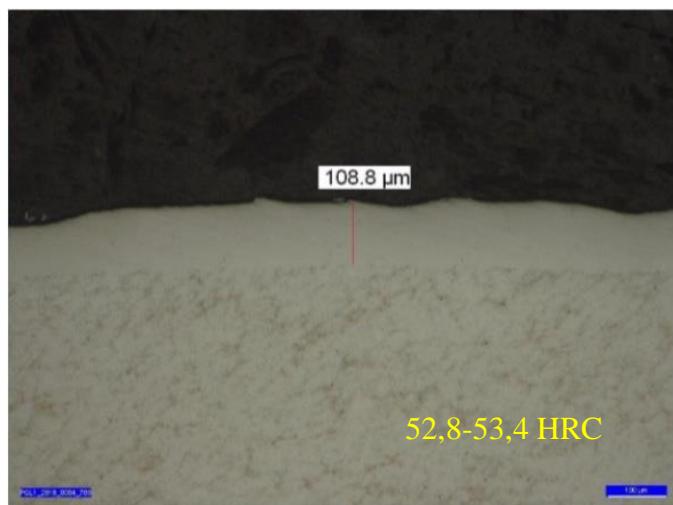


Figura 4.13 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții: călit în vid la 950°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C . Descriere strat nitrurat 108,8μm. Reactiv de atac: Murakami.100:1

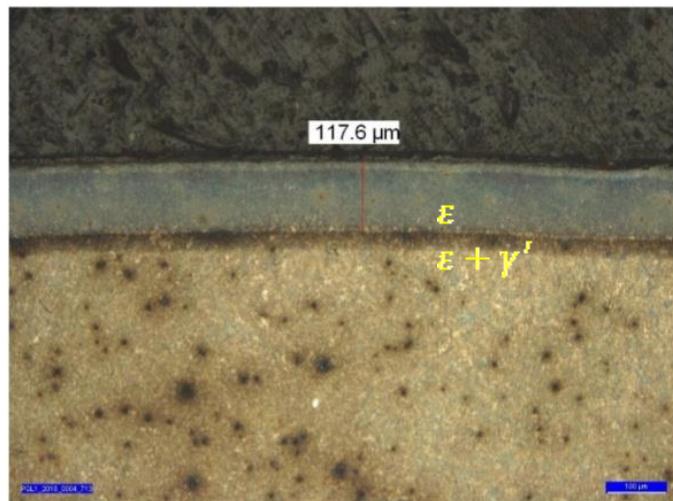


Figura 4.15 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții:
călit în vid la 1040°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .
Descriere strat nitrurat $117,6\mu\text{m}$. Reactiv de atac: apă regală.100:1

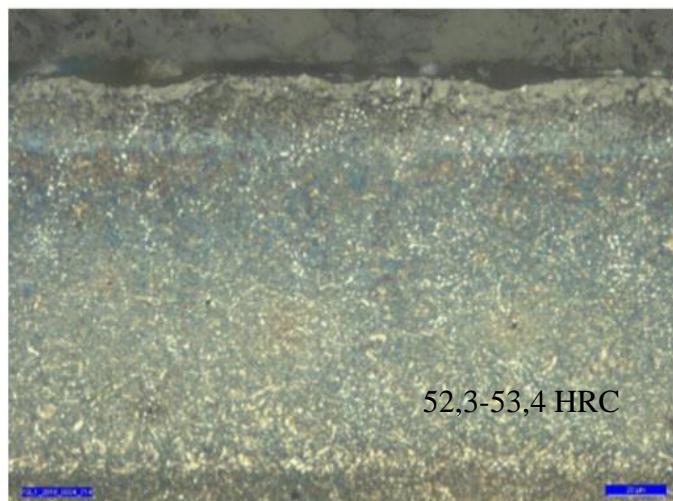


Figura 4.16 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții:
călit în vid la 1040°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .
Descriere strat nitrurat $117,6\mu\text{m}$. Reactiv de atac: apă regală.500:1

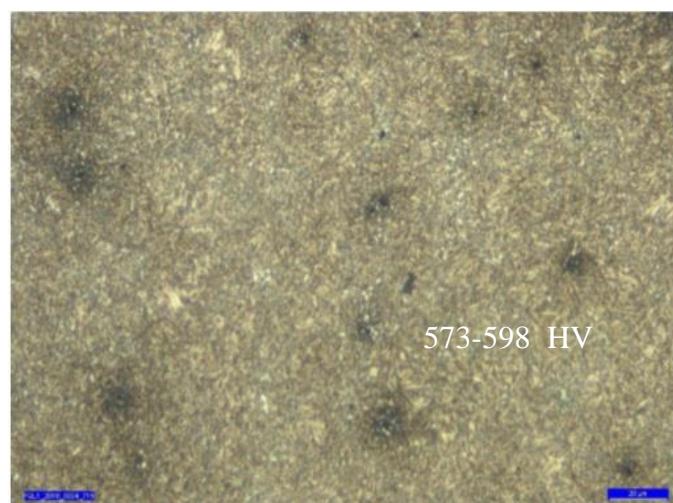
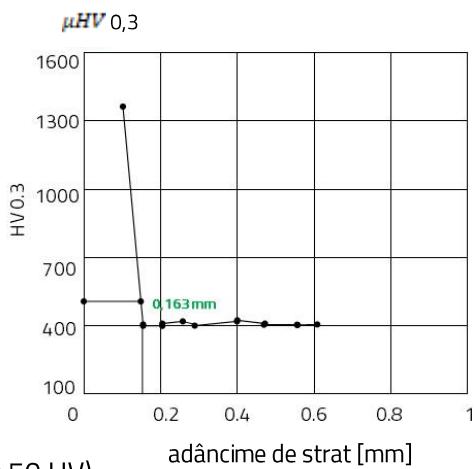


Figura 4.17 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții:
călit în vid la 1040°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .

Descriere miez. Reactiv de atac: apă regală.500:1

Test points:

No.	Value	Method	X pos. [mm]
1	1356	HV 0.3	0,096
2	413	HV 0.3	0,166
3	413	HV 0.3	0,207
4	419	HV 0.3	0,268
5	410	HV 0.3	0,306
6	421	HV 0.3	0,394
7	416	HV 0.3	0,475
8	413	HV 0.3	0,564
9	417	HV 0.3	0,614



μHV _465HV0,3 = 0,163mm (Duritate miez 415 +50 HV)

adâncimea stratului nitrurat

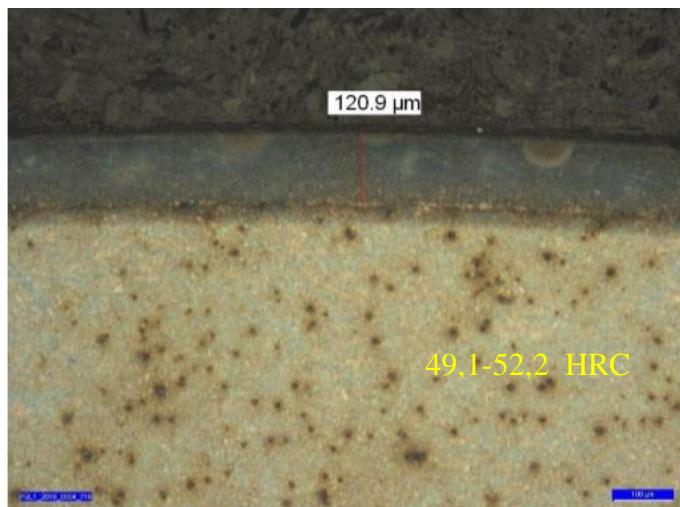


Figura 4.18 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții:
călit în vid la 1100°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .

Descriere strat nitrurat 120,9 μm . Atac: apă regală.100:1

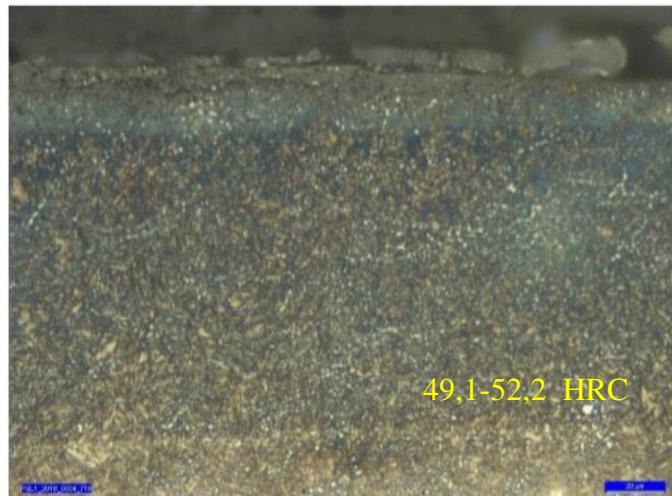


Figura 4.19 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții:
călit în vid la 1100°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .
Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală.500:1

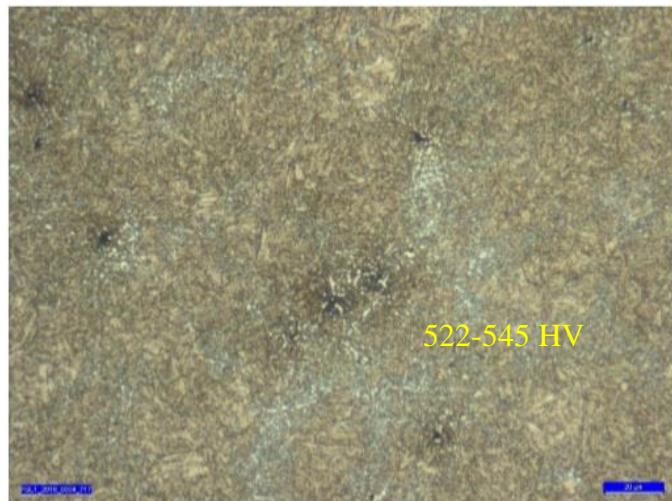


Figura 4.20 Imagine de metalografie optică a oțelului 40Cr130, procesat în următoarele condiții:
călit în vid la 1100°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C .
Descriere miez. Reactiv de atac: apă regală.500:1

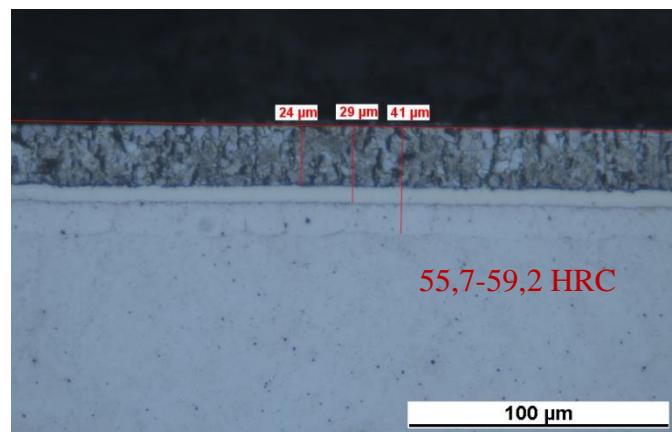


Figura 4.21 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil 20Cr130, procesat în următoarele condiții: călit la 950°C , revenit la 510°C , nitrurat ionic la 520°C .

Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

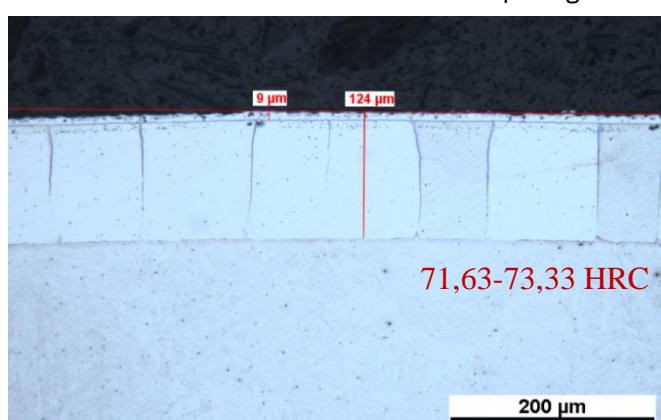


Figura 4.22 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil 20Cr130, procesat în următoarele condiții: călit la 1100°C , revenit la 510°C , nitrurat ionic la 520°C .

Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

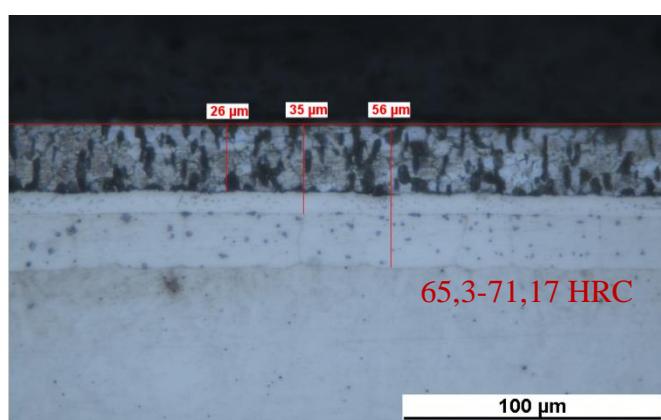


Figura 4.23 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil 20Cr130, procesat în următoarele condiții: călit la 1040°C , revenit la 510°C , nitrurat ionic la 520°C .

Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

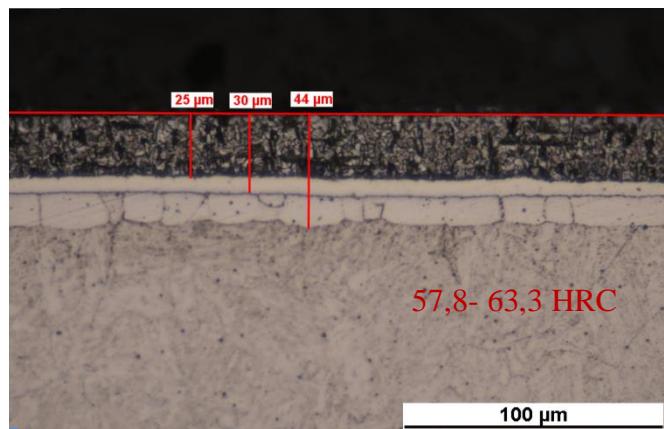


Figura 4.25 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil 20Cr130, procesat în următoarele condiții: călit la 950°C , revenit la 150°C nitrurat ionic la 520°C .
Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

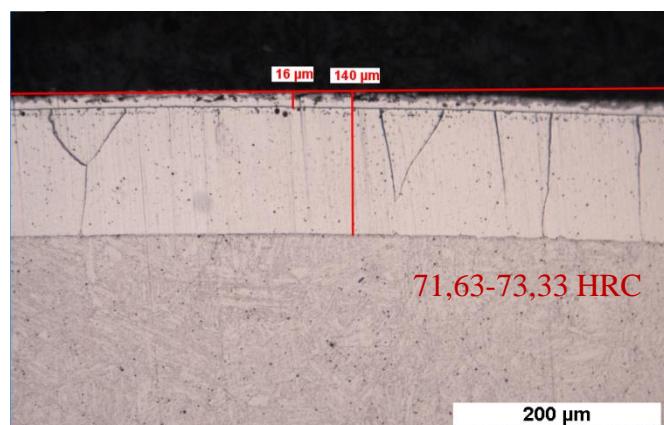


Figura 4.26 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil 20Cr130, procesat în următoarele condiții: călit la 1100°C , revenit la 510°C , nitrurat ionic la 520°C .
Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

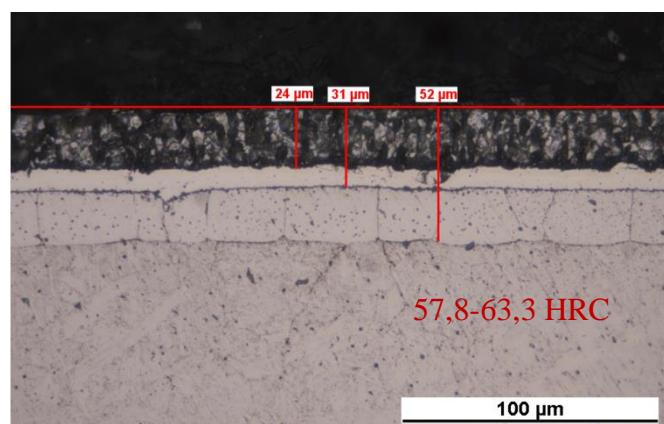
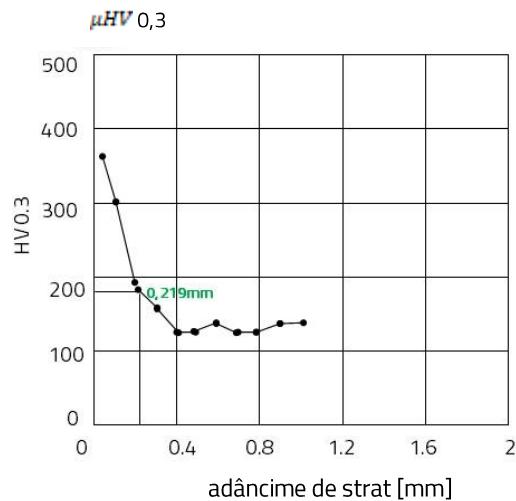


Figura 4.27 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil 20Cr130, procesat în următoarele condiții: călit la 1040°C , revenit la 150°C nitrurat ionic la 520°C .
Descriere strat nitrurat. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

Test points:

No.	Value	Method	X pos. [mm]
1	357	HV 0.3	0,050
2	303	HV 0.3	0,100
3	196	HV 0.3	0,200
4	165	HV 0.3	0,300
5	142	HV 0.3	0,400
6	143	HV 0.3	0,500
7	149	HV 0.3	0,600
8	141	HV 0.3	0,700
9	137	HV 0.3	0,800
10	141	HV 0.3	0,900
11	142	HV 0.3	1,000



μHV _190HV0,3 = 0,219mm (Duritate miez 140 +50 HV)

adâncimea stratului nitrurat

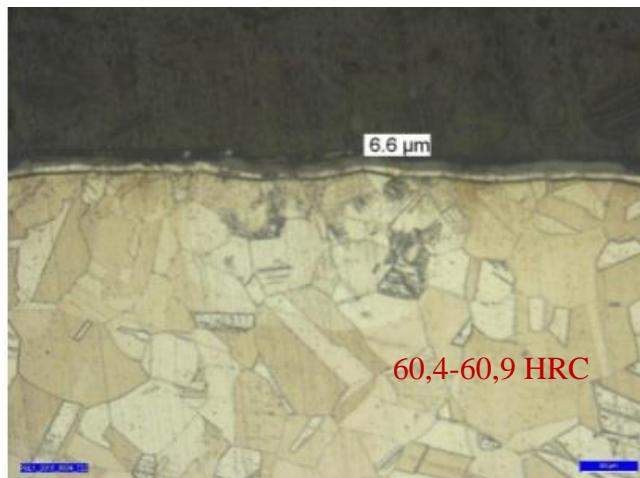


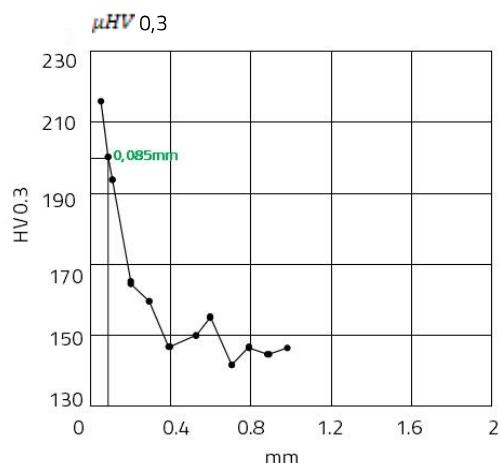
Figura 4.28 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil X5CrNi18 10(4301), procesat în următoarele condiții: călire de punere în soluție la 1040°C, îmbătrânire artificială la 510°C, nitrurat la 420°C. Descriere strat 6,6 μ m. Reactiv de atac: apă regală. 200:1

Prin menținerea îndelungată la 420°C nu se remarcă transformări în structură. Este posibil totuși să fi avut loc și minore precipitații intercristaline.

Reziliența după călirea de punere în soluție se poate compara cu reziliența după nitrurare. Dacă după nitrurare a scăzut, atunci este efectul precipitației intercristaline

Test points:

No.	Value	Method	X pos. [mm]
1	214	HV 0.3	0,050
2	194	HV 0.3	0,100
3	164	HV 0.3	0,200
4	157	HV 0.3	0,300
5	147	HV 0.3	0,400
6	150	HV 0.3	0,558
7	154	HV 0.3	0,600
8	142	HV 0.3	0,700
9	148	HV 0.3	0,800
10	146	HV 0.3	0,900
11	148	HV 0.3	1,000



adâncime de strat [mm]

$$\mu HV = 200 \text{ HV}0,3 = 0,0854 \text{ mm} \text{ (Duritate miez } 150 + 50 \text{ HV)}$$

adâncimea stratului nitrurat

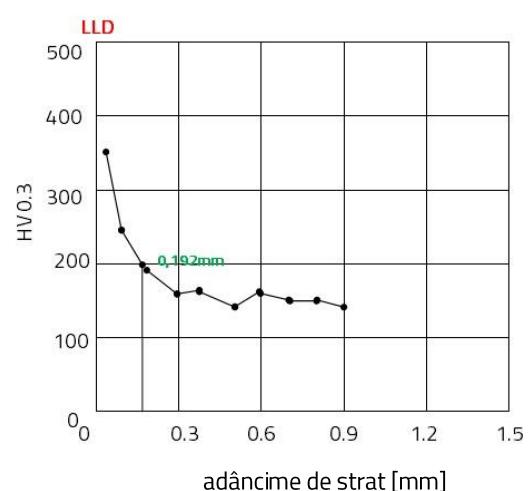


Figura 4.30 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil X5CrNi18 10(4301), procesat în următoarele condiții: călire de punere în soluție la 1040°C , îmbătrânire artificială la 510°C , nitrurat ionic la 420°C .

Descriere strat 4,4 μm . Reactiv de atac: apă regală. 200:1

Test points:

No.	Value	Method	X pos. [mm]
1	346	HV 0.3	0,050
2	252	HV 0.3	0,100
3	190	HV 0.3	0,200
4	159	HV 0.3	0,300
5	163	HV 0.3	0,400
6	146	HV 0.3	0,500
7	157	HV 0.3	0,600
8	147	HV 0.3	0,700
9	145	HV 0.3	0,800
10	144	HV 0.3	0,900



adâncime de strat [mm]

μHV _ 195HV0,3 = 0,192mm (Duritate miez 145 +50 HV)

adâncimea stratului nitrurat

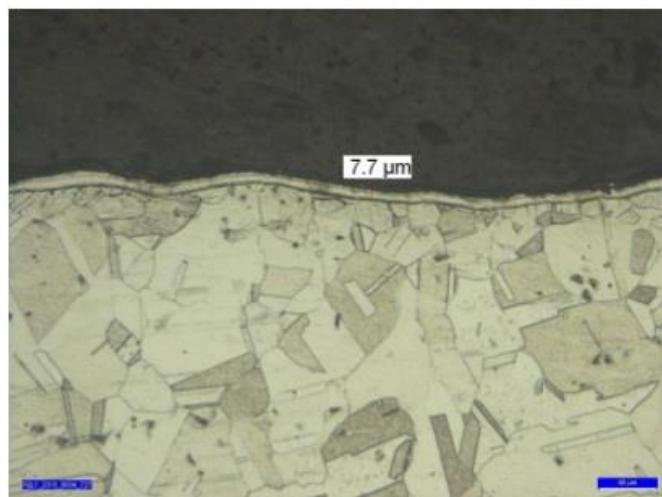


Figura 4.32 Imagine de metalografie optică a oțelului inoxidabil X5CrNi18 10 (4301) procesat în următoarele condiții: călire de punere în soluție la 1040°C , îmbătrânire artificială la 510°C , nitrurat ionic la 420°C . Cristale poligonale. Austenită.

Descriere strat 7,7 μm . Reactiv de atac: apă regală. 200:1

Concluzii

Analizele de metalografie optică pe probele 20Cr130 cu carbon la limita inferioară procesat după două fluxuri tehnologice diferite prin temperatura de austenitzare în vederea călirii și temperatura de revenire ulterioară călirii 510°C comparativ cu 150°C au scos în evidență că stratul nitrurat ionic (condiții: temperatură de 520°C , durată de menținere 20 ore) are dimensiuni din ce în ce mai mari pe măsura creșterii temperaturii de austenitzare în vederea călirii (între $950-1100^{\circ}\text{C}$) și cu atât mai mari cu cât temperatura la care se realizează revenirea este mai coborâtă.

Concluzie la care s-a ajuns și în cazul oțelului 40Cr130. Creșterea dimensiunii stratului cu creșterea temperaturii de austenitzare a călirii este strâns corelată cu gradul de aliere crom a martensitei și implicit proporția de carburi din matrice respectiv cu nivelul tensiunilor reziduale, după revenirea ulterioară călirii. Fapt care conduce și la o creștere a macrodurătății acesteia. Crește cu trecerea carburilor în soluție și microduritatea stratului.

4.4 Tratamente criogenice

Tratamentul criogenic aplicat oțelului 40Cr130 (călit la 1040°C și revenit 510°C) și stabilirea energiei de rupere la temperaturi criogenice a fost realizat în laboratoarele

Institutului Național de Cercetare – Dezvoltare pentru Tehnologii Criogenice și Izotopice Râmnicu Vâlcea.

Temperatura epruvetei va fi măsurată cu ajutorul unei termocouple introdusă în corpul epruvetei. În calculul final al energiei de rupere se va introduce totodată un factor de corecție datorită apariției acestui concentrator în corpul epruvetei, precum și energia de rupere a tecii din material plastic, determinată anterior.

Au fost pregătite pentru tratament criogenic 7 probe din oțel inoxidabil înalt aliat 40Cr130 cu dimensiunea 55x10x10 mm, cu crestătură în V de 2 mm.

Temperatura a fost achiziționată cu ajutorul unui senzor de tip J până la -160°C și o termorezistență pentru temperaturi mai joase. Achiziția temperaturii s-a realizat cu un regulator de tip TLK 43 (la termorezistențe cu module field-point din Lab-View).

1. Epruveta 1 a fost ruptă la temperatură ambientă - **nu a fost răcită**;
2. Epruvetele 2 și 3 au fost menținute în vapori de azot lichid, timp de 30 minute, până la $-85-90^{\circ}\text{C}$ și rupte la -80°C . Considerăm că epruveta numărul 3 a avut o energie de rupere conformă temperaturii de rupere;
3. Epruvetele 4 și 5 au fost imersate în azot lichid, timp de 5 minute, până la -196°C (temperatura azotului lichid) și rupte la -80°C ;
4. Epruveta 6 a fost imersată în azot lichid, timp de 30 minute, până la -196°C (temperatura azotului lichid) și ruptă la -80°C ;
5. Epruveta 7 a fost păstrată ca martor;

Concluzie

Energia consumată la rupere pentru oțelul 40Cr130 este cea mai ridicată 8,7 [J] la ruperea la temperatură ambientală și scade cu creșterea temperaturii de răcire și de rupere, ajungând la valoarea minimă de 3,4[J] la o temperatură de rupere de -80°C .

CAPITOLUL 5

STUDII PRIVIND INVESTIGAȚIILE SEM ȘI RX

5.1 Structuri metalografice. Microscopie și electronică SEM

Rezultate obtinute:

Imagini de microscopie electronică cu baleaj ale oțelului 20Cr130 procesat după următorul flux: călire la 950°C , menținut 2 h, călit la 510°C , menținere 2 h, răcire în aer, nitrurare ionică la 520°C , menținut 20 h, în strat și în miez. Reactiv de atac: apă regală. Figura 5.5 – 5.15.

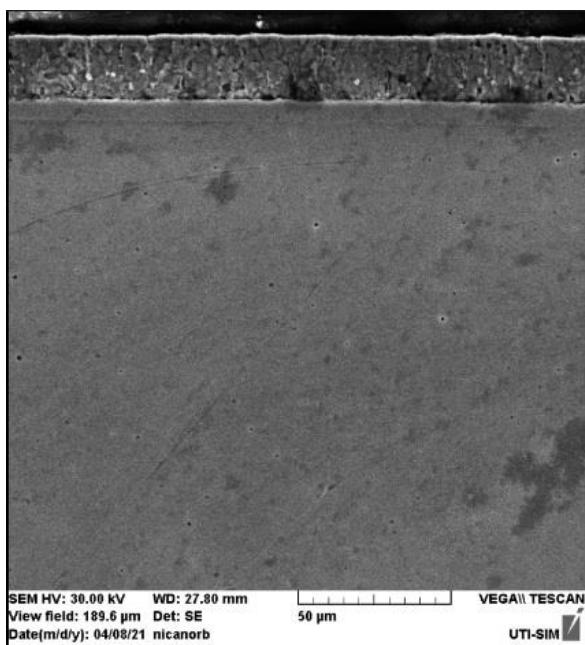


Figura 5.5 Imagine SEM 1kx(50 µm)

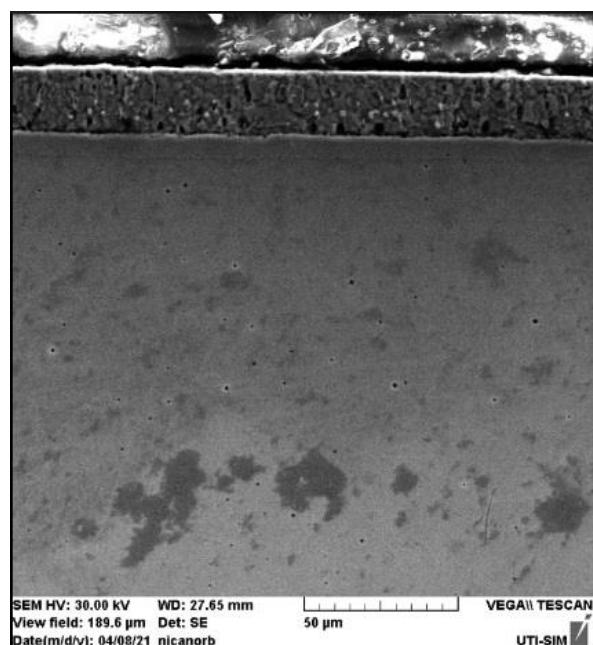


Figura 5.6 Imagine SEM 1kx1(50 µm)

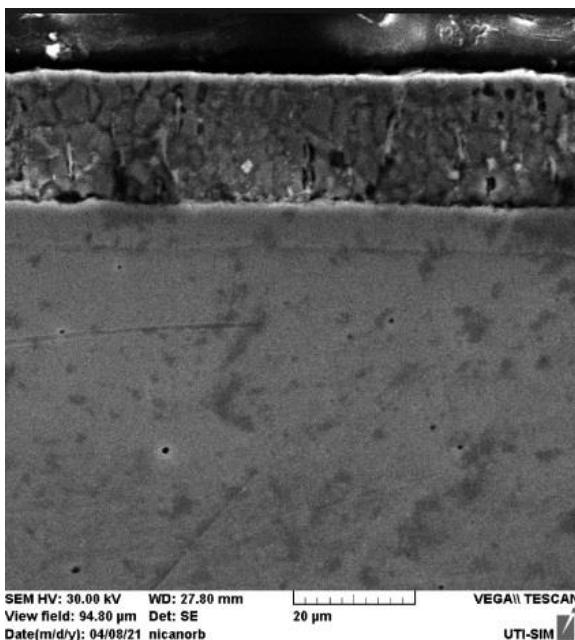


Figura 5.7 Imagine SEM 2kx(20 μm)

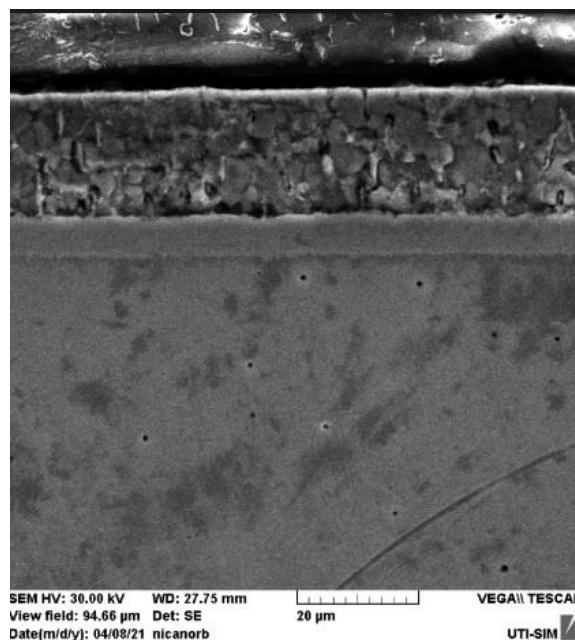


Figura 5.8 Imagine SEM 2kx1(20 μm)

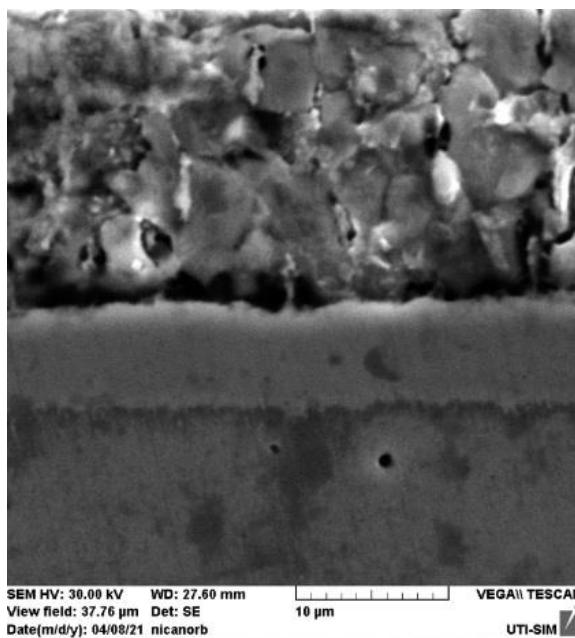


Figura 5.9 Imagine SEM 5kx(10 μm)

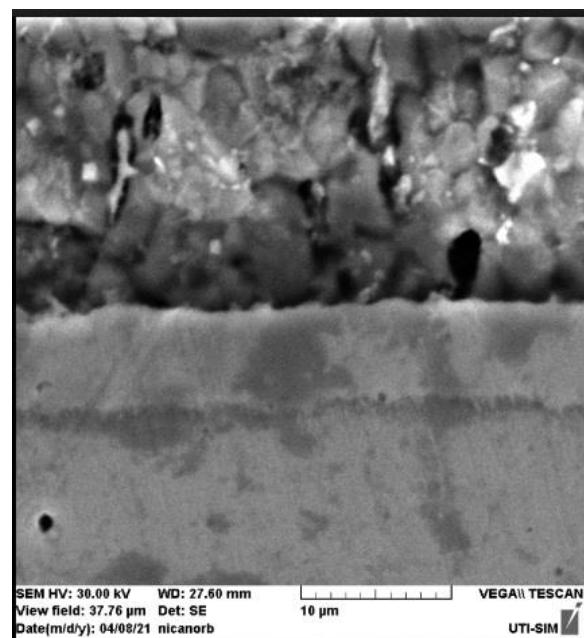


Figura 5.10 Imagine SEM 5kx1(10 μm)

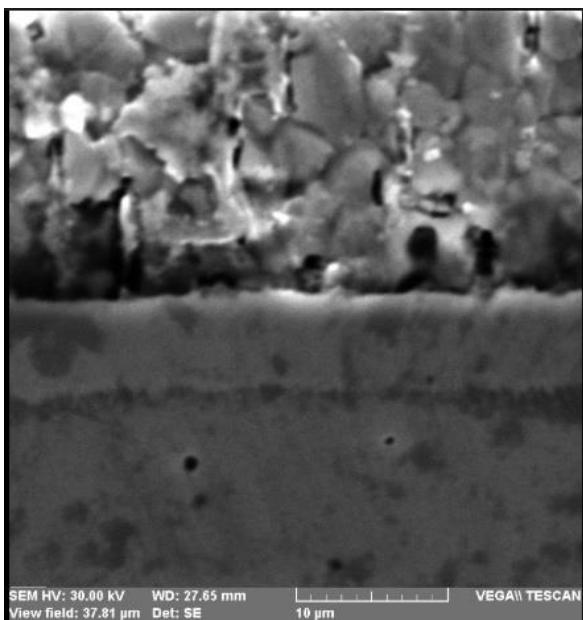


Figura 5.11 Imagine SEM 5kx(10 µm)

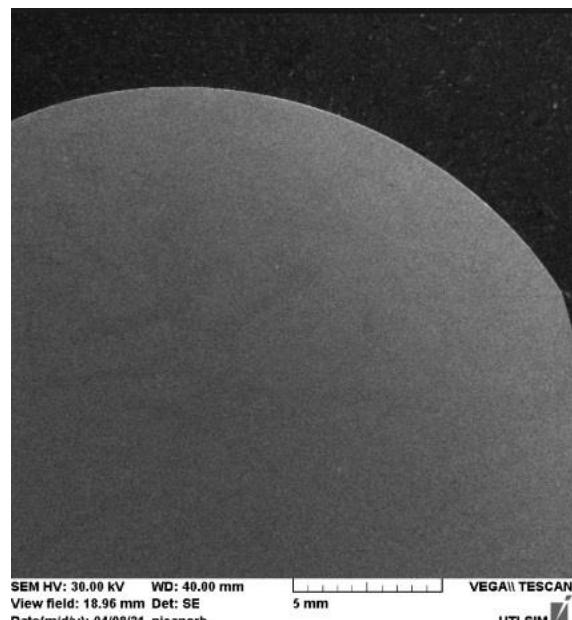


Figura 5.12 Imagine SEM 10x(5mm)

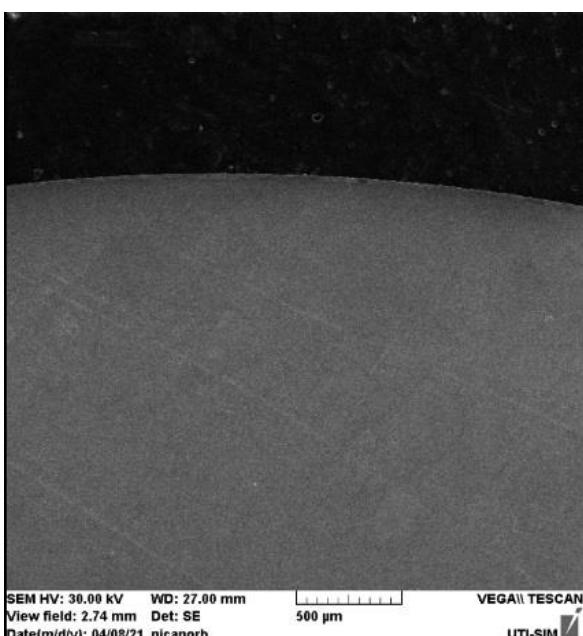


Figura 5.13 Imagine SEM 50x(500 µm)

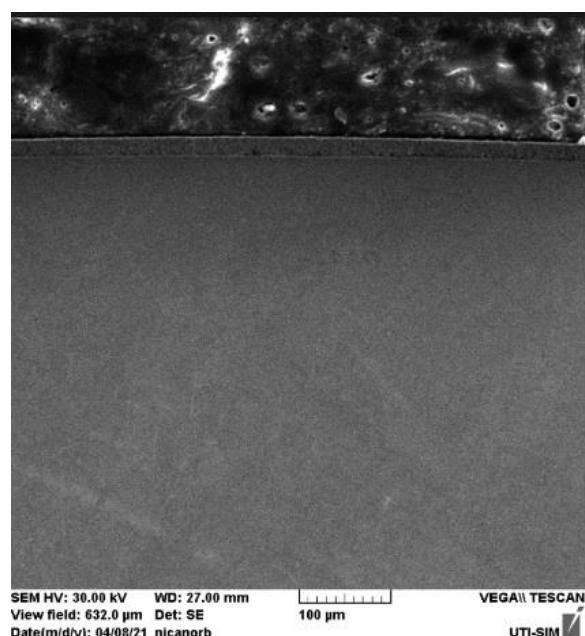
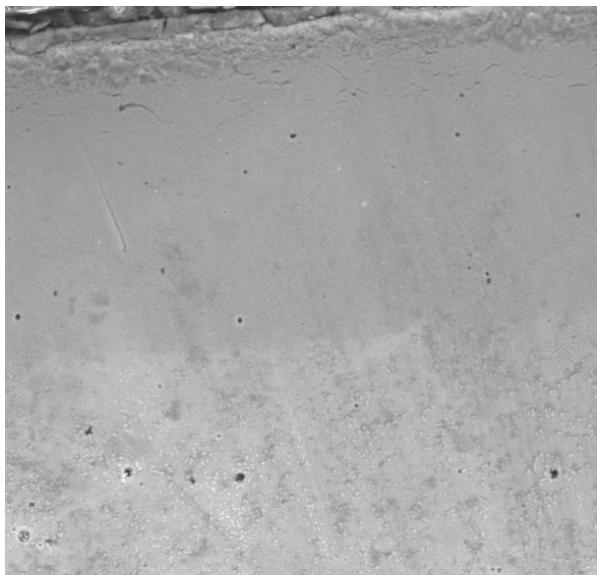
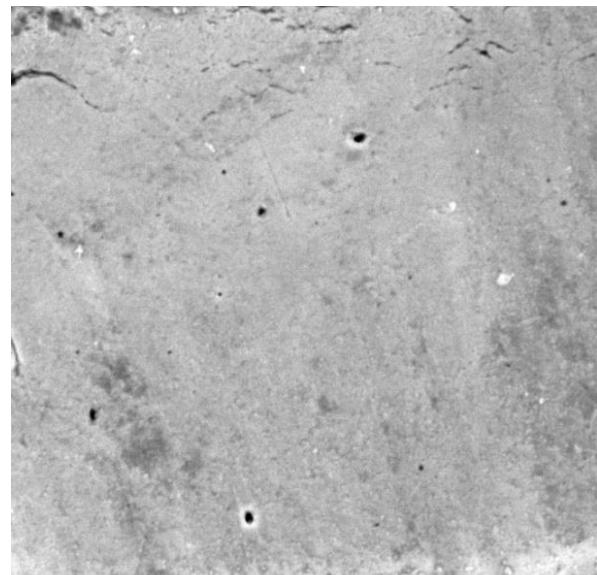


Figura 5.14 Imagine SEM 300x(100 µm)

Imagini de microscopie electronică cu baleaj ale oțelului 40Cr130 procesat după următorul flux:
călire la 1040°C , menținut 2 h, călit la 510°C , menținere 2 h, răcire în 520°C , menținut 20 h, în strat și în miez. Reactiv de atac: apă regală.



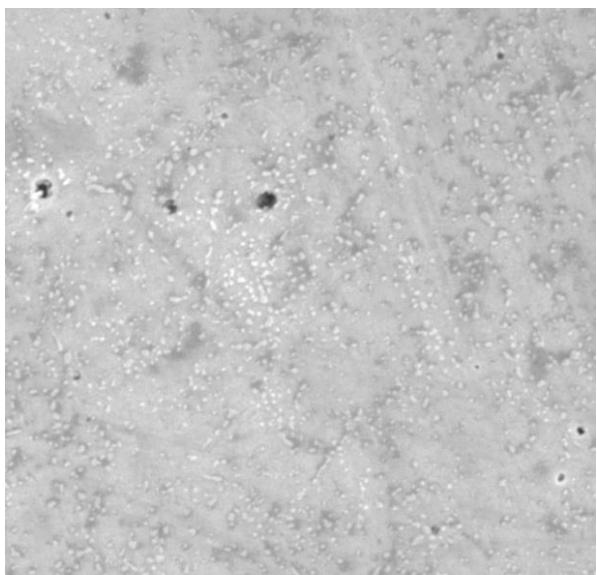
SEM HV: 30.00 kV WD: 35.15 mm
View field: 218.1 µm Det: SE
Date(m/d/y): 03/13/20 nicanorb



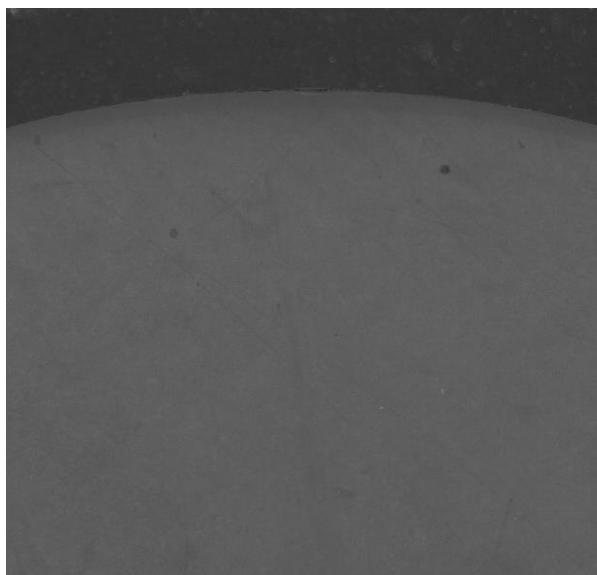
SEM HV: 30.00 kV WD: 35.26 mm
View field: 106.3 µm Det: SE
Date(m/d/y): 03/13/20 nicanorb

Figura 5.63 Imagine SEM 1kx(50 µm)

Figura 5.64 Imagine SEM 2kx strat nitrurat
(20 µm)



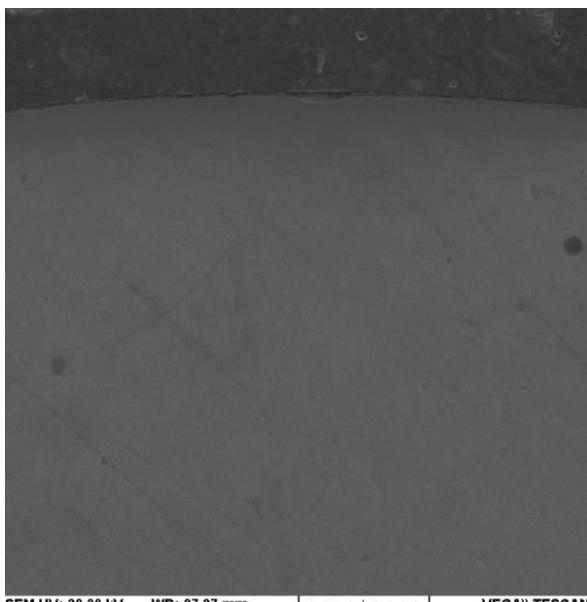
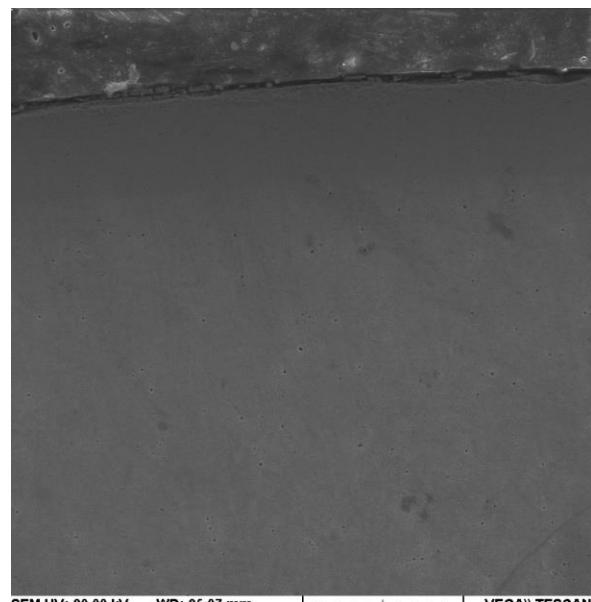
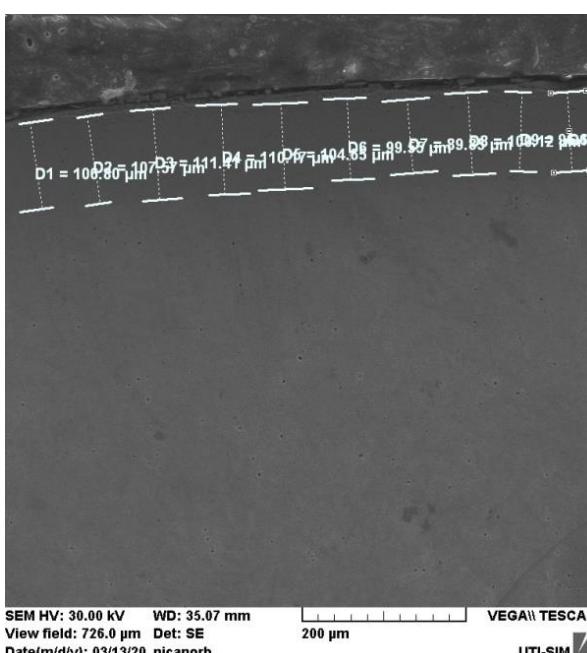
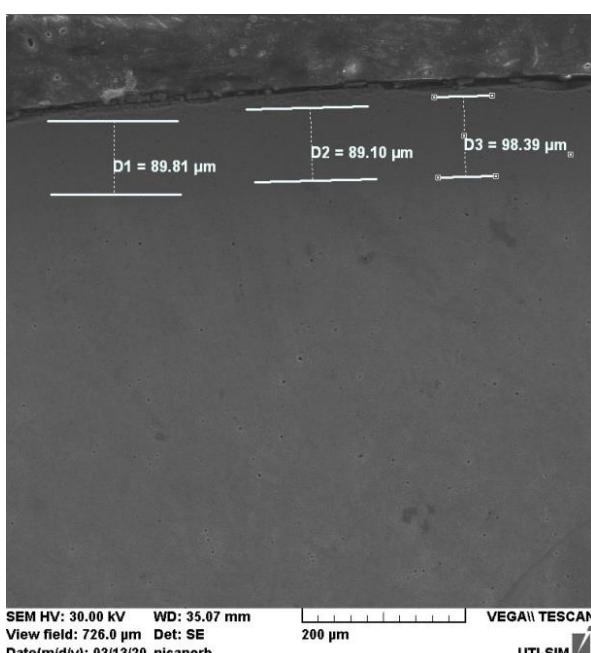
SEM HV: 30.00 kV WD: 35.20 mm
View field: 108.3 µm Det: SE
Date(m/d/y): 03/13/20 nicanorb



SEM HV: 30.00 kV WD: 36.52 mm
View field: 4.22 mm Det: SE
Date(m/d/y): 03/13/20 nicanorb

Figura 5.65 Imagine SEM 2kx miez (20 µm)

Figura 5.66 Imagine SEM 50x (1mm)

Figura 5.67 Imagine SEM 100x(500 μ m)Figura 5.68 Imagine SEM 300x(200 μ m)Figura 5.69 Imagine SEM 300x dim (200 μ m)Figura 5.70 Imagine SEM 300x dim2 (200 μ m)

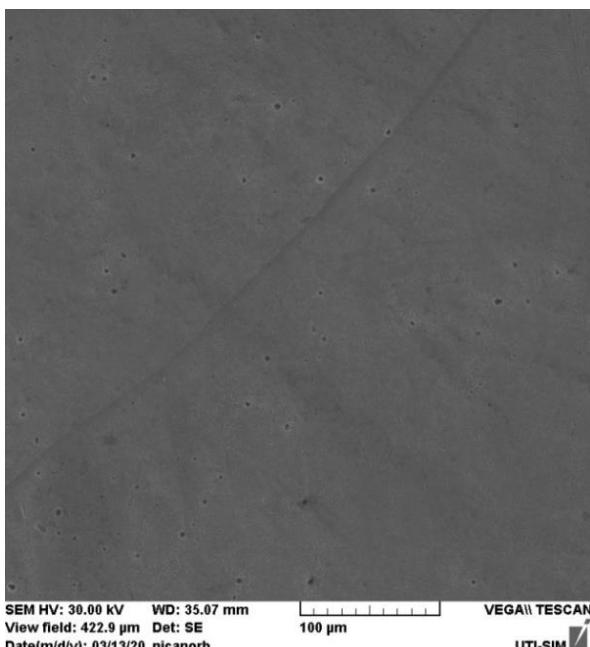


Figura 5.71 Imagine SEM 500x (100 µm)

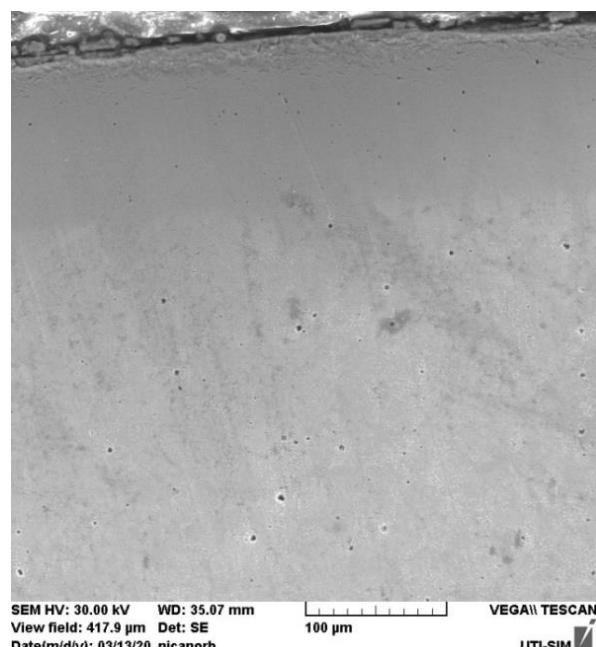


Figura 5.72 Imagine SEM 500x 1 (100 µm)

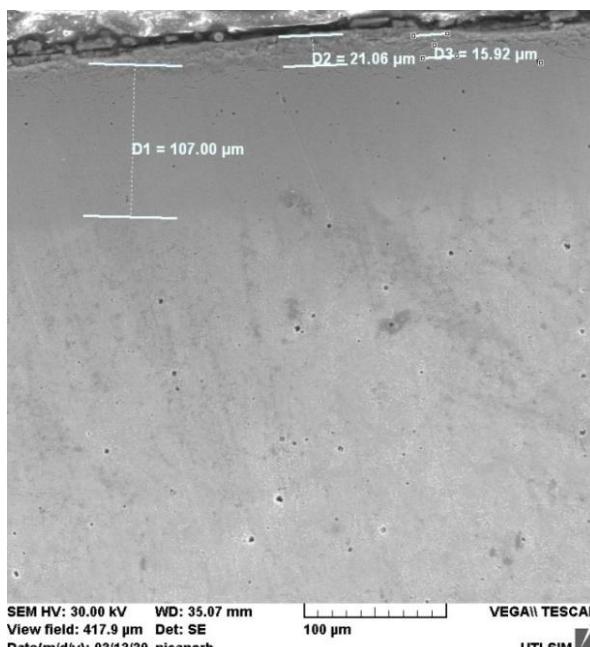


Figura 5.73 Imagine SEM 500x1_1(100 µm)

Imagini de microscopie electronică cu baleaj ale oțelului 40Cr130 procesat după următorul flux: călire la 1100°C , menținut 2 h, călit la 510°C , menținere 2 h, răcire în aer, nitrurare ionică la 520°C , menținut 20 h, în strat și în miez. Reactiv de atac: apă regală. Figura 5.74 – 5.82.

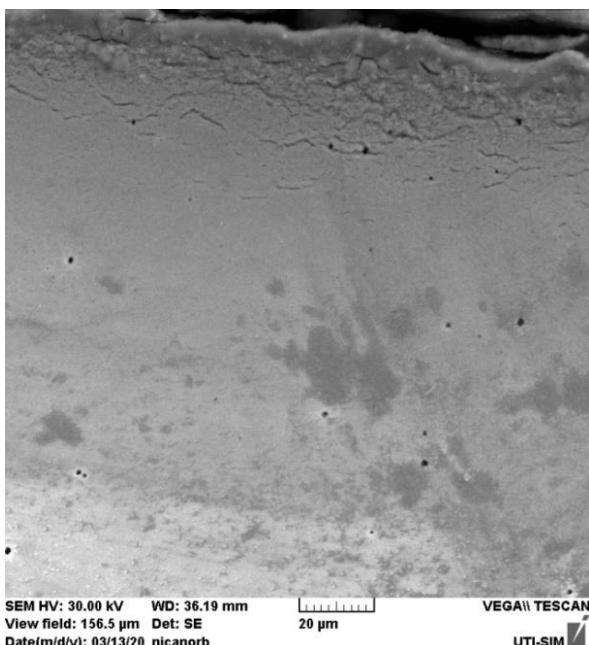


Figura 5.74 Imagine SEM 1,5kx(20 μm)

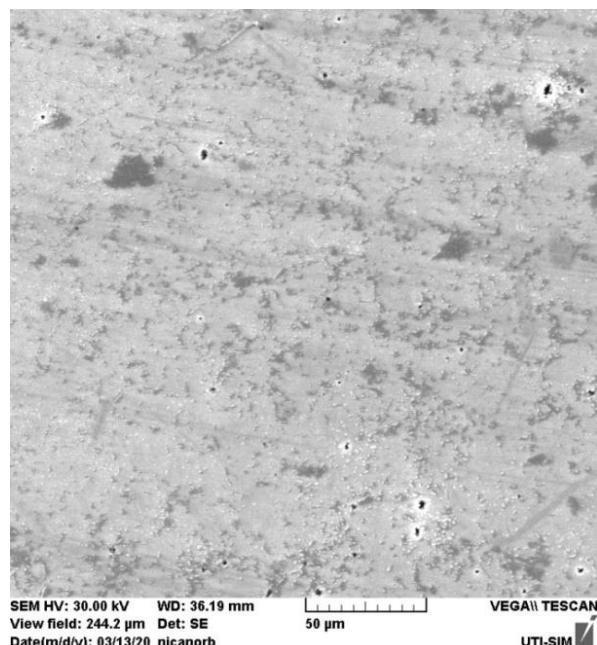


Figura 5.75 Imagine SEM 1kx miez(50 μm)

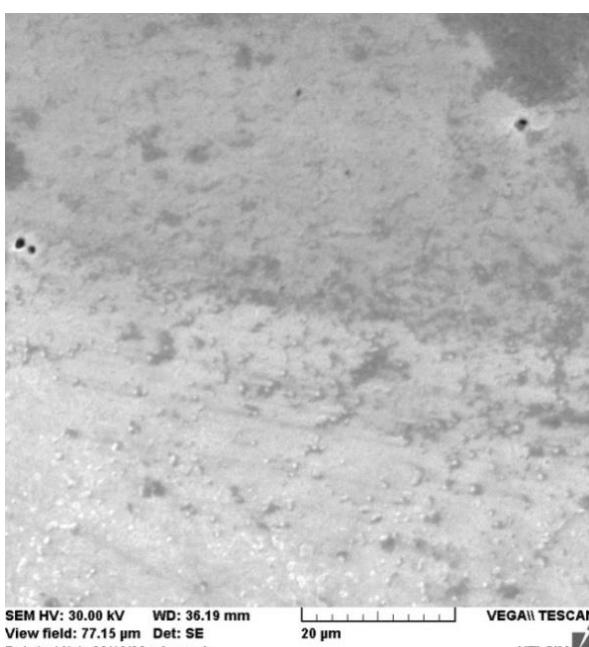


Figura 5.76 Imagine SEM 3x(20 μm)

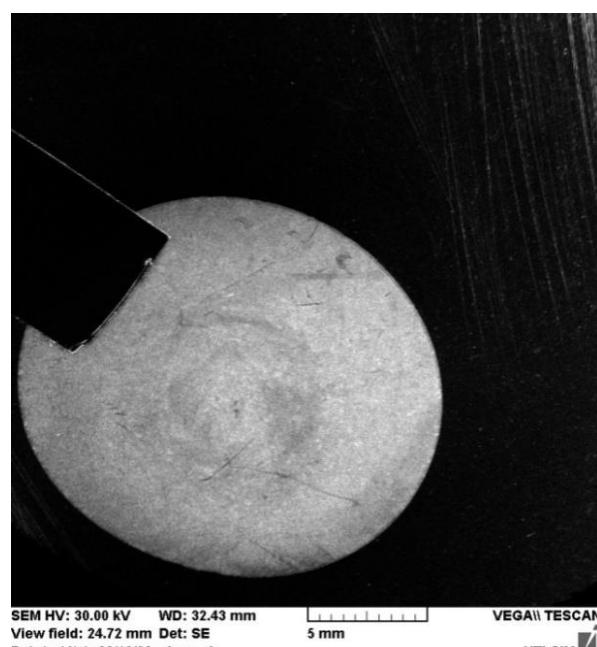


Figura 5.77 Imagine SEM 10x(5mm)

Concluzie – microscopie electronică

Microscopia electronică a certificat informația obținută anterior prin metalografie optică și anume, repartiția uniformă a carburilor în masa de austenită cu aspect cristalin și prezența stratului format pe situ (matrice), deci aferent matricii.

CAPITOLUL 6

ANALIZE EDS ȘI TESTĂRI LA UZARE ȘI COROZIUNE

6.1. Analize EDS. Difracție de raze X

Epruvetele din oțel inoxidabil au fost pregătite pentru examinare cu reactiv metalografic: apă regală. Pentru determinarea compoziției chimice a oțelului, în zone diferite, s-au ales câte 4 puncte pentru fiecare epruvetă studiată. S-au realizat analize cantitative și grafice liniare, pentru elementele chimice din compoziție în stratul nitrurat și miezul epruvetei.

Rezultate obținute:

Imagini de analiză EDS a oțelului 40Cr130, procesată în următoarele condiții: călit în vid la 1040°C , revenit în vid 510°C și nitrurat ionic la 520°C . Reactiv de atac: apă regală. (figurile 6.2-6.6)

Cele 4 puncte investigate, pentru cercetarea experimentală sunt indicate cu o „steluță galbenă”, în figurile 6.3-6.6:

- punctul 1, (figura 6.3)- în stratul nitrurat
- punctul 2, (figura 6.4)- în stratul nitrurat;
- punctul 3, (figura 6.5)- în stratul nitrurat;
- punctul 4, (figura 6.6)- în miez.

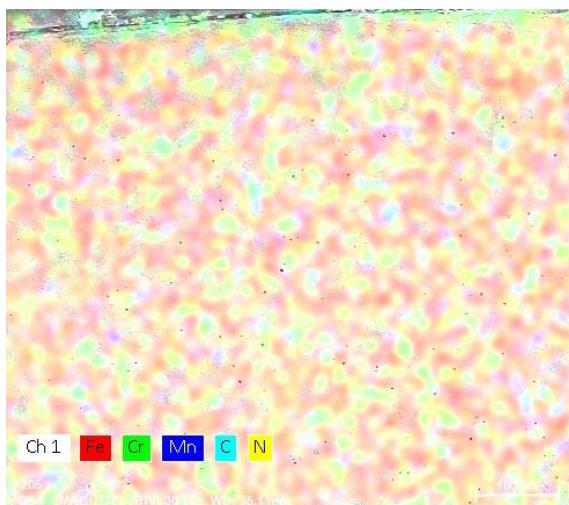


Figura 6.2



Figura 6.3

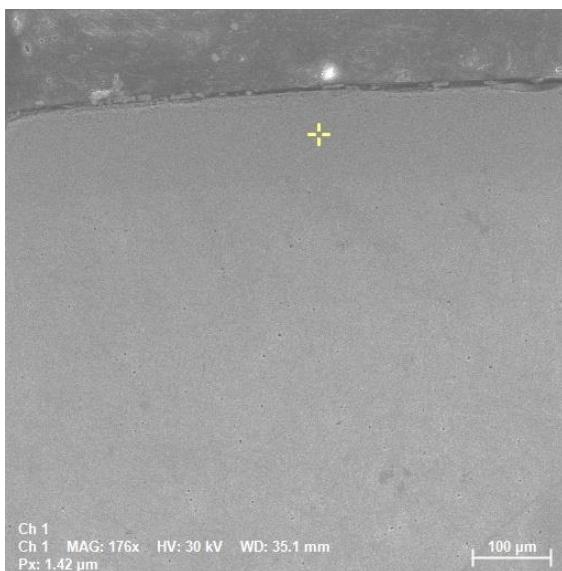


Figura 6.4



Figura 6.5



Figura 6.6

În aceste puncte s-a determinat concentrația elementelor chimice, tabelul 6.2 – 6.8 . Poziția aleasă a punctelor se justifică prin cantitatea de azot, descrescătoare de la marginea superioară a stratului nitrurat. Punctele cercetate în miez arată lipsa totală a azotului. În tabelul din care lipsește carbonul, concentrația de azot este mai mică, față de același punct studiat cu carbon.

- punctul 1, tabelul 6.2 azot -3,28%; punctul 1-fără carbon, tabelul 6.3 azot- 1,90%
- punctul 2, tabelul 6.4 azot -8,32%; punctul 2-fără carbon, tabelul 6.5 azot- 6,56%
- punctul 3, tabelul 6.6 azot-7,78 %; punctul 3-fără carbon, tabelul 6.7 azot-5,95 %
- punctul 4, tabelul 6.8 fără azot ;

Imagini realizate în strat nitrurat, punctul 1 investigat: C (figura 6.8), Cr (figura 6.9), Fe (figura 6.10), Mn (figura 6.11), N (figura 6.12).



Figura 6.7 – Strat nitrurat

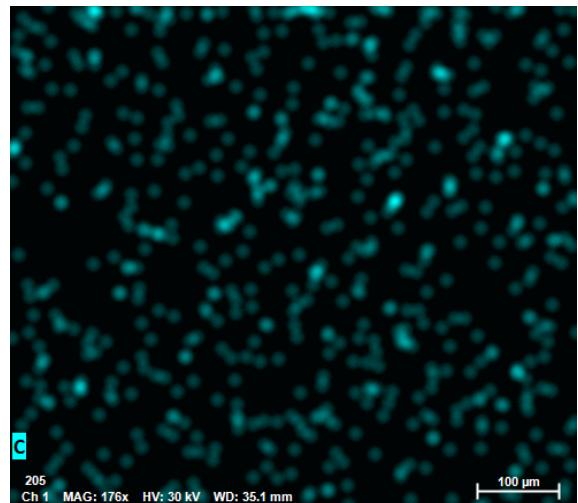


Figura 6.8 – C

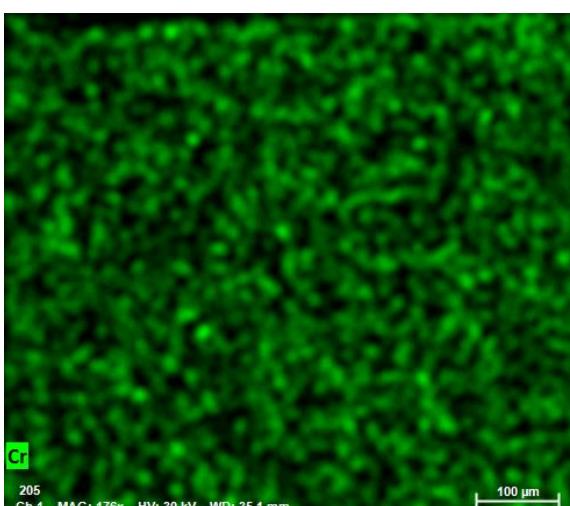


Figura 6.9 – Cr

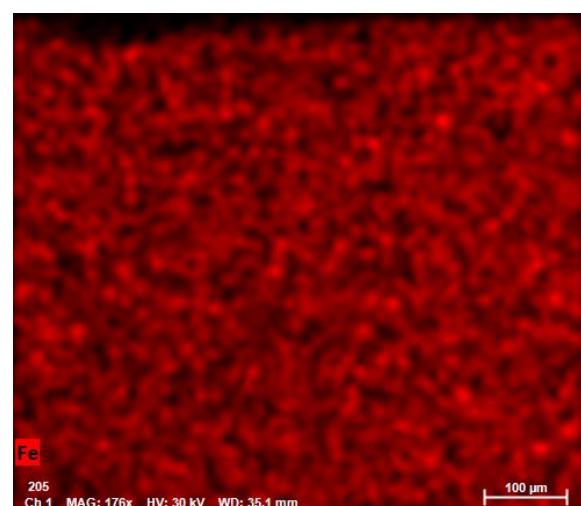


Figura 6.10 – Fe

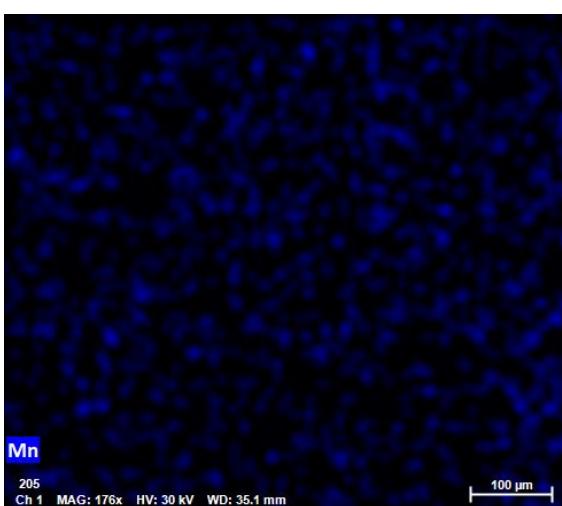


Figura 6.11 – Mn

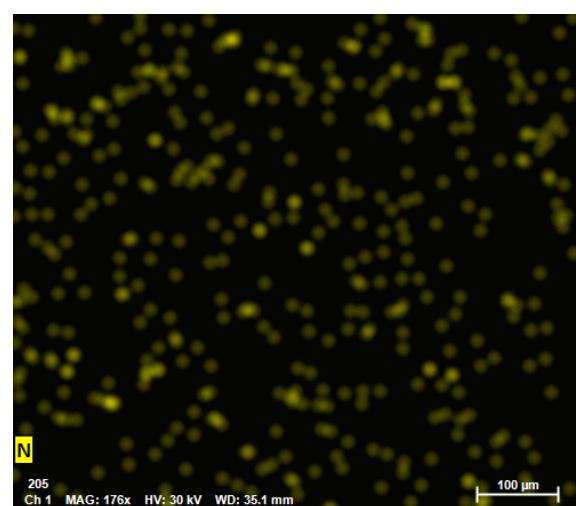


Figura 6.12 – N

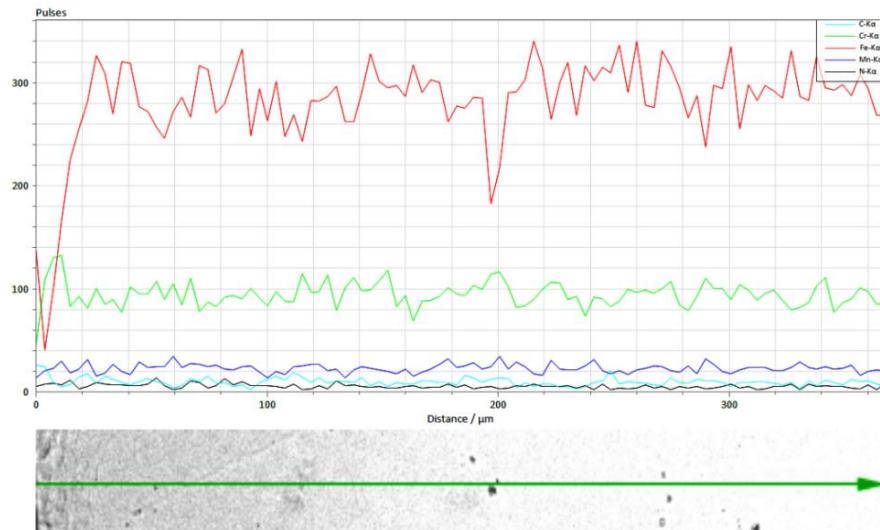


Figura 6.23 - Fe-Cr-Mn-C-N

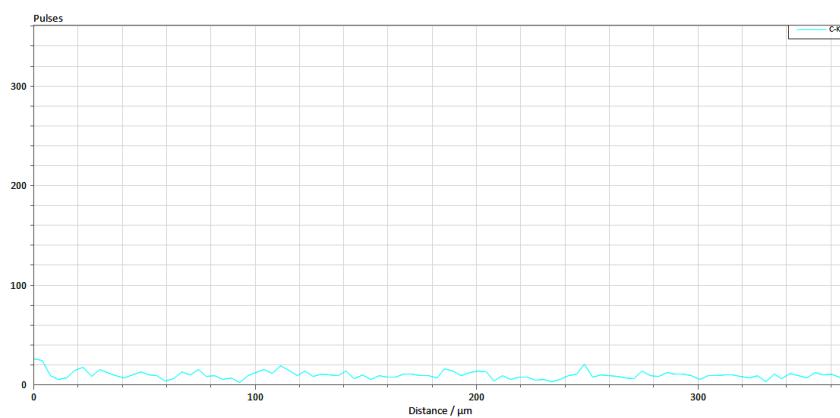


Figura 6.24 - C

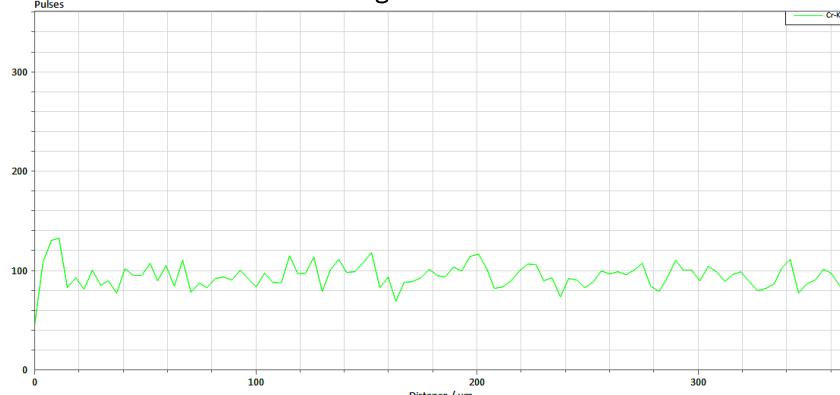


Figura 6.25 - Cr

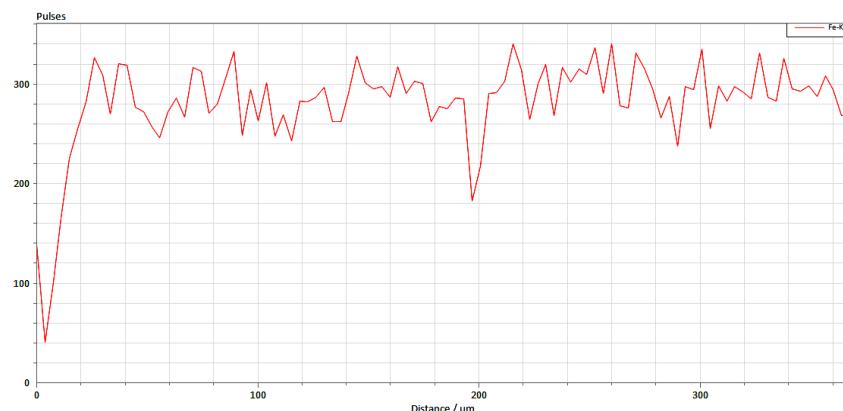


Figura 6.26 - Fe

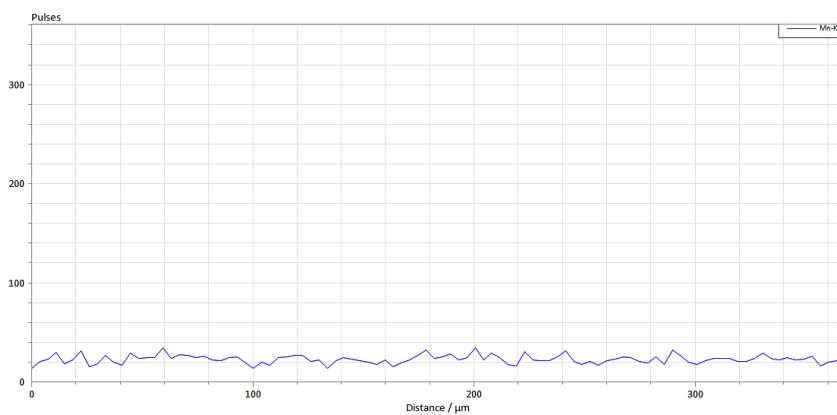


Figura 6.27 - Mn

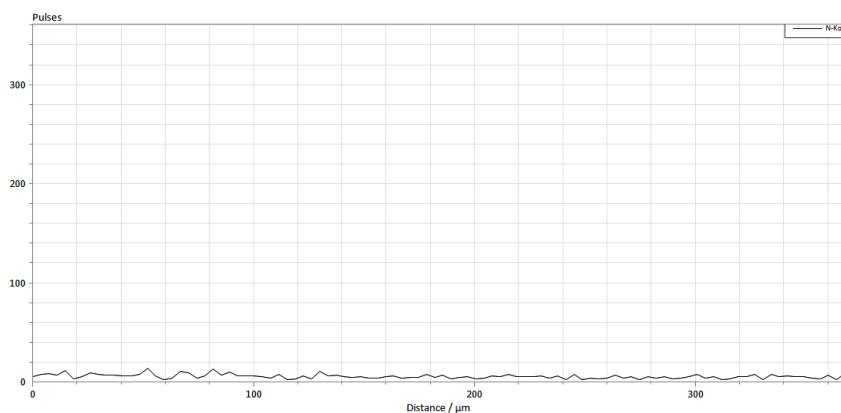


Figura 6.28 - N

Concluzii

În stratul nitrurat ionic, azotul are o dispunere continuă. Concentrația azotului scade în stratul nitrat ionic de la limita superioară spre cea inferioară. În prezența carbonului, concentrația azotului este mult mai redusă în stratul nitrurat.

6.2 Încercări la uzare

Studiul a fost realizat folosind metoda Pin-on-disk pe un eșantion de 13 epruvete din oțel inoxidabil 40Cr130 cărora li s-au aplicat tratament termic și termochimic, conform tabelului 6.25 .

Metoda Pin-on-disk permite stabilirea coeficienților de frecare și a vitezei de uzare a oțelului studiat, după ce inițial s-a măsurat volumul de material pierdut.

- Senzorul LVDT –Linear Variable Differential Transformer- este un traductor electromecanic care transformă deplasarea diamantului pe probă într-un semnal electric corespondent. Măsoară forța tangențială și furnizează, apoi coeficientul de frecare, cunoscând forța de apăsare normală.
- Urma de uzare, în secțiune este determinată cu ajutorul unui profilometru Taylor-Hobson.
- Viteza de uzare medie este calculată în funcție de volumul de material pierdut în timpul testelor de uzare. Această metodă permite determinarea atât a comportamentului la uzare cât și a coeficienților dinamici de frecare.
- Epruvetele din oțel 40Cr130 și 20Cr130 au dimensiunea ϕ 20 x15 mm. Probele au fost notate U1, U2, ..., U6 pentru oțelul 40Cr130 și U7, U8,...,U12 pentru oțelul 20Cr130 și U13 pentru oțelul X5CrNi1810. S-au aplicat acestora tratamente termice: călire la temperaturile 1100°C , 1040°C , 950°C , cu revenire la 510°C și 150°C , iar apoi tratament termochimic: nitrurare în plasmă. Indicatorii considerați utili și analizați pentru aprecierea comportamentului tribologic al epruvetelor studiate, au fost:
 - 1) coeficientul de frecare dinamic " μ " (util în aprecierea rezistenței la uzare a materialelor);
 - 2) coeficientul de uzare, " k ";

Cu datele obținute în cadrul experimentelor și cu ajutorul relației (6.4) s-a determinat coeficientul de uzare k .

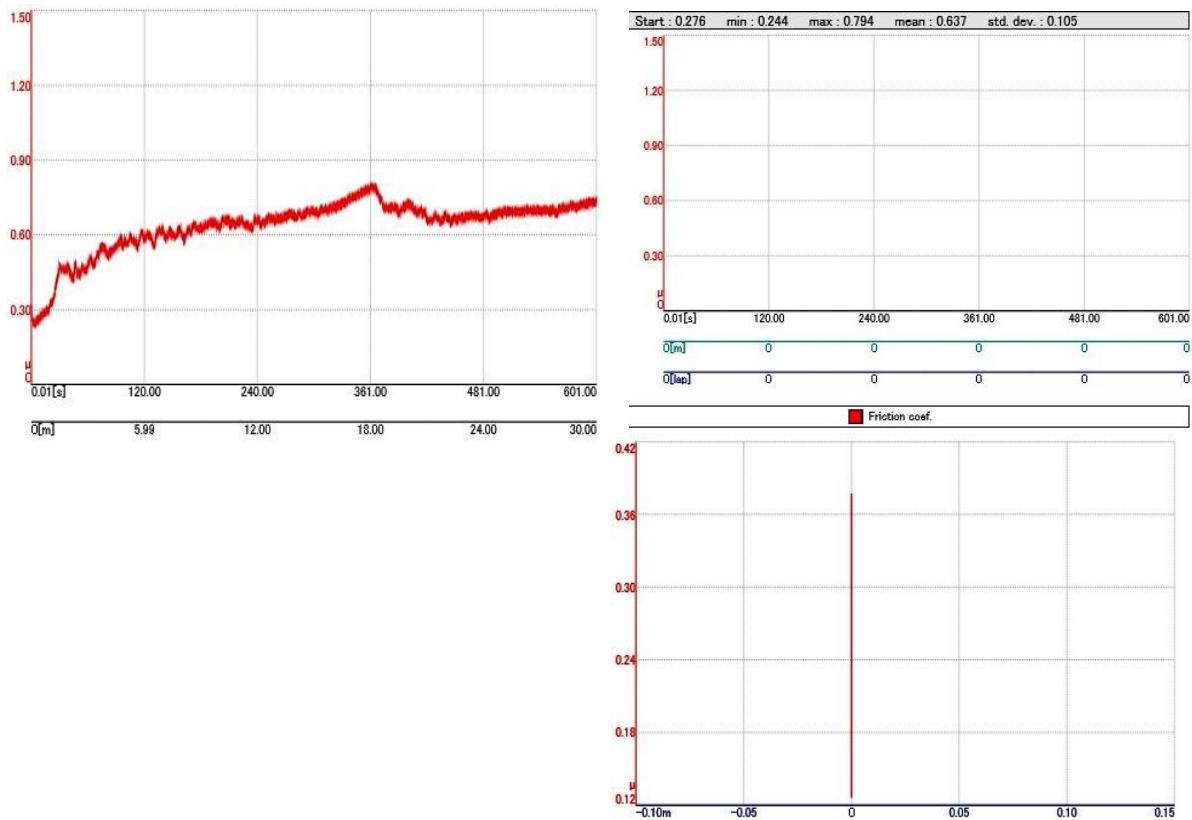


Figura 6.70 Proba U1 Variația coeficientului de frecare dinamic în funcție de distanță parcursă pentru oțelul 40Cr130, călit la 950°C , revenit la 510°C și nitrurat ionic la 520°C

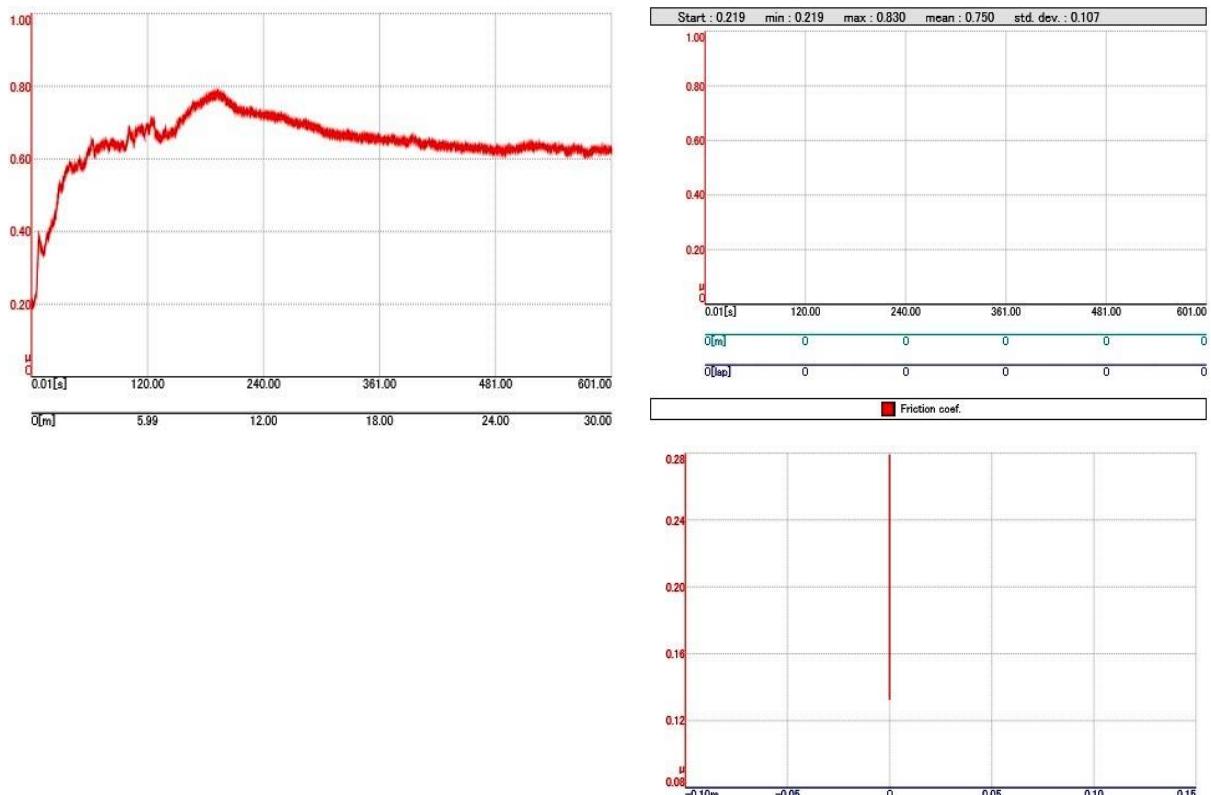


Figura 6.72 Proba U3 Variația coeficientului de frecare dinamic în funcție de distanță parcursă pentru oțelul 40Cr130, călit la 1040°C , revenit la 510°C și nitrurat ionic la 520°C

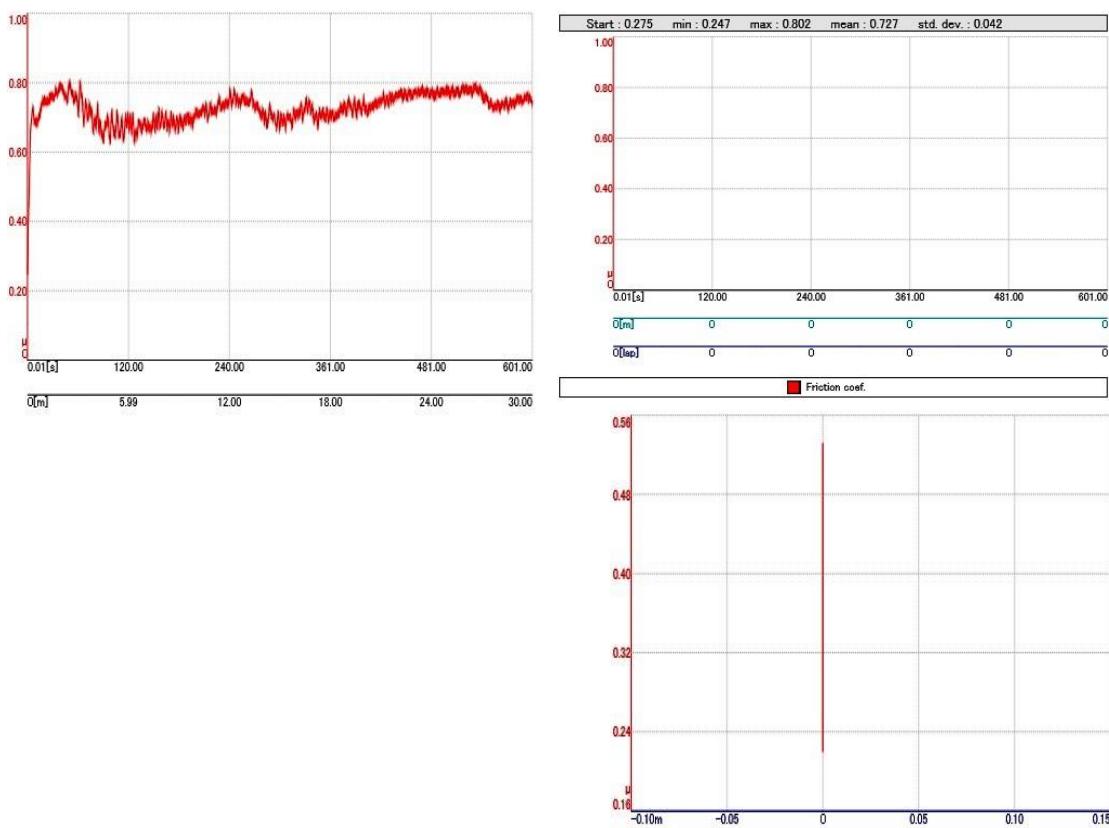


Figura 6.74 Proba U5 Variația coeficientului de frecare dinamic în funcție de distanța parcursă pentru oțelul 40Cr130, călit la 1100°C , revenit la 510°C , nitrurat ionic la 520°C

Constatări:

Sarcina aplicată epruvetelor din oțelul 40Cr130 a fost de 10N, iar pentru epruvetele din oțelul 20Cr130 a fost de 5N. Pentru o sarcină de 10N, oțelul 20Cr130 s-a dovedit a fi prea moale pentru a fi studiat experimental la uzare prin această metodă și astfel am modificat sarcina de apăsare.

În consecință, neavând aceleași condiții de lucru pentru cele două loturi de oțel, compararea rezultatelor obținute se poate face doar între epruvetele din același tip.

Valorile medii obținute pentru coeficientul de uzare $K [\text{mm}^3/\text{Nm}]$ scade odată cu creșterea temperaturii de austenitizare la călire atât pentru oțelul 40Cr130, cât și pentru oțelul 20Cr130, pentru cele două fluxuri tehnologice cu reveniri la temperaturi de 510°C , respectiv 150°C (figurile 6.83 - 6.84)

6.3. Teste de coroziune

Materiale utilizate la cercetarea experimentală:

- 13 epruvete de oțeluri inoxidabile înalt aliate 40Cr130 (C1, C2, C3, C4, C5, C6), 20Cr130 (C7, C8, C9, C10, C11, C12) și X5CrNi18 10 (C13) cu următoarea dimensiune:

10X 10X 20 mm, cărora li s-au aplicat tratamente termice și termochimice conform tabelului 5.26

- agent coroziv: H_2SO_4 0,1 n

Curbele curent-potențial prelucrate cu ajutorul softului ECLab :

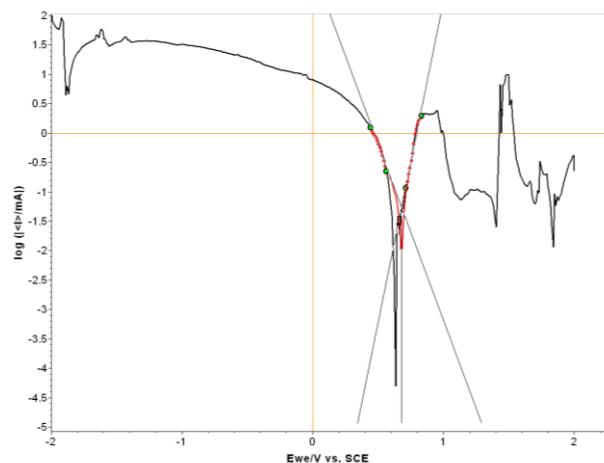


Figura 6.89 probă C2. Curbe de polarizareTafel pentru oțel 40Cr130 cu următorul flux termic: călit la $950^{\circ}C$, revenit la $510^{\circ}C$, nitrurat ionic la $520^{\circ}C$.

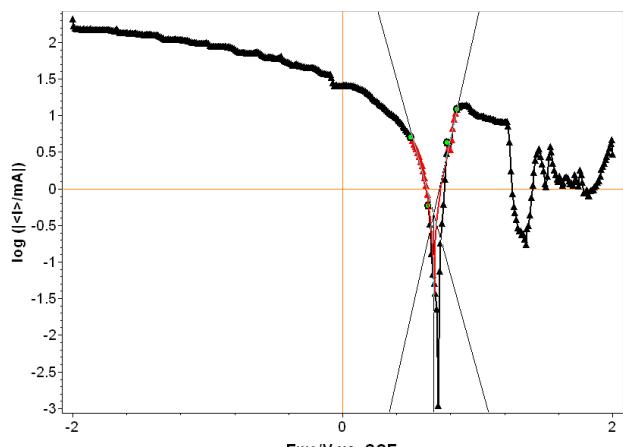


Figura 6.91 probă C4. Curbe de polarizareTafel pentru oțel 40Cr130 cu următorul flux termic: călit la $1040^{\circ}C$, revenit la $510^{\circ}C$ și nitrurat ionic la $520^{\circ}C$

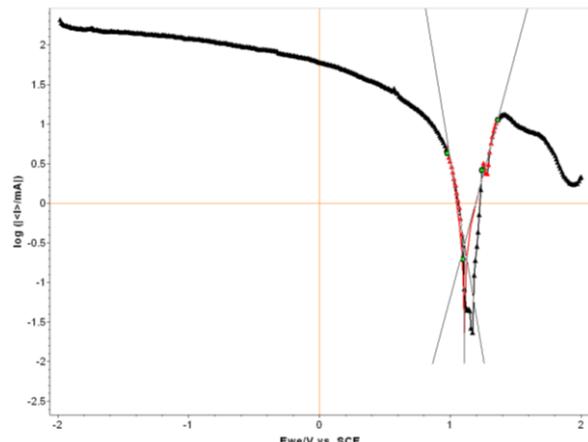


Figura 6.93 probă C6. Curbe de polarizareTafel pentru oțel 40Cr130 cu următorul flux termic: călit la $1100^{\circ}C$, revenit la $510^{\circ}C$ și nitrurat ionic la $520^{\circ}C$

Constatări:

Rata de coroziune, stabilită în mod direct de către softul de calculator EC Lab este trecută în tabelul 6.27 împreună cu toți parametrii de coroziune.

Curbele Tafel sunt generate de softul de calculator EC Lab. Sunt curbele de „current-potențial” stabilite de funcția logaritmică a densității de curent și potențialul electrodului.

Dacă analizăm valorile potențialului de coroziune E_{cor} [mV] din tabelul 6.27, se constată că cele electropozitive demonstrează o mai bună comportare la coroziune a probelor.

Punctul de intersecție a pantelor β_c [mV] – panta curbei catodice și β_a [mV] – panta curbei anodice, proiectate pe abscisă, pot determina valoarea potențialului de coroziune E_{cor} .

Pentru oțelul 40Cr130, procesat după fluxuri tehnologice diferite, viteza de coroziune, V_{cor} scade odată cu creșterea temperaturii de austenitzare la călire (950^0 - 1100^0 C), pentru cele două temperaturi de revenire (510^0 respectiv 150^0 C)

Același lucru se poate spune și despre oțelul 20Cr130, procesat după fluxuri tehnologice diferite, că viteza de coroziune, V_{cor} scade odată cu creșterea temperaturii de austenitzare la călire (950^0 - 1100^0 C), pentru cele două temperaturi de revenire (510^0 respectiv 150^0 C).

6.4. Concluzii

Parametrii care caracterizează uzarea și coroziunea oțelurilor testate 40Cr130 și 20Cr130 cu fluxul tehnologic stabilit în tabelele 6.25 și 6.26 scad odată cu creșterea temperaturii de austenitzare (950^0 - 1100^0 C), pentru cele două temperaturi de revenire (510^0 respectiv 150^0 C).

Grosimea stratului nitrurat ionic (nitrurare ionică la 520^0 C, menținere 20h) are dimensiuni din ce în ce mai mari pe măsura creșterii temperaturii de austenitzare în vederea călirii și influențează parametrii uzării și coroziunii Aceștia (coeficientul de uzare K și viteza de coroziune V_{cor}) scad odată cu creșterea temperaturii de austenitzare în vederea călirii.

CAPITOLUL 7

CONCLUZII GENERALE. CONTRIBUȚII PROPRII. DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE

7.1. Concluzii generale

Tratamentul termic recomandat de literatura de specialitate pentru oțelul inoxidabil martensitic 40Cr130 este recoacere cu revenire.

Principalul tratament preliminar aplicat oțelului inoxidabil 40Cr130 este recoacerea. Revenirea după recoacere se face în scopul obținerii unor proprietăți mecanice performante.

Din cercetările experimentale efectuate rezultă că rezistența crește odată cu temperatura de recoacere

7.2 Contribuții proprii

Studiile teoretice și cercetările experimentale efectuate în cadrul acestei teze au permis obținerea de contribuții personale din care se amintesc în cele de mai jos:

Studierea în paralel a două oțeluri înalt aliate cu crom, urmărindu-se comportamentul la tratamentele termice și termochimice, cu evidențierea rezultatelor;

-de asemenea acestea au fost comparate din aceeași perspectivă cu un al treilea oțel crom-nichel, austenitic;

- pentru scăderea pericolului de instalare a coroziunii intercristaline la încălziri la temperaturi medii, s-a studiat și realizat nitrurarea la valori ale temperaturii de nitrurare mai joase decât cele uzuale;

- s-a constatat că și în astfel de condiții se obțin straturi de difuziune, cu obținerea avantajelor urmărite;

Studierea structurilor în straturi nitrurate la oțeluri înalt aliate, feritice și austenitice prin imagini SEM și RX și punerea în evidență a fazelor nou formate;

S-a studiat comportarea la uzare prin determinarea coeficientilor de frecare respectiv de uzare la probe cu structuri diferite, determinate de compozitia chimică, de tratamentul termic și termochimic aplicat; rezultatele au fost evidențiate pe diagrame și tabele;

- comportarea la coroziune a oțelurilor înalt aliate este un indicator des solicitat;

- prin cercetările proprii s-au pus în evidență diferențe mari privind această proprietate, nu numai datorită compozitiilor chimice diferite, ci și prin tratamentele termice și termochimice suferite;

- astfel s-a constatat că prin tratamentul termochimic de nitrurare a crescut în mod sensibil rezistența la agenți agresivi;

- de asemenea, s-a dovedit că tratamentul termic de călire conduce la scăderea rezistenței la coroziune; s-a determinat că nu este suficientă respectarea unei anumite compozitii chimice a oțelului, ci și structura aferentă.

Dacă tratamentul termic a condus la precipitări importante de faze secundare este posibilă pierderea inoxidabilității, proces constatat și prin examinare vizuală;

Realizarea de studii privind influența temperaturilor criogenice asupra rezilienței oțelurilor;

- testarea s-a făcut în două situații: la temperatura criogenică și respectiv după reîncălzirea la temperatura ambientă;

- s-a scos în evidență că temperaturile criogenice au influență asupra caracteristicilor mecanice, în special la oțelurile martensitice;

S-a evidențiat faptul că în cazul oțelurilor austenitice tenacitatea mare a acestora nu este afectată în mod vizibil de supunerea la subrăciri profunde.

S-a ales un regim termic de călire incompletă + călire de detensionare care nu a mai fost studiat în literatura de specialitate pentru piesele din oțel inoxidabil 40Cr130, respectiv 20Cr130.

7.3 Direcții viitoare de cercetare

1. Cercetări privind alegerea materialului de adaos pentru încărcarea pieselor uzate din oțel inoxidabil martensitic;
2. Cercetări privind stabilirea condițiilor de preîncălzire și de sudare a oțelurilor inoxidabile martensitice.
3. În cadrul cercetărilor viitoare voi aborda și fenomenul de coroziune intercristalină la tratamentele termice ale oțelurilor austenitice.

7.4 Diseminarea rezultatelor

Pe parcursul perioadei de doctorat, rezultatele obținute în urma cercetărilor experimentale au fost publicate în următoarele lucrări:

1. COMICI,
V.; ZARA, A.; GIACOMELLI .I; STOICĂNESCU, M. -*Comparative study on the efficiency of the surface heat treatment with concentrated energy sources*, Scientific Research & Education in the Air Force - AFASES . May2018, p147-150;
2. COMICI,
V.; GIACOMELLI, I.; STOICĂNESCU, M.; ZARA, A.: ***Considerations on heat treatments of martensitic stainless steels***, Scientific Research & Education in the Air Force - AFASES . May2018, p143-146.;

3.

COMICI,

V.; GIACOMELLI, I.; STOICĂNESCU, M.: ***Heat Treatments Applied to Martensitic Stainless Steels and the Results Obtained***, RECENT 60, Vol. 21 (2020), No. 1 (60), 2020, pp 34-37, ISSN 2065-4529.

<https://doi.org/10.31926/RECENT.2020.60.034>

4.

STOICĂ

NESCU, M.; GIACOMELLI I.; COMICI, V.; ZARA, A.: ***Heat and thermochemical treatments of austenitic steels and their influence on corrosion resistance***, Materials Today: Proceedings 19 (2019) 963–968;

<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.008>

BIBLIOGRAFIE

1. ALBU, C.D., BREZEANU M.: *Mică enciclopedie de chimie*, Editura Enciclopedică Română, Bucureşti, 1974.
2. AMZA, Ghe., DUMITRU G. M., RĂNDUŞU V.O.: *Tehnologia materialelor*, vol. 1, Editura Tehnică, Bucureşti, 1997.
3. AMZA, GHE.: *Tehnologia materialelor (proiectarea proceselor tehnologice)*, Editura Bren, Bucureşti, 2002.
4. AMZA, GHE. și alii: *Tratat de ştiinţă şi ingineria materialelor*, Editura Academiei Române, Bucureşti 2002.
5. ARCHARD, J.F.: *Contact and rubbing of Flat Surface*, J. Appl. Phys. 24 (8): 981-988, 1953.
6. ARCHARD, J. F., HIRST, W.: *The Wear of Materials under unlubricated Conditions*, Proc, Royal Soc. A-236: 71-73, 1958.
7. ARGHIR, G.: *Termodinamica solidului*, Editura U.T. Press Cluj-Napoca, 2000.
8. ARNELL, R.D. DAVIES, P.B. HALLING, J., WHOMES, T.L: *Tribology – Principles and design applications*, MacMillan Education, Ltd, london, 1991.
9. ASTR, AGIR: *Tratat de ştiinţă şi tehnologia materialelor metalice*, Editura AGIR, Bucureşti, 2011.
10. BALEKICS, M: *Tribologie (Frecare, uzare, ungere)*. Curs. Institutul Politehnic „Traian Vuia”, Timişoara, 1988.
11. BERCEA, I., OLARU, D.: *Tribologia sistemelor mecanice*, Universitatea Tehnică „Ghe. Asachi”, Iaşi, 1998.
12. BOBANCU, Ş., COZMA, R.: *Tribologie. Frecare-Ungere-Uzare*, Universitatea din Braşov, 1995.
13. BOWDEN, F.P., TABOR, D.: *Friction and Lubrication*, London, 1956.
14. BOWDEN, F.P., TABOR, D.: *The Friction and Lubrication of solid, Part I-II*, Oxford at the Clarendon Press, 1964.
15. BRABIE, V., BRATU, C., CHIRA, I.: *Tehnologia elaborării şi turnării oțelului*, Editura Didactică.
16. CARTIŞ, I. GH.: *Tratamente termice*, Editura Facla, Timişoara, 1982.
17. CARTIŞ, I. GH.: *Tratamente termochimice*, Editura Facla, Timişoara, 1988.
18. CHIFU, E.: *Chimie coloidală*, Editura Didactică şi Pedagogică, Bucureşti, 1969.
19. COJOCARU, M.: *Studii şi cercetări de metalurgie*, vol 18, Institutul Politehnic Bucureşti, 1978.
20. COJOCARU, M., FLORIAN, E., CIUCĂ, S., GEAMĂNU, C.: *Particularităţi ale transferului de căldură şi de masă la nitrurarea în gaz şi plasmă*, Metalurgia, 42, (1990), nr.4.
21. COJOCARU, M., FLORIAN, E.: *Comportarea aoniacului în timpul încălzirii, explicată prin mecanismul ionic de adsorbție*, Institutul Politehnic Bucureşti, Metalurgia, 30 (1978), nr. 9.
22. COMICI, V.; ZARA, A.; GIACOMELLI I.; STOICĂNESCU, M. -*Comparative study on the efficiency of the surface heat treatment with concentrated energy sources*, Scientific Research & Education in the Air Force - AFASES . May2018, p147-150;
23. COMICI, V.; GIACOMELLI, I.; STOICĂNESCU, M.; ZARA, A.: *Considerations on heat treatments of martensitic stainless steels*, Scientific Research & Education in the Air Force - AFASES . May2018, p143-146.;
24. COMICI, V.; GIACOMELLI, I.; STOICĂNESCU, M.: *Heat Treatments Applied to Martensitic Stainless Steels and the Results Obtained*, RECENT 60, Vol. 21 (2020), No. 1 (60), 2020, pp 34-37, ISSN 2065-4529.
<https://doi.org/10.31926/RECENT.2020.60.034>
25. CONSTANTINESCU, G.: *Oțeluri inoxidabile și refractare*, Oficiul de Informare documentară pentru aprovisionarea tehnico-materială și controlul gospodăririi fondurilor fixe, Bucureşti, 1982.
26. CONSTANTINESCU, G., CONSTANTINESCU, A.: *Îndrumar pentru utilizarea rațională a oțelurilor inoxidabile și refractare*, Ministerul Economiei Naționale – Oficiul de Informare documentară, Bucureşti, 1989.
27. COZMA, R.: *Elemente fundamentale de tribologie. Frecare-Ungere*, Editura Matrix Rom, Bucureşti, 2004.
28. COZMA, R., BOBANCU, S., CIOC, V.: *Aparate şi dispozitive pentru determinări tribologice*, Editura Matrix Rom, Bucureşti, 2005.
29. COZMA, R., CIOC, V.: *Notions de tribologie et applications pratiques*, Editura Universității Transilvania din

- Brașov, 2008.
30. CRISTEA, D., CUHNA, I., CRIŞAN, A., MUNTEANU, D.: *Straturi subțiri de tip oxinitrură*, Editura Universității Transilvania Brașov, 2004.
 31. CRUDU, I.: *A Principle Tribosystematization and Tribomedelling*, Balkantrib 99, The 3rd International Conference of Tribology, 1999, Iunie, 2-4, Sinaia, România.
 32. CRUDU, I.: *Încercarea materialelor la uzură*, vol I, Editura Tehnică, București, 1983.
 33. CZICHOS, H.: *Tribology – A System Approach to the Science and Wear*, Elsevier Scientific Publishing Company, New York, 1978.
 34. CZICHOS, H., HABIG, K.H.: *Tribologie* Handbuch: Reibung und vieweg, 1992.
 35. CZICHOS, H.: *Tribology*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam-Oxford-New York, 1978.
 36. D'AGOSTINO, V.: *Fondamenti di tribologia*, vol I, CUEN, Napoli, 2002.
 37. D'AGOSTINO, V., GUIDA, D.: *Fondamenti di tribologia*, vol II, CUEN, Napoli, 1997.
 38. DIETER, G. JR.: *Metalurgie mecanică*, Editura Tehnică, București, 1970.
 39. DIMA, A., POPESCU, R., SIMION, M.: *Instalații și procedee de încălzire prin inducție*, Editura Sedcom Libris, Iași, 1997.
 40. DIMA, A., POPESCU, R., VIZUREANU, P.: *Cuptoare și instalații de încălzire*, Editura Sedcom Libris, Iași, 1997.
 41. DINESCU, I., EFTIMIE, L.: *Tehnologia materialelor – curs*, Universitatea „Transilvania”, Brașov, 1995.
 42. DOWSON, D.: *Progress in tribology, a historical perspective*, Proc. Of.
 43. DULĂMITĂ, T., FLORIAN, E.: *Tratamente termice și termochimice*, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1982.
 44. DULĂMITĂ, T.: *Producerea și utilizarea atmosferelor controlate pentru tratamente termice*, Editura Tehnică, București, 1976.
 45. DULĂMITĂ, T.: *Alegerea și tratamentul termic al oțelurilor de scule*, Editura Tehnică, București, 1963.
 46. DUMITRESCU, C., ȘABAN, R.: *Metalurgie. Fizică. Tratamente termice*, Editura Fair Partners, București, 2001.
 47. EFTIMIE, L., DINESCU, I., CĂTANĂ, D.: *Tehnologia materialelor. Tehnologii secundare*, Editura Lux Libris, Brașov, 1998.
 48. FLOREA, R.: *Contribuții la studiul și aplicarea procedeelor de tratament termomecanic*. Teză de doctorat. Universitatea Transilvania din Brașov, 1983.
 49. FLOROIU, A.: *Cercetări teoretice și experimentale privind îmbunătățirea performanțelor pieselor supuse intens uzurii*. Teză de doctorat. Universitatea Transilvania din Brașov, 2009.
 50. FRENE, J.: *Tribologie*, Universite de Poitiers, 1995.
 51. GABOR, C., MUNTEANU D., MUNTEANU A.: *Straturi subțiri cu rol decorativ obținute prin depunere fizică din vapori*, Editura Universității Transilvania din Brașov, 2010
 52. GÂDEA, S., PETRESCU, M.: *Metalurgie fizică și studiul metalelor*, vol I-III, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1983.
 53. GERU, N.: *Teoria structurală a proprietății metalelor*, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1980.
 54. GERU, N. ș.a.: *Materiale metalice. Structură, proprietăți, utilizări*, Editura Tehnică, București, 1985.
 55. GERU, N. ș.a.: *Analiza structurii materialelor metalice*, Editura Tehnică, București, 1991.
 56. GHELEC, E.: *Contribuții la utilizarea și conducederea automată a proceselor de obținere și utilizare a atmosferelor controlate la tratamente termice și termochimice*. Teză de doctorat. Universitatea Politehnica București, 1996.
 57. GHERGHEȘCU, I. *Ecotehnologii de tratament termic*. Curs. 2011.
 58. GIACOMELLI, I., MUNTEANU, A.: *Tratamente termice*, Universitatea din Brașov, 1980.
 59. GIACOMELLI, I.: *Utilajul și tehnologia tratamentelor termice*, Universitatea din Brașov, 1986.

60. GIACOMELLI, I., DRUGĂ, L., SAMOILĂ, C., BOT, D.: *Tehnologii neconvenționale cu transformări de fază*, Editura Lux Libris, Brașov, 2000.
61. GIACOMELLI, I. și col.: *Fizica metalelor*, Editura Universității Transilvania din Brașov, 2000.
62. HÜTTE: *Manualul inginerului. Fundamente*, Editura Tehnică, București, 1996.
63. IOVĂNAȘ, R., NOVAC, GH., CROITORU, I. DRĂGUȚ, L. , BINCHICIU, H.: *Stadiul actual și perspective în domeniul încărcării și recondiționării prin sudare , Noutăți în domeniul tehnologiilor și utilajelor pentru prelucrarea la cald a metalelor*, Brașov, 1993.
64. JOHNSON, K.L. , *Contact mechanics* , Cambridge University Press, 1985.
65. Zvonimir JUGOVIĆ, Z., SLAVKOVIĆ , R. , MILIĆEVIĆ , I., DRAVIĆEVIĆ, S., SAVIĆ, B., SLAVKOVIĆ, N.: *Possibility of obtaining favorable mechanical properties of materials for machine elements exposed to wearing and abrasion* , Metalurgia international, vol XVII (2012) No. 7.
66. KRAGHESKI, I.V., DOBICIN, M.N., KOMBALOV, V.S.: *Osnovi Pascetov na trenie i iznos*, Moscva, Masinostroenie, 1977.
67. LIU, X., YANG, P.: *Analysis of the thermal elastohydrodynamic lubrication of a finite line contact*, Tribology International 35, 2002.
68. LECA, A., MLADIN, E.C., STAN, M.: *Transfer de căldură și de masă*, Editura Tehnică București , 1998.
69. LEVCOVIVI, S., VASILESCU, E., GHEORGHIЕS, L.: *Ingineria suprafetei*, Editura Didactică și Pedagogică, București, 2004.
70. LUCA , V. , ȘERBAN, C.: *Studiul materialelor metalice*, Editura Eastline, Brașov, 1995.
71. MACHEDON, P.T. , ANDREESCU, F.: *Materiale metalice pentru produse sudate*, Editura Lux Libris, Brașov, 1996.
72. MACHEDON, P.T. , MACHEDON, P.E.: *Tehnologia sudării prin topire*, Editura Lux Libris, Brașov, 2009.
73. MANTEA, S. , GERU, N., RĂDULESCU , M., *Metalurgie fizică*, Editura Tehnologică, București, 1970.
74. MANTEA, S., *Metalurgie fizică*, Editura Tehnologică, București, 1970.
75. MARIN, GHE.: *Tehnica vidului și aplicațiile ei în industrie*, Editura Tehnică, București, 1984.
76. MICLOSI, V.: *Îndrumător pentru alegerea oțelurilor – proprietăți, utilizări, corespondențe*, Editura Tehnică, București, 1966.
77. MINKEVICI, A.N.: *Tratamentele termochimice ale metalelor și aliajelor*, Editura Tehnică , București, 1968.
78. MITELEA, I., BUDĂU , V.: *Studiul metalelor. Îndreptar tehnic*, Editura Facla, Timișoara, 1987.
79. MOCANU, D.R. și a.: *Încercarea materialelor. Încercări distructive ale metalelor*, Editura Tehnică, București, 1982.
80. MORARIU, ȘT: *Transformări structurale ale oțelurilor*, Editura Facla, Timișoara, 1984.
81. MUNTEANU, A.: *Probleme și aplicații în tratamente termice și termochimice*, Universitatea Transilvania din Brașov, 1986.
82. NOVAC, GH. , NOVAC, M. , NOVAC, B.: *The influence of stress relief heat treatment on the properties of rotor pelton, reconditioned through welding*, Metalurgia International vol. XVII (2012) No. 1.
83. OLARU, D.: *Tribologie – Elemente de bază asupra frecării, uzării și ungerii*, Institutul Politehnic Iași, 1995.
84. PAVELESCU, D.: *Tribotehnica*, Editura Tehnică, București, 1983.
85. POPESCU, N., ȘABAN, R., BUNEA , D., PENCEA, I.: *Știința materialelor pentru ingineria mecanică*, Editura Fair Partners București, 1999.
86. POPESCU, N., GHEORGHE, C., POPESCU, O.: *Tratamente termice neconvenționale*, Editura Tehnică, București, 1990.
87. POPESCU, R.M.: *Tehnology of Materials*, Editura Lux Libris, Brașov, 2001, ISBN 973-9428-23-1.
88. POPESCU, N., DUMITRESCU, C., MUNTEANU: *Tratamente termice și prelucrări la cald*, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1983.
89. SINCE, J.J., IRRETIER, O.: *Noi aspecte privind tratamentul termic în vid*, Tratamente Termice și Ingineria

- Suprafețelor, nr.1/2010.
90. STOICĂNESCU, M.: *Tratamente termice aplicate materialelor metalice*, Editura Universității Transilvania din Brașov, Brașov, 2014.
91. STOICĂNESCU, M., GIACOMELLI, I.: *Tratamente termice neconvenționale. Îndrumar de lucrări practice*, Universitatea Transilvania , Brașov, 2002.
92. STOICĂNESCU, M.; GIACOMELLI I.; COMICI, V.; ZARA, A.: *Heat and thermochemical treatments of austenitic steels and their influence on corrosion resistance*, Materials Today: Proceedings 19 (2019) 963–968;
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.008>
93. SUCIU, V., SUCIU, M.: *Studiul materialelor*, Editura Fair Partners, 2006.
94. ȘABAN, R.: *Studiul și ingineria materialelor*, Editura Didactică și Pedagogică, R.A. , București, 1995.
95. ȘERBAN , E.C., LUCA, V.: *Tratamente termice*, Editura Eastline, Brașov, 1995.
96. ȘERBAN , E.C.: *Știința materialelor metalice*, Editura Lux Libris, Brașov, 2003, ISBN 973-9428-63-0.
97. ȘERBAN , C., LUCA, V.: *Tratamente termice a materialelor metalice*, Editura Eastline, Brașov, 1995.
98. ȘERBAN, C.: *Materiale metalice*, Editura Lux Libris, Brașov, 2005.
99. ȘTEFĂNESCU, I., TOMESCU, I., CIORTAN , S.: *Materiale utilizate în construcția de mașini. Caracterizare, simboluri, domenii de utilizare*, Universitatea Dunărea de Jos, Galați, vol. I, 1994.
100. TEODORESCU, A.: *Tratamente termice în atmosfere controlate* , Editura Tehnică, București, 1964.
101. TRUȘCULESCU, M., IEREMIA, A.: *Oteluri inoxidabile și refractare*, Editura Facla, Timișoara, 1983.
102. TRUȘCULESCU, M.: *Studiul metalelor*, Editura Didactică și Pedagogică, București , 1977.
103. TRUȘCULESCU, M., MITELEA, I.; TAKACS, O., FÂC, R.: *Influența unor factori tehnologici asupra proporției de ferită din oțelurile inoxidabile austenitice*, Buletinul științific și tehnic al Institutului Politehnic „Traian Vuia”, Timișoara, Seria Mecanică, Tom 29734, Fascicula 1 ,1984.
104. TUDORAN , P.: *Studiul metalelor, metalurgie fizică și tratamente termice*, vol. I, Universitatea din Brașov, 1980.
105. TUDORAN , P.: *Studiul metalelor, metalurgie fizică și tratamente termice*, vol. II, Universitatea din Brașov, 1981.
106. URSACHE, M., CHIRICĂ, D.: *Proprietățile metalelor*, Editura Didactică și Pedagogică, București, 1982.
107. URS (ZARA), A.: *Cercetări privind îmbunătățirea performanțelor pieselor supuse la uzare prin tratamente termice*. Teză de doctorat. Universitatea Transilvania din Brașov, 2011.
108. VERMEŞAN, G., DEAC, V.: *Bazele tehnologice ale nitrurării ionice*, Editura Universității din Sibiu, 1992.
109. VERMEŞAN, G.: *Nitrurareaionică*, Institutul Politehnic Cluj-Napoca, 1988.
110. VERMEŞAN, G., NEGREA, G., ș.a.: *Contribuții privind ingineria suprafețelor, Tratamente Termice și Ingineria Suprafețelor*, nr.1/2001.
111. *** *Acoperiri metalice. Prescripții privind domeniile de utilizare a acoperirilor metalice*, Editat de către ICSITCM, București, 1979.
112. *** *Culegere de STANDARDE comentate*, Oficiul de Informare – Documentare al Industriei Construcțiilor de Mașini, București, 1994.
113. *** *Manualul Sistemului Calității. Ghid pentru implementarea standarelор internaționale ISO 9000*, Centrul Internațional de Comerț UNCTAD/GATT, Organizația Internațională de Standardizare, Editura Tehnică, București, 1997.
114. ***STAS 7324-1975. *Încercările metalelor. Luarea probelor din oțel pentru încercările metalice*.
115. *** ICEM SA București: *Tehnologii de tratamente termice în atmosferă controlată pentru produse din oțeluri speciale*. Brevet de inventie nr.105-619 B1/1992.
116. *** SR EN 10045/1/1993, *Materiale metalice, Încercarea la încovoiere pein şoc pe epruveta Charpy. Partea*

I. Metoda de încercare.

117. *** Colecția revistei „*Tratamente Termice și Ingineria Suprafețelor*”.
118. *** Colecția revistei „*Metalurgia*”.
119. *** Colecția revistei „*Metalurgia Internațional*”.
120. *** SR.EN. 10002.1/1995 – *Încercarea la tracțiune*.
- 121.*** SR.EN.10045.1/1993 – *Încercarea la reziliență*.
- 122.*** STAS R 4400/1-80: *Oteluri standardizate. Oteluri laminate sau trase. Corespondența mărcilor*.
- 123.*** STAS 12403-85: *Otel rezistent la temperaturi scăzute turnat în piese. Mărci și condiții tehnice de calitate*.
- 124.***STAS 3583-87: *Oteluri inoxidabile prelucrate prin deformare la cald. Mărci și condiții tehnice generale de calitate*.
- 125***STAS 10382-88: *Oteluri pentru țevi utilizate la temperaturi scăzute. Mărci și condiții tehnice de calitate*.
- 126.***SR EN 10213-3:1997: *Mărci de oțel utilizate la temperaturi scăzute*.
- 127.***SR EN 10028-4:1997: *Produse plate de oțeluri pentru recipiente sub presiune. Partea 4: Oteluri aliate cu Ni cu caracteristici specificate la temperaturi scăzute*.
- 128.*** STAS 6833-79: *Încercările metalelor. Încercarea de încovoiere prin soc la temperaturi scăzute*.
- 129.*** SR 13170:1993: *Materiale metalice. Încercarea la încovoiere prin soc. Epruvete speciale și metode de evaluare*.
- 130.*** STAS 7511-81: *Încercările metalelor. Încercarea la încovoiere prin soc pe epruvete cu creștătură în V*.
- 131.*** www.jccarter.com/cryogenic/treatment-metals.html, 14 ianuarie 2020, 10:42
- 132.*** www.cryogenicsolutions.com
- 133.*** www.ln2cryo.com
- 134.*** www.coloradocryo.com
- 135.*** www.nims.go.jp/cmg/e/facilities.html, 14 ianuarie 2020, 11.30
- 136.*** www.elsevier.com
- 137.*** www.lincolnelectric.com
- 138.***<https://stainless-steel-world.net/precision-coolant-improves-quality-in-steel-turning/>, 16 decembrie 2019, 15.45
- 139.*** www.amazon.com
- 140.*** www.steel.sandvik.com
- 141.*** www.key-to-steel.com
- 142.*** www.stainless-steel-world.net
143. *** <http://www.siliconfareast.com/edxwdx.htm> , 19 decembrie 2019, 18:32
144. *** <http://revistademetalurgia.revistas.csic.es> , 15 mai 2021, 14.13

ÎMBUNĂTĂȚIREA PERFORMANȚELOR OȚELURILOR INOXIDABILE ÎNALT ALIATE PRIN TRATAMENTE TERMICE

REZUMAT

Posibilitatea de a îmbunătăți performanțele oțelurilor inoxidabile martensitice prin tratamente termice reprezintă o mare provocare pentru o cercetare experimentală.

De la acest considerent am plecat în alegerea tematicii tezei de doctorat. Îmbunătățirea performanțelor oțelurilor inoxidabile înalt aliata transformă oțelurile martensitice în oțeluri inoxidabile cu viață lungă de funcționare.

Având o comportare bună la coroziune (dar inferioară celor din grupa oțelurilor austenitice) și o sudabilitate scăzută, unica soluție pentru a îmbunătăți performanțele acestor oțeluri o reprezintă tratamentul termic. (călire+revenire)

Pentru o cercetare experimentală vastă am considerat că și tratamentele termochimice ar putea aduce îmbunătățiri performanțelor pe care le poate atinge un oțel martensitic.

Crearea unei suprafețe dure și rezistente la coroziune, în timp prelungit de funcționare ar putea fi nitrurarea în plasmă prin stratul format pe suprafețele pieselor din oțel martensitic pentru îmbunătățirea performanțelor acestuia.

Toate acestea se pot certifica, doar după o cercetare experimentală cu încercări de duritate, microduritate, uzură și testări la coroziune, care să probeze eficiența tratamentelor termice și termochimice, prin această teză de doctorat.

RESEARCH ON THE IMPROVEMENT OF HIGHLY-ALLOYED STAINLESS STEELS BY THERMAL TREATMENTS

The ability to improve the performance of martensitic stainless steel through technical treatments presents a major challenge for an experimental research.

Given this recital I have decided the choice of my doctoral thesis subject. The improvement of stainless steel performance turns the martensitic steels into a long running life.

With a good rusting resistance (lower than those from austentic stainless type) and a low weldability, the only way to improve the performance of these steels consists in the use of heat treatment (temper hardening).

Taking into consideration an extensive experimental research I have considered that also the thermochemical treatments should bring improvements to the performances touched by a martensitic steel.

In order to improve the performances, plasma nitriding could create on the martensitic surface steel pieces a hard, durable surface resistant to rusting for a long operating time.

All of this can be certified only after an experimental research where attempts of hardness, microhardness, abrasion and corrosion tests are used to attest the effectiveness of the heat and thermochemical treatments. The entire processus was conducted through this doctoral dissertation.



Curriculum Vitae

Scrieți numele și prenumele

INFORMAȚII PERSONALE

COMICI VALERIU MARIUS



Făgăraș, Strada Tudor Vladimirescu, bloc B, apartament 6

0786021403

valeriu_comici@yahoo.com

Sexul Masculin | Data nașterii 19.11.1988 | Naționalitatea Română

EXPERIENȚĂ PROFESIONALĂ

2012- Prezent	Director Școala Gimnazială „Gheorghe Șincai” Șinca Veche, județul Brașov
2020-Prezent	Profesor inginer, titular, gradul I didactic Liceul Tehnologic „Av Dr. Ioan Șenchea” Făgăraș
2007-2020	Profesor de sprijin/itinerant Colegiul „Aurel Vlaicu” Făgăraș Centrul Școlar de Educație Incluzivă Făgăraș
2003-2007	Profesor inginer Grup Școlar Forestier Codlea
1995- 2003	Profesor inginer Grup Școlar Industrial Făgăraș



Curriculum Vitae

Scrieți numele și prenumele

EDUCAȚIE ȘI FORMARE

Curs Metodist- DOCTUS Sibiu
Curs Formator- DOCTUS Sibiu
Curs Mentor – DOCTUS Sibiu

2013-2015 Studii post univesrsitare „Management Educațional”
Universitatea „Lucian Blaga” Sibiu

2008-2011 Facultatea de Științe Economice și Administrarea Afacerilor,
Specializarea MANAGEMENT
Universitatea „Transilvania” Brașov

2004=2006 Studii post universitare „Informatică. Tehnologia informației și
comunicării”
Universitatea „Transilvania” Brașov

1999-2000 Studii aprofundate Inginerie Managerială
Specializarea „Optimizarea Echipamentelor de Sudare”
Facultatea Știință și Ingineria Materialelor
Universitatea „Transilvania” Brașov

1990-19995 Facultatea Știință și Ingineria Materialelor
Specializarea „Utilajul și Tehnologia Sudării”
Universitatea „Transilvania” Brașov

Permis de conducere B

PERSONAL INFORMATION	COMICI VALERIU MARIUS		
	<p>📍 Făgăraș, Tudor Vladimirescu street, block C, staircase B, Ap.</p> <p>📞 0786021403</p> <p>✉️ valeriu_comici@yahoo.com</p> <p>⌚</p>		
	MASCULINE	19.11.1968	Romanian nationality
PROFESSIONAL EXPERIENCE			
2012 - PRESENT	SCHOOL PRINCIPAL - „GHEORGHE ȘINCAI” - SECONDARY SCHOOL - Șinca Veche, Brașov;		
2020 - PRESENT	PROFESSOR OF ENGINEERING, - HOLDER, 1 ST GRADE TEACHER, TECHNOLOGICAL HIGH SCHOOL „DR. IOAN ȘENCHEA” FĂGĂRAŞ;		
2007-2020	TRAVELING TEACHER/ SUPPORT TEACHER - „AUREL VIJOLI” COLLEGE, FĂGĂRAŞ; „FĂGĂRAŞ INCLUSIVE EDUCATION SCHOOL CENTER”		
2003-2007	PROFESSOR OF ENGINEERING „CODLEA FOREST SCHOOL GROUP”		
1995-2003	PROFESSOR OF ENGINEERING „FĂGĂRAŞ INDUSTRIAL SCHOOL GROUP”		
EDUCATION AND TRAINING			

	<p>Methodist Course - DOCTUS, SIBIU; Trainer Course - DOCTUS, SIBIU; Mentor Course - DOCTUS, SIBIU;;</p>
2013-2015	<p>Postgraduate studies „Educational Management” - „Lucian Blaga” University of Sibiu;</p>
2008-2011	<p>Faculty of „Economic Sciences and Business Administration”, specialization - „Management”, „Transilvania” University of Brașov;</p>
2004-2006	<p>Postgraduate studies „Informatics. Information and communication technology”, „Transilvania” University of Brașov;</p>
1999-2000	<p>Advanced Studies in „Management Engineering”, specialization - „Optimization of welding equipment” – Faculty of „Materials Science and Engineering”, „Transilvania” University of Brașov;</p>
1990-1995	<p>Faculty of „Materials Science and Engineering”, specialization - „Welding Equipment and Technology”, Transilvania” University of Brașov.</p>

DRIVING LICENSE B