

APROBAT

Secția AȘM Științe exacte și
ingineresti
Coordonatorul secției
dr.hab. Svetlana COJOCARU

APROBAT

Agenția Națională pentru Cercetare și
Dezvoltare
Director general
dr. hab. Olga TAGADIUC

Semnătura _____

Data: _____

Semnătura: _____

Data: _____

RAPORT FINAL
privind executarea proiectului bi/multilateral

**18.80013.16.02.01/ERA.Net, "Dezvoltarea unei metode de îmbunătățire a
proprietăților materialelor prin combinarea deformării plastice în volum și la
suprafață", anii 2018-2020, 36 luni**

Direcția Strategică: **1 Materiale, tehnologii si produse noi (programa 16.02, 5007)**

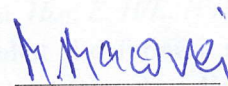
Conducătorul proiectului:

Daria GRABCO, dr.hab., prof.



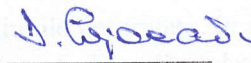
Directorul organizației:

Mihai MACOVEI, dr.hab.



Consiliul științific/Senat

Ion COJOCARU, dr.



Chișinău 2021

1. Scopul general al proiectului conform formularului de aplicare

Conceptul general al proiectului este de a dezvolta o abordare unificată a studiului mai multor procese diferite în care este indusă deformarea plastică intensivă (severă): procesele convenționale de micro deformare plastică intensivă (mDPI), procesele de deformare în apropierea interfețelor de frecare în timpul testelor convenționale de frecare uscată.

2. Obiectivele proiectului conform formularului de aplicare

1. Dezvoltarea tehnologiei de obținere a probelor supuse deformării plastice intensive în volum cu tratament chimic ulterior pe suprafață transversală pentru a evidenția un gradient de nanostructură a materialului din apropierea suprafeței deformate a probei.

2. Importanța cercetării propuse este că rezultatele obținute în cadrul proiectului vor fi utilizate pentru obținerea caracteristicilor mecanice îmbunătățite necesare ale implanturilor dentare din oțel anticoroziv AISI 316L de înaltă calitate.

3. Acțiunile planificate pentru realizarea scopului și obiectivelor proiectului

1. Proiectul se va concentra pe studiul deformării plastice intensive (severe) într-un strat superficial îngust de deformare microplastică: nanoindentare instrumentală, microindentare cvasi-statică, indentare cu indenterul în mișcare (indentare microscratching) și frecare de tip metal/metal și metal/abraziv.

2. Pentru aceste studii, vor fi utilizate metode care nu sunt de obicei utilizate în testele asociate cu deformarea plastică severă masivă, și anume, studii microscopice ale suprafeței metalului deformat în combinație cu metoda de gravare chimică, studii utilizând microscopia de forță atomică și microscopia interferometrică.

4. Acțiunile realizate pentru atingerea scopului și obiectivelor proiectului

1. A fost investigată influența diferiților factori externi (sarcina asupra indenterului P , temperatura T la care se efectuează deformarea și durata aplicării sarcinii τ) asupra modificării microstructurii și durității probelor de oțel AISI 316L, oțel Ct1 și aliaj de fier supuse unei sarcini concentrate, și anume, acțiunii de indentare. Au fost stabilite principalele particularități ale procesului de deformare și a fost înaintată interpretare fizică a legităților constatate.

2. Au fost efectuate cercetările parametrilor nano-micromecanici (H_{NI} , H_{MI} , E , H/E , H^3/E^2 , h_{e-p}) și structurii zonei deformate pe probele de oțel AISI 316L drept rezultat al deformării plastice intensive (DPI), în special prin microindentare cvasistatică și sclerometrică (metoda indenterului în mișcare), care sunt similare, respectiv, cu micro-șoc și act elementar de frecare.

3. Au fost studiate regularitățile creării structurilor defectuoase în regiunile deformate. În jurul amprentelor apare fluxul plastic al materialului la suprafață sub formă de coline datorită mecanismului de deformare dislocațional *intragranular* pentru sarcini mici și celui *intergranular* și rotațional pentru sarcini mari.

4. Cercetările efectuate la etapa actuală au demonstrat că mecanismul de deformare în regim de DPI a oțelului AISI 316L în mare măsură este determinat de forma geometrică a indenterului și starea de tensiune, creată în zona de contact "indenter-proba".

5. Rezultatele obținute

5.1. Obiectivele și sarcinile propuse spre realizare pentru etapa de raportare

Materialele pentru tehnologiile moderne sunt largi și variate atât în compoziție, cât și în structura lor. Acestea sunt metale, ceramică, sticle, polimeri, produse de dimensiuni mari și dimensional limitate, materiale mono- și policristaline voluminoase și eșantioane mici până la folii și acoperiri micro- și nanostructurate. Unul dintre materiale răspândite în tehnică este oțelul inoxidabil, care a fost inventat acum aproximativ 80 de ani.

De-a lungul anilor, compoziția oțelului inoxidabil s-a schimbat și s-a îmbunătățit în conformitate cu cerințele vieții, dobândind noi calități, și până acum oțelul inoxidabil a ocupat unul dintre locurile de frunte dintre cele mai importante materiale din lume. Acest lucru se aplică în totalitate oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L. Gama aplicației acestui tip de oțel este incredibil de largă. Proprietățile anticorozive excelente ale oțelului inoxidabil, precum și rezistența mecanică și ductilitatea fac ca acesta să fie extrem de solicitat în multe industrii, cum ar fi produsele alimentare, petrochimice, miniere, hârtie și celuloză, construcții, construcții navale. Se folosește la fabricarea instrumentelor medicale și a bijuteriilor. În plus, domeniul de aplicare al oțelului inoxidabil AISI 316L este în continuă creștere în noi domenii ale economiei, cum ar fi biotehnologia, protecția mediului etc.

O astfel de utilizare practică pe scară largă a oțelului inoxidabil AISI 316L necesită, alături de proprietățile lui chimice speciale, prezența unor parametri mecanici înalți, care pot fi o garanție a funcționării pe termen lung și de înaltă calitate a produselor din acest oțel. Proprietățile mecanice (elasticitatea, duritatea, plasticitatea, viscozitatea etc.) caracterizează capacitatea unui material de a rezista la deformare și distrugere [1-7]. Anterior, s-a efectuat o mulțime de lucrări în ceea ce privește studiarea proprietăților macromecanice ale oțelului inoxidabil AISI 316L (macroduritate Brinell și Rockwell, rezistență la curgere, rezistență la rupere etc.) [8-10], apoi, luând în considerare solicitările practicii, a fost necesar să se studieze caracteristicile micro- și nanomecanice (microduritatea prin metodele Vickers și Knoop, nano-duritatea prin metoda Berkovich, modulul de elasticitate, plasticitate, rezistență la fisurare etc.) [3,6,11]. Mai mult ca atât, în diferite domenii de aplicare, este necesară o combinație diferită de parametri mecanici, de exemplu, duritate ridicată combinată cu elasticitate ridicată, duritate ridicată combinată cu plasticitate ridicată, o valoare variabilă a durității de la suprafață spre volumul probei. Cu privire la aceasta, mecanismul de deformare al oțelului este studiat în diferite tipuri de aplicații de sarcină [7,12-15] și sunt dezvoltate multe modalități de modificare a parametrilor mecanici ai oțelului inoxidabil AISI 316L [3,6,8,9,16-20].

Durificarea suprafeței oțelului este foarte importantă pentru diferite domenii de aplicare. Multe metode existente pentru durificarea suprafeței oțelurilor, de regulă, utilizează două abordări diferite [21]. Prima este acumularea premeditată sau adăugarea unui nou strat pe suprafața oțelului (depunerea unui metal topit pe o suprafață metalică, pulverizare termică, acoperire electrochimică etc.) și este utilizată pentru durificarea suprafețelor mari [3,8,16,17]. A doua abordare modifică suprafața sau stratul aproape de suprafață al oțelului însuși fără acumulare specială sau creșterea dimensiunii piesei. Această abordare permite durificarea locală, selectivă (încălzire și călirea, nitrurare selectivă, difuzie de titan-carbon, implantare de ioni, călirea cu laser etc.) [6, 9, 18]. Utilizarea celei de-a doua abordări are un avantaj față de prima prin faptul că elimină problemele de aderență a stratului la substrat, nu afectează dimensiunea finală a pieselor care trebuie durificate și este adesea mai ieftină.

Cu toate acestea, ambele abordări sunt utilizate pe scară largă în tehnologia modernă și fiecare dintre ele are propriul său domeniu specific de aplicare [21, 22]. Combinația dintre o suprafață dură și un spațiu interior mai moale este foarte valoroasă, deoarece astfel de obiecte pot rezista la sarcini foarte mari fără a se rupe și au o rezistență ridicată la oboseală.

Obținerea de materiale cu proprietăți mecanice variabile de la suprafață în volumul probei este de un interes deosebit pentru medicină. Acest lucru se datorează faptului că medicina modernă folosește pe scară largă implanturi, în special în chirurgie și stomatologie. Pentru proprietățile materialelor-candidate sunt impuse cerințe foarte stricte. În primul rând, aceste materiale trebuie să fie biocompatibile cu corpul uman și trebuie să fie cât mai posibil inerte pentru a reduce coroziunea lor și eliberarea de ioni și particule după implantare. Proprietățile mecanice joacă, de asemenea, un rol principal în selectarea materialelor-candidate la fabricarea implanturilor folosind atât prima, cât și a doua abordare, în funcție de scopul lor practic [23-25].

Una dintre noile metode de modificare a proprietăților mecanice este deformarea plastică intensivă (DPI). Există diferite tipuri de DPI: torsiune la presiune înaltă, presare unghiulară cu canal egal, procesul de concordanță etc. Analiza principalelor procese de deformare plastică intensivă (severă) volumetrică este prezentată în [26-30]. Spre deosebire de procesele tradiționale de fasonare a metalelor, în procesele DPI, un design special al echipamentelor păstrează forma semifabricatelor sau păstrează integritatea semifabricatului în cazul unei modificări a formei lui [26]. În plus, presiunea hidrostatică ridicată întârzie apariția fracturilor fragile-plastice în astfel de procese.

Materialele obținute cu DPI sunt deja utilizate pe scară largă în tehnologia modernă. Acestea sunt produse filetate de înaltă rezistență pentru a fi utilizate ca elemente de fixare, utilizate pe scară largă în industria aeronautică și auto, precum și în practica medicală, știfturi pentru testarea oboselii ciclice reduse etc. [31].

Însă trebuie de remarcat faptul că nu toate domeniile de activitate necesită materiale supuse DPI volumetrică. Deci, implanturile utilizate în stomatologie și chirurgia oaselor ar trebui să aibă o structură similară cu structura dinților și oaselor, care au o structură și o rezistență inegale în apropierea suprafeței și a volumului. De exemplu, duritatea părții superioare a unui dinte uman (smalt) este de 7 ori mai dură decât partea interioară (dentină) și este egală cu 4,25 GPa și respectiv 0,6 GPa [32]. Prin urmare, este de interes de creat o micro DPI (mDPI) într-un strat de suprafață îngust al materialului. O astfel de cercetare necesită metode care nu sunt de obicei utilizate în cazul DPI volumetrică. Deci, în lucrările [33-37] pe probe de alamă, cupru și oțel-carbon ST-3, au fost efectuate studii ale microstructurii în apropierea suprafeței de frecare, în zona de contact la sarcină concentrată locală și la sarcina de șoc.

După tipul lor, aceste metode de durificare a suprafeței trebuie să fie atribuite celei de-a doua abordări, deoarece ele modifică zona aproape de suprafață fără a adăuga un strat special și fără a majora dimensiunea eșantionului. S-a dovedit că specificul deformării în toate aceste mDPI are caracteristici similare. Studiile au arătat că microstructura unui strat de suprafață îngust diferă semnificativ de microstructura în volum. Unul dintre cele mai importante rezultate ale acestor studii a fost că deformarea plastică a microstructurii materialului are loc prin scăderea mărimii granulelor [38].

În nemijlocita vecinătate a suprafeței de contact, precum și la suprafață, dimensiunea granulelor atinge gradul maxim de fragmentare, obținând o structură nanometrică. Când distanța de la suprafața de contact "instrument-proba" crește, mărimea granulelor deformate la fel crește, iar gradul de rotație scade. Luând în considerație complexitatea proceselor din cadrul mDPI, a fost pusă problema să se continue cercetarea în această direcție. Au fost planificate cercetările parametrilor nano-micromecanici și structurii zonei deformate pe probele de oțel AISI 316L drept rezultat al deformării plastice intensive (DPI), în special prin microindentare cvasistatică și sclerometrică (microscratching, metoda indenterului în mișcare), care sunt similare, respectiv, cu micro-șoc și act elementar de frecare.

Pentru detectarea zonelor micrometrice formate la mDPI, a fost utilizat tratamentul chimic selectiv al probelor deformate în combinație cu microscopia optică de reflecție (MO), microscopia optică interferometrică (MOI) și microscopia forței atomice (AFM), care permit vizualizarea reliefului fin al suprafețelor deformate.

5.2. Rezultatele științifice ale cercetărilor efectuate în cadrul proiectului pentru etapa de raportare

5.2.1. Parametrii nano- și miromecanici ale oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L

Proprietățile mecanice caracterizează posibilitatea materialului de a se opune deformației și distrugerii. Proprietățile mecanice - elasticitatea, duritatea, plasticitatea, viscozitatea, rezistența la oboseală și alunecare, cât și altele sunt în majoritatea cazurilor de bază în alegerea adecvată a unui metal. Cunoașterea proprietăților mecanice este importantă atât pentru constructori, cât și pentru tehnologi. Pentru materialele care funcționează în calitate de materiale constructive aceste proprietăți sunt determinative. O mare influență asupra modificării proprietăților de durabilitate ale materialelor o aduce valoarea sarcinii aplicate. De regulă rezistența materialului se micșorează odată cu majorarea sarcinii.

Influența devine cu mult mai pronunțată când simultan cu sarcina crește și temperatura la care se petrece aplicarea forței externe. Acest aspect, în particular dependența microdurității de valoarea solicitării, se află de mult timp în atenția cercetătorilor, fiind început odată cu observarea unei necorespunderi dintre valoarea măsurată a macrodurității și microdurității pentru același material și în condiții similare. La fel este cunoscut faptul că majorarea temperaturii de deformare micșorează valoarea durității [39]. Cu toate acestea legăturile generale ale acestei influențe asupra metalelor nu au fost pe deplin definitive. Aceasta se datorează, în marea majoritate, prezenței unui șir destul de impunător de factori, cu o pondere mai mare sau mai mică, care contribuie independent sau în comun cu alți factori la valoarea finală a microdurității.

Luând în considerație cele menționate, lucrarea a urmărit stabilirea influenței unor factori (valoarea sarcinii aplicate la indenter P și temperatura deformării T) asupra modificării proprietăților mecanice ale probelor din oțel inoxidabil AISI 316L și oțel simplu Ct1 supuse acțiunii sarcinii concentrate, și anume, acțiunii de nanoindentare, microindentare și submacroindentare.

Prin metoda de nanoindentare cu indenterul Berkovich, utilizând metoda Oliver-Pharr, au fost determinați parametrii de duritate și plasticitate a oțelului inoxidabil AISI 316L [40]. Metoda de microindentare cvasistatică cu indenterul Vickers a fost folosită pentru testarea

oțelului simplu Ct1. Cercetarea zonei deformate din jurul amprentelor prin diferite metode fizice (microscopia optică, microscopia de forță atomică, tratament chimic selectiv) este un instrument important pentru determinarea mecanismului de deformare a materialelor și prezicerea performanței lor la exploatare. În acest scop au fost cercetate zonele deformate din jurul amprentelor pentru a determina gradul de nanostructurare a materialului în dependență de valoarea sarcinii aplicate.

5.2.2. Factorul valorii sarcinii aplicate la oțel inoxidabil AISI 316L

Vom urmări în primul rând influența valorii sarcinii aplicate asupra proprietăților de duritate ale materialelor cercetate. În Figura 1 sunt prezentate dependențele $H(P)$ și $E(P)$ pentru oțel inoxidabil AISI 316L.

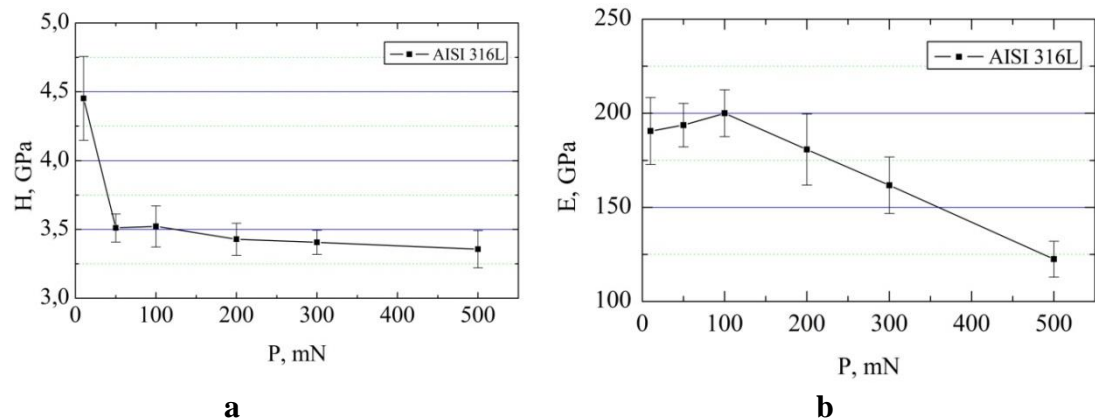


Fig. 1. Variația grafică de nanoduritate (H) și modulul Young (E) a oțelului AISI 316L odată cu creșterea sarcinii aplicate la indentor

După cum reiese din Fig. 1a oțelul AISI 316L posedă o duritate înaltă, egală cu 3.4 GPa, aproximativ de 1.7 ori mai mare decât oțelul Ct1 și aliaje simple de fier. Majorarea accentuată a valorii durității H , cunoscută ca efectul de scară (Indentation Size Effect), se manifestă pentru $P < 50$ mN, iar o ușoară scădere a modulului Young se evidențiază la sarcini $P < 100$ mN. Pe lângă aceasta curbele $P(h)$ (Figura 2) demonstrează o plasticitate înaltă a oțelului AISI 316L având o restabilire a amprentelor în jur de (10-15)% după înlăturarea sarcinii.

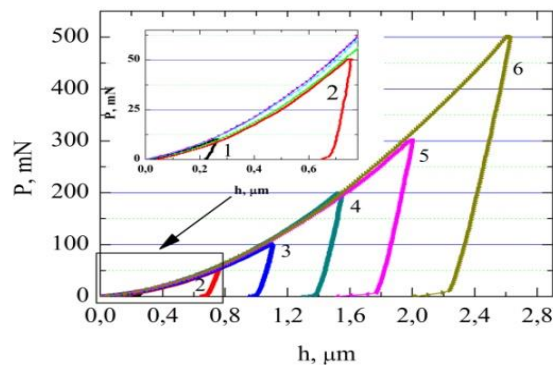


Fig.2. Diagramele „încărcare-descărcare” $P(h)$ obținute pentru diferite valori ale sarcinii maximele $P_{\max}=(10\div 500)$ mN. Curbele P , mN : 1 – 10, 2 – 50, 3 – 100, 4 – 200, 5 – 300, 6 – 500.

Cercetările efectuate la microscopul de forță atomică (AFM) (Figura 3) au confirmat participarea diferitor mecanisme de deformare plastică la procesul de indentare a oțelului AISI 316L: a – intergranular; b, c – intragranular și rotațional. Această concluzie a fost făcută pe baza analizei reliefului suprafeței din jurul amprentelor depuse cu diferite sarcini maxime P_{max} : 10, 50, 100, 200, 300, 500 mN. Laturile amprentei depuse cu 10 mN sunt netede, două din ele fiind ușor convexe iar al treilea formează o linie dreaptă (Figura 3a). Suprafața din jurul amprentei este uniform ridicată, formând coline lângă două laturi ale amprentei, pe când lângă al treilea latură relieful rămâne neschimbat. Acest rezultat dovedește în favoarea mecanismului dislocațional intergranular. Cu totul altă imagine se descoperă când amprentele sunt depuse cu sarcini mai mari, 100 și 500 mN (Figura 3 b,c).

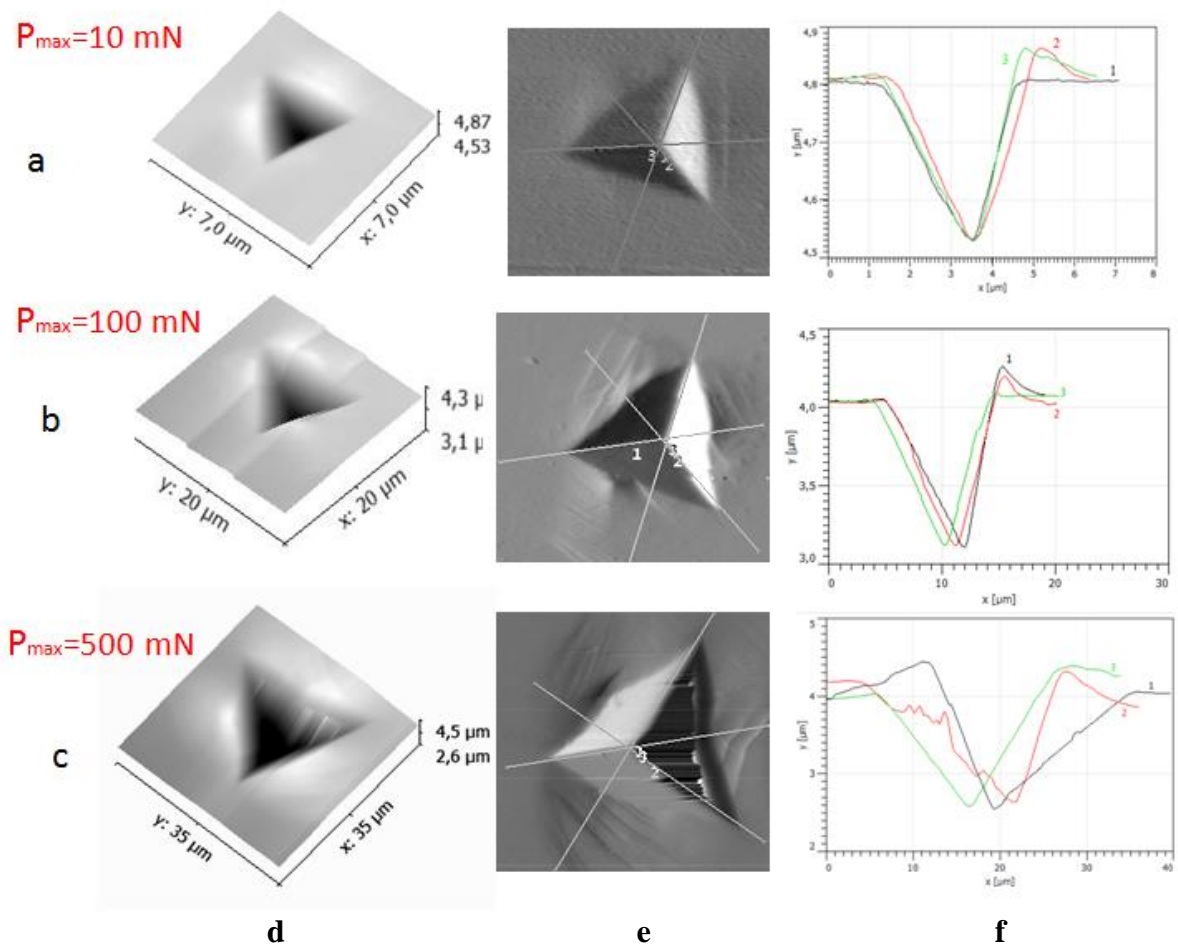


Fig. 3. Imaginea microstructurii suprafeței din regiunea amprentelor depuse pe oțel AISI 316L la sarcinile P_{max} , mN: rândurile orizontale: **a** – 10, **b** – 100 și **c** – 500; coloanele verticale: **d** – imaginea 3D a amprentelor, **e** – imaginea 2D a amprentelor, **f** – imaginea profilului amprentelor

Trecerea la sarcini mari este însoțită de modificarea esențială a reliefului suprafeței din împrejurimea amprentelor. Forma amprentelor devine alterată, laturile apar convexe-concave, iar pe suprafața din jurul amprentelor se creează benzi de alunecare orientate în variate direcții (Figura 3 b,c). Efectul este cauzat, pe de o parte, de procesele de alunecare în interiorul

granulelor care sunt orientate în mod diferit în împrejurimea amprentelor, pe de alta parte, de plasticitate intergranulara si rotatională.

5.2.3. Procesele de relaxare la nanoindentare

În plus la proprietățile analizate mai sus din punct de vedere practic un interes major prezintă și parametrii de relaxare care sunt relevați prin analiza curbelor $P(h)$ la etapa de descărcare [41, 42].

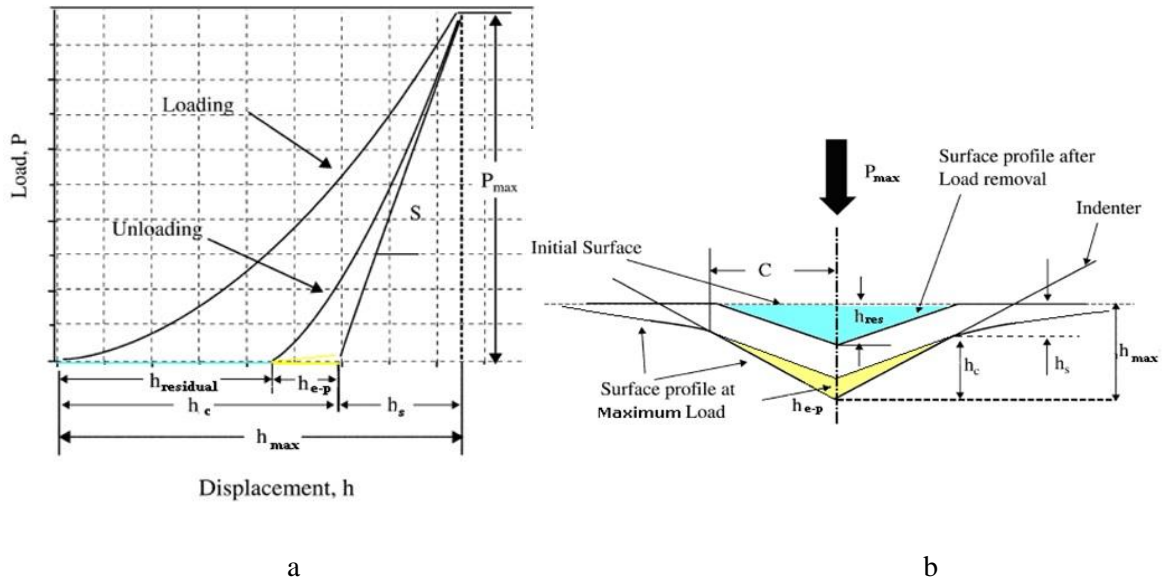


Fig. 4. Diagrama tipică ”sarcina-deplasare”, $P(h)$. a – care evidențiază repartizarea adâncimii maximele (h_{max}) a indentorului în patru părți componente (h_c , h_s , h_{res} , h_{e-p}) în decursul procesului de încărcare-descărcare la indentarea instrumentală și b – distribuția schematică a acestor componente în volumul materialului testat pe secțiunea transversală.

Acești parametri sunt:

h_c - adâncimea contactului indentor-probă la aplicarea sarcinii maximele;

h_s - adâncimea zonei de covoire elastică a suprafeței probei la aplicarea sarcinii maximele;

h_{e-p} - partea componentă din adâncimea amprentei care se restabilește elasto-plastic după descărcarea completă a sarcinii;

h_{res} - adâncimea reziduală (residual, *engl.*) a amprentei după descărcarea completă a sarcinii.

Astfel după cum arată rezultatele prezentate (Figura 4), efectul încărcării locale în dinamica este un proces pe mai multe niveluri, cuprinzând în dependență de valoarea sarcinii P_{max} diferite mecanisme de deformare, variind consecutiv de la cele elastice la elasto-plastice, plastice dezvoltate și uneori plastico-fragile până la atingerea unei sarcini maximele predeterminate. De-a lungul perioadei de penetrare a indentorului procesul de deformare este însoțit de un alt proces sincron invers care duce la relaxarea structurii defectuoase formate în material sub acțiunea sarcinii. Ca urmare a apariției structurii defectuoase, energia internă în zona de deformare crește dramatic, de aceea structura atomică a materialului chiar de la începutul procesului de adâncire a indentorului constant se rearanjează astfel încât să minimizeze energia internă a corpului. Drept rezultat al acestor deplasări interne ale atomilor este prezența pe curbele $P(h)$ a diferitor efecte, cum ar fi „serration”, „pop-in” efecte, complicarea structurii rozetelor dislocațiunile cu creșterea sarcinii aplicate și altele [43]. Cu

toate acestea, deformarea materialului nu se finalizează aici. Structura defectuoasă generată începe să relaxeze și mai intensiv la momentul atingerii valorii maxime a sarcinii P_{max} și reducerea ei până la descărcare completă, ceea ce duce la restabilirea adâncimii amprenteii (etapa de descărcare pe curbele $P(h)$). După îndepărtarea completă a indentorului din mostră, structura defectuoasă continuă să se recupereze mai lent în timp îndelungat. Pentru diferite materiale deformarea elastică și elasto-plastică în raport cu cea maximală este diferită. Analiza curbelor $P(h)$ ne permite estimarea parametrilor de relaxare și astfel determinarea contribuției de deformare elastică și plastică în transferul de masă la formarea amprenteii.

În Figura 5 sunt prezentați parametrii care caracterizează adâncimea zonei de covoiere elastică a suprafeței probei de oțel AISI 316L la aplicarea sarcinii maxime, h_s , restabilirea elasto-plastică, h_{e-p} , și deformarea plastică remanentă, h_{res} în funcție de sarcină aplicată.

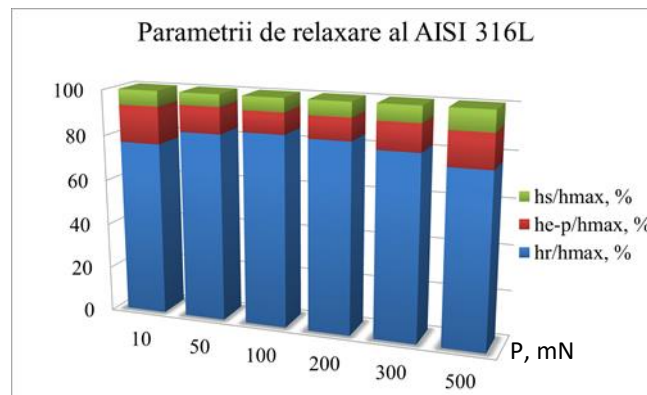


Fig. 5. Distribuția relativă a parametrilor de relaxare h_s/h_{max} , h_{e-p}/h_{max} și h_{res}/h_{max} al oțelului AISI 316L în funcție de valoarea sarcinii aplicate

După cum reiese din diagrama prezentată procesul de relaxare se petrece în oțelul AISI 316L neuniform în dependența de valoarea sarcinii aplicate. Covoierea elastică a suprafeței probei din jurul amprenteii (h_s/h_{max}) crește treptat cu majorarea valorii sarcinii. Însă restabilirea elasto-plastică maximală (h_{e-p}/h_{max}) are loc la sarcina de 10 mN și 500 mN, pe când la sarcini medii 100 și 200 mN ea are valori minime. Modificarea parametrului (h_{res}/h_{max}) este în dependența de comportarea celor doi parametri precedenți demonstrând cea mai mică valoare la sarcinile 10 și 500 mN, iar la sarcini medii adâncimea reziduală devine mai mare.

Vom analiza în continuare modificarea altor parametri de plasticitate și rezistență care la fel ne lărgesc informația despre comportarea mecanică a materialelor când ele sunt supuse acțiunilor externe. Indicii plasticității (H/E) și a rezistenței (H^3/E^2) sunt parametri mecanici importanți care determină ductilitatea și durabilitatea produselor în dependență de valoarea sarcinilor externe la care ele sunt supuse în cursul utilizării [44, 45]. Modificarea parametrilor H/E și H^3/E^2 drept funcție de valoarea sarcinii aplicate în cazul nostru este prezentată mai jos.

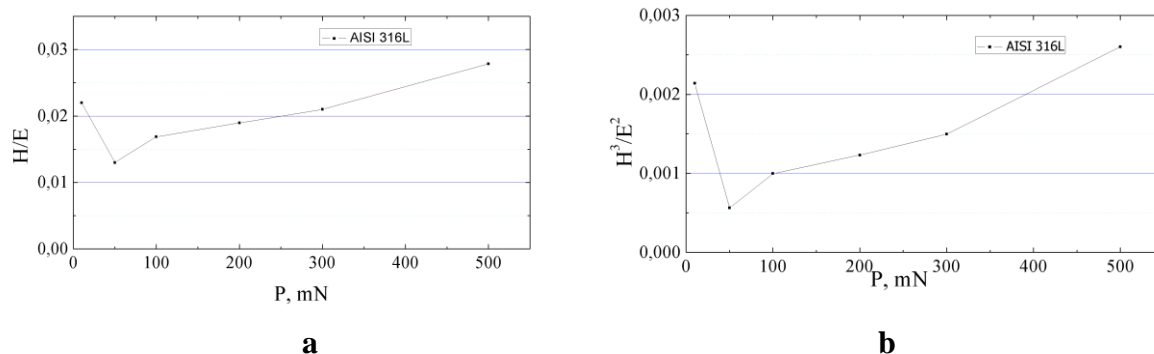


Fig. 6. Modificarea indicelui de plasticitate (H/E) și a indicelui de rezistență (H^3/E^2) a oțelului AISI 316L în dependență de valoarea sarcinii aplicate la indenterul P

Din Figura 6 reiese că ambii parametri demonstrează un minimum la sarcina de 50 mN. Însă la sarcini mai mari valorile H/E și H^3/E^2 treptat se majorează. După cum se știe, acești parametri au mare importanță pentru aprecierea rezistenței materialelor la distrugeri fragile și la uzură: cu cât mai mari sunt acești parametri cu atât mai înaltă este plasticitatea materialului și rezistența lui la uzură. Deci, majorarea parametrilor H/E și H^3/E^2 la sarcini $P > 50$ mN este datorată creșterii rezistenței materialului la adâncimi mai mari de penetrare a indenterului.

5.2.4. Factorul valorii sarcinii pentru oțel Ct1 și aliaj de fier.

La etapa următoare vom lua în considerare efectul sarcinii aplicate asupra modificării durității pentru oțel Ct1 și aliaj de fier care au fost supuse deformării la micropenetrare, adică la sarcini mai mari decât cele utilizate pentru oțelul AISI 316L (deformarea la nanoindentare).

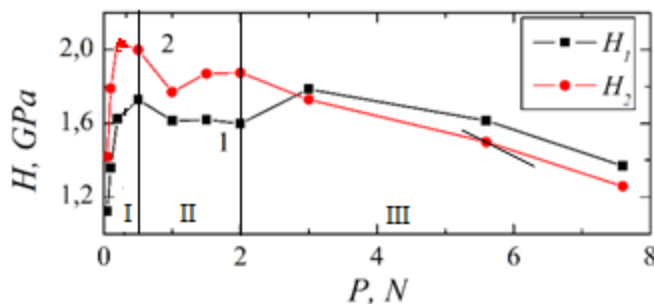


Fig. 7. Dependența durității de valoarea sarcinii aplicate, $H=f(P)$. 1 – oțel Ct1; 2 – aliaj de Fe

Curbele din Figura 7 reprezintă o modificare grafică a durității metalelor de Ct1 și a unui aliaj de fier, cu creșterea sarcinii aplicate indenterului la temperatura de cameră. Din analiza cursului general al dependențelor se poate observa schimbarea valorilor durității cu creșterea P și non-monotonia acestor dependențe. Dependențele $H=f(P)$ pentru probele de metal studiate demonstrează că curbele pot fi divizate cu un anumit grad de aproximare în trei intervale de sarcină, în care valorile durității suferă modificări specifice. Deci, este posibil să se distingă: (i) intervalul I: $P=0.05-0.5$ N; (ii) intervalul II: $P = 0.5-2.0$ N; (iii) intervalul III: $P=2.0-7.6$ N.

După cum vedem, intervalele I și II se referă la caracteristicile de *sub-microduritate* și *microduritate*, iar intervalul III descrie parametrul de *sub-macroduritate*. În acest sens, probele

metalice studiate au următoarele caracteristici. Intervalul I se caracterizează prin aceea că valorile durtății cresc treptat cu creșterea sarcinii. Intervalul III demonstrează o scădere destul de monotonă a valorii de H atunci când mărimea sarcinii crește. Și cel mai instabil din punct de vedere al modificărilor de duritate este intervalul II, în care duritatea scade sau crește cu majorarea P . În ceea ce privește scăderea mai monotonă a durtății la sarcini $P > (2.0)$ N, aceasta este tipică pentru ambele eșantioane studiate și coincide cu datele bibliografice [39]. Un interes deosebit prezintă natura schimbărilor ale dependenței $H = f(P)$ în intervalul II, unde duritatea oscilează într-un anumit interval de valori.

Cele trei intervale evidențiate diferă de asemenea și prin microstructura zonei deformată din jurul amprentelor. Spre exemplu, Figura 8 ne prezintă aspectul amprentelor aplicate la două sarcini, care se referă, respectiv, la intervalele II și III. Diferența în formarea zonei plastice este vizibilă. Zona deformată din jurul amprentei la sarcina 0.5 N se extinde practic într-o singură granulă, și amprenta are formă a unui pătrat regulat (Figura 8a). În timp ce deformarea în vecinătatea amprentei depuse cu 3.0 N captează suprafața mai multor granule, ceea ce duce la o distorsiune semnificativă a laturilor amprentei datorită rotirii granulelor deformată în direcții diferite (Figura 8b).

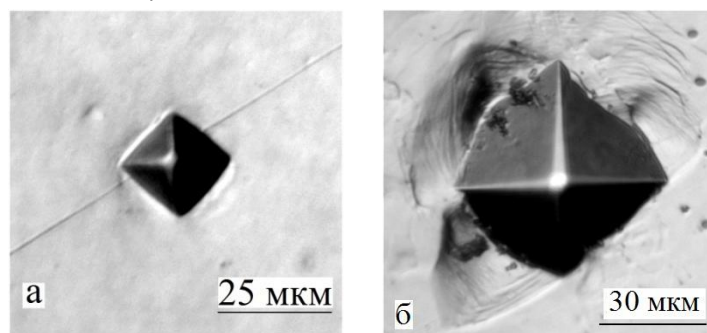


Fig. 8. Microstructura suprafeței din jurul amprentelor, depuse pe oțel Ct1 cu diferite sarcini.
 P , N: a – 0.5; b – 3.0

Acest rezultat indică implicarea diferitelor mecanisme de deformare atunci când se schimbă valoarea sarcinii aplicate. Aici se poate de făcut legătura cu dimensiunea granulelor în metalele policristaline studiate. Figura 8a se referă la intervalul II (regiunea de microduritate) unde zona deformată de lângă amprentă acoperă una sau două granule și este în mare măsură realizată prin mecanismul dislocațional *intragranular*. La rândul său, intervalul III descrie regiunea de *sub*-macroduritate (Figura 8b), zona deformată din jurul amprentelor acoperă mai multe granule, astfel încât mecanismul de deformare este semnificativ complicat datorită activării mecanismului de deformare dislocațională *intergranulară*, rotațională, migrării granițelor granulare și mișcării granulelor ca unul întreg. Vom remarca faptul că rezultatele obținute demonstrează aceeași tendință, care a fost stabilită în [33] pe oțeluri de altă compoziție chimică.

5.2.5. Efectul temperaturii asupra proprietăților mecanice ale probelor metalice.

Să analizăm în continuare modul în care factorul de temperatură afectează procesele transformărilor structurale. Ca rezultat al studiilor experimentale s-au obținut următoarele curbe (Figura 9). Dependențele $H = f(T, P)$ prezentate în Fig. 9 pentru temperaturi mai mari, precum și pentru T_c (temperatura de cameră) demonstrează caracterul nemonotonic al curbelor.

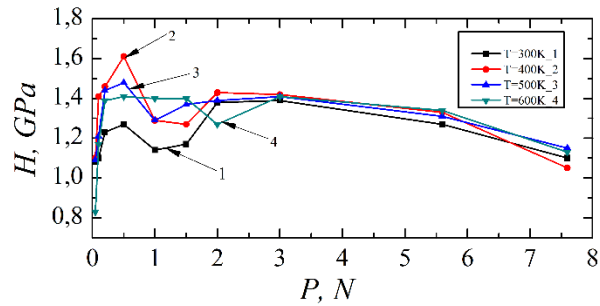


Fig. 9. Dependența durității a oțelului Ct1 față de mărimea sarcinii aplicate, $H=f(P)$, pentru variate temperaturi. T , K: 1 – 300; 2 – 400; 3 – 500; 4 – 600

În plus, pentru fiecare dintre temperaturile studiate, curbele $H(P)$ demonstrează aceleași trei intervale (int. I: $P=0.05-0.5$ N; (ii) int. II: $P = 0.5-2.0$ N; (iii) int. III: $P=2.0-7.6$ N), care, așa cum s-a indicat mai sus, sunt determinate de diferite mecanisme de deformare plastică în materiale policristaline. Cu toate acestea, primele două intervale pot fi combinate între ele într-o etapă, deoarece ambele aparțin domeniului submicro- și microindentării. Zona de submicroindentare face parte din intervalul I, în care amprenta (d) - regiunea maximală deformată din jurul ei (D), (regiunea cvasi-destructurată conform [43]) nu depășesc dimensiunea medie a granulelor cristaline ($L= 30-50 \mu\text{m}$) în metal, iar zona microindentării este intervalul II, în care diagonala medie amprentelor d este ceva mai mică decât dimensiunea medie a unei granule, însă zona D de două-trei ori depășește d . După cum reiese din Figura 9, prima etapă (interv. I+II) este în mare măsură non-monotonă, curba se află în intervalul de sarcini de până la 2.0 N (stadiul de microduritate), pe când etapa a doua se caracterizează cu o curbă mai lină și descrie procesul de schimbări structurale în metalul policristalin când $P>2.0$ N (stadiul de submacroduritate). Existența acestor două etape devine și mai pronunțată dacă analizăm curba $h=f(P)$, unde h este adâncimea amprentei (Figura 10).

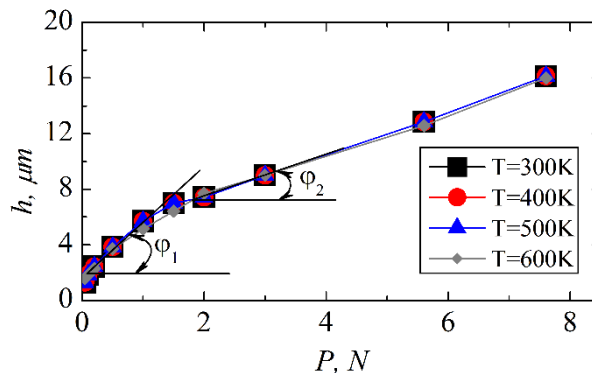


Fig. 10. Oțel Ct1. Schimbări la adâncimea imprimării cu creșterea sarcinii pentru cele patru temperaturi studiate

Din figură se poate observa că pentru toate temperaturile pe curbele $h= f(P)$, există o inflexiune (o cotitură) în apropierea $P \approx 2.0$ N și $h \approx (6,5-7,5) \mu\text{m}$, care împarte curbele în două secțiuni care se diferă una de cealaltă prin unghiul de înclinare ($\varphi_1 > \varphi_2$). Acest lucru indică faptul că în a doua etapă are loc o adâncire mai lentă a indenterului cu creșterea sarcinii decât la prima, datorită unui proces mai monoton de indentare în a doua etapă, deoarece durata procesului de adâncire a indenterului este mai mare și cristalul are timp să se adapteze la o

nouă stare tensionată. În prima etapă, mecanismul principal de deformare va fi plasticitatea dislocațională *intragranulară* cu un mic aport a plasticității dislocațiunilor *intergranulare*. Acest lucru se datorează faptului că zona deformată a amprențelor în acest stadiu poate uneori să se răspândească numai într-o singură granulă și atunci alunecarea se va petrece mai ușor. Iar dacă amprența se află în apropierea limitei de granule sau intersectează limita a două granule, atunci zona deformată trece în granula vecină, care are o altă orientare cristalografică. În acest caz, în proces este implicat mecanismul de plasticitate dislocațională *intergranulară*, ceea ce face mai dificilă alunecarea și, ca rezultat, cauzează o creștere a durității. În funcție de cota de participare a unui sau altui mecanism, curbele de deformare $H(P)$ demonstrează un mers non-monoton

În ceea ce privește a doua etapă (intervalul III), dimensiunile amprențelor în ea și cu atât mai mult dimensiunile zonei deformată din jurul lor acoperă câteva sau mai multe granule, ceea ce duce la o schimbare calitativă a mecanismului de deformare. În acest stadiu, practic toate mecanismele posibile de deformare funcționează în dependență de valoarea sarcinii aplicate: alunecarea intra- și intergranulară, plasticitatea rotațională, migrarea granulelor în ansamblu una față de cealaltă etc. Cu cât este mai mare sarcina aplicată, cu atât este mai mare și numărul de mecanisme implicate în procesul de deformare în timpul formării unei amprențe. Acest lucru facilitează fluxul plastic al materialului, ceea ce duce la o scădere treptată a durității în a doua etapă.

Rezultatele au arătat, de asemenea, că creșterea temperaturii cu 300 de grade, de la T_c la 600 K, nu afectează foarte mult valoarea durității. Cu toate acestea, se poate observa că creșterea temperaturii este însoțită de o scădere a gradului de nemonotonie la prima etapă a curbei (vezi Figura 9). Aceasta înseamnă că, odată cu creșterea temperaturii de deformare, crește mobilitatea dislocațiilor, adică cresc proprietățile plastice ale materialului, și ca rezultat, procesul de deformare devine mai lent. Legitățile revelate prezintă interes pentru aplicarea practică a metalelor și necesită cercetări ulterioare.

5.2.6.. Efectul duratei aplicării sarcinii

Pe lângă factorii descriși mai sus, a fost analizat un alt factor, și anume influența duratei aplicării sarcinii (τ) asupra proprietăților mecanice ale probelor metalice. Cu alte cuvinte, a fost luat în considerare parametrul de fluaj. Figura 11 prezintă curbele de variație a microdurității în funcție de durata aplicării sarcinii pe indenter.

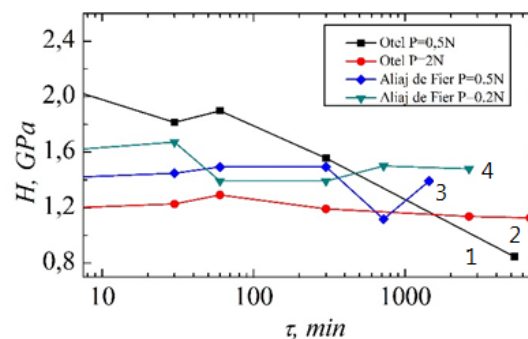


Fig. 11. Dependenta valorii microduritatii de durata aplicării sarcinii. Curbele $H = f(\tau)$: 1, 2 – otel Ct1; 3, 4 – aliaj de fier

Analiza graficelor prezentate conduce la următoarele concluzii. Efectul duratei de aplicare a sarcinii concentrate (denumit în continuare "durată") este nu prea mare pentru ambele eșantioane. Deși nu există o dependență clară, totuși, în general, se observa o tendință de scădere a microdurității cu creșterea duratei τ pentru ambele eșantioane. De asemenea, este ușor de observat că modificarea durității a probei de oțel Ct1 pentru sarcină mai mică ($P = 0,5$ N) este mai sensibilă la majorarea duratei; la $P = 2,0$ N, valoarea durității aproape nu depinde de durată și se menține aproximativ într-un interval constant. Valoarea microdurității a aliajului de fier, deși nu uniform, totuși scade odată cu creșterea duratei. Rezultatele obținute în lucrare sunt în concordanță satisfăcătoare cu datele bibliografice [46,47]. Dar trebuie de remarcat faptul că acele date au fost stabilite folosind alte tipuri de deformare (tensiune, compresiune, torsiune etc.) decât metoda utilizată în prezenta lucrare. Ultima observație sugerează existența unor "universalități" în comportamentul materialelor care fac obiectul diferitelor tipuri de deformare, dar care descriu în cele din urmă aceleași procese generale interne de transfer de masă în solide.

5.3. Microstructură generată în oțel inoxidabil AISI 316L de indentorii Vickers și Berkovich

5.3.1. Metode pentru crearea regiunilor deformate prin mDPI și analiza acestora

Pentru a studia problema pusă, s-a ales oțelul inoxidabil austenitic AISI 316L, luând în considerare perspectiva utilizării acestuia ca implanturi în stomatologie și chirurgia osoasă, care ar trebui să aibă o microstructură specifică și parametri de rezistență speciali în straturile de suprafață și în volumul produsului.

Probele investigate de oțel inoxidabil AISI 316L au fost șabite cu un diametru de $\varnothing = 15$ mm și o înălțime de $h = 5$ mm. Compoziția chimică a oțelului investigat este prezentată în Tab. 1.

Tabelul 1. Compoziția chimică a oțelului inoxidabil AISI 316L

Elementul	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Fe
Compoziția, %	0,019	1,74	0,017	0,001	0,5	17,38	14,24	2,85	0,062	0,1	63,09

Microstructura de suprafață a fost studiată pe probele inițiale și după ce acestea au fost prelucrate prin micro deformare plastică intensivă (mDPI), și anume metoda de microindentare quasi-statică și microscratching, utilizând dispozitivul PMT-3 echipat cu indentorii Vickers și Berkovich la 5 sarcini maxime ($P_{max} = 100, 200, 500, 1000$ și 2000 mN). Pentru a obține informații mai obiective despre mecanismul mDPI, cu fiecare sarcină au fost depuse câte 10 amprente și 5 zgârieturi cu ambii indentori. Pentru a avea posibilitatea de a compara datele privind duritatea măsurată prin diferite metode utilizate în această lucrare, am calculat duritatea din aria de proiecție pentru toate metodele.

Duritatea cvasistatică măsurată prin utilizarea indentorilor Vickers și Berkovich a fost calculată, ca medie aritmetică prin urmarea formulelor:

$$H_{miV} = 2 P/d^2 \quad (1)$$

$$H_{miB} = 1.73 P/l^2, \quad (2)$$

unde P este sarcina pe indentare, d este diagonala amprentei Vickers, l este înălțimea triunghiului proiecției de indentare Berkovich.

Microscratching a fost efectuat utilizând indentorii Vickers și Berkovich. Se adoptă în mod obișnuit că duritatea micro-zgârieturilor (H_s) este calculată prin împărțirea sarcinii normale de indentare (P) la zona de portantă de sub vârful indentorului în direcția zgârieturilor [48-52]. Având în vedere acest lucru, duritatea zgârieturilor Berkovich a fost estimată utilizând următoarele formule [52]:

$$H_{sB} = 3.465 P/b^2 \quad (3)$$

unde P este sarcina aplicată indentorului, b este lățimea zgârieturii.

În mod similar, formula pentru duritatea zgârieturilor Vickers a fost obținută prin devierea sarcinii prin proiecția ariei active de zgârieturi, adică proiecția zonei de conducere a indentorului Vickers sub zgâriere exprimată din lățimea zgârieturilor b :

$$H_{sV} = 4 P/b^2. \quad (4)$$

Indentările la sarcini mai delicate au fost obținute prin utilizarea metodei de indentare instrumentală (sensibilă la adâncime) cu aparatul Nanotester PMT3-NI-2 echipat cu un indentor Berkovich la 6 sarcini maxime de indentare ($P_{max} = 10, 50, 100, 200, 300$ și 500 mN). Procesul de încărcare - descărcare a fost setat după următorul model: încărcare timp de 20 s, menținerea la sarcina maximă timp de 5 s, descărcare timp de 20 s. Rezultatele au fost calculate ca o valoare medie de 10 teste. Calculele nanohardness (H_{miB}) au fost efectuate folosind metoda Oliver-Pharr [53] în soft-ul dispozitivului.

Aplicarea unor imprimări și zgârieturi suficiente pentru fiecare încărcare (10 amprente și 5 zgârieturi, fiecare cu măsurări de lățime în trei locații de-a lungul zgârieturilor) oferă informații din diferite zone ale eșantionului. Prin urmare, parametrii rezultați (H_{smiB} , H_{miV} , H_{miB} , H_{sV} și H_{sB}) sunt statistici care oferă informații medii despre proprietățile mecanice ale materialului testat.

Studiul zonei deformată din jurul amprentelor și zgârieturilor prin diferite metode fizice (microscopie optică, microscopie cu forță atomică, tratament chimic selectiv) este un instrument important pentru determinarea mecanismului de deformare a materialelor și pentru prezicerea caracteristicilor acestora în timpul funcționării. Pentru aceasta, microstructura suprafeței probelor și relieful zonei în vecinătatea amprentelor de duritate și a zgârieturilor au fost studiate prin microscopie de forță optică și atomică folosind dispozitive Amplival și XJL-101 cu monitorizare digitală, microinterferometru MII-4 și microscopul de forță atomică AFM Nanostation II. Pentru a vizualiza relieful fin al regiunilor deformată create în timpul deformării plastice intensive, am folosit un tratament chimic selectiv al probelor în combinație cu microscopia optică (MO). Probele au fost pregătite la un aparat de presare. Suprafața investigată a probelor a fost preparată prin lustruire mecanică la o mașină de lustruit MoPao 160E, folosind cercuri de șlefuire succesiv cu dimensiuni diferite ale granulelor de 1500, 2500 și 3500. La etapa finală, s-a folosit lustruirea cu o suspensie în apă de pulbere de Cr_2O_3 . Tratamentul chimic selectiv a fost efectuat într-o soluție a compoziției: 2,5 ml HCl + 1 ml glicerol + 0,5 ml HNO_3 , timp de gravare 40 s.

În primul rând, microstructura suprafeței inițiale a probelor a fost dezvăluită prin metoda de tratament chimic selectiv (Fig. 12). Se poate observa din figură că oțelul investigat AISI 316L este un metal policristalin de tip austenitic cu o mărime a granulelor în intervalul

de $\sim (2-50) \mu\text{m}$.

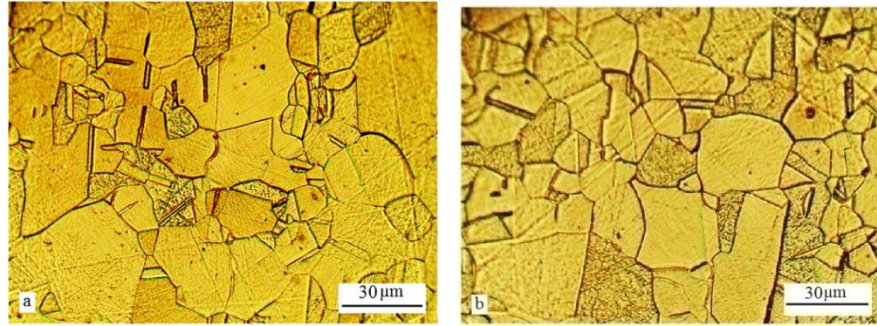


Fig.12. Microstructura suprafeței originale a oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L. a, b - exemple de microstructură din diferite părți ale suprafeței.

Compoziția de fază a oțelului inoxidabil AISI 316L a fost determinată cu ajutorul unui difractometru cu raze X DRON-UM1 (radiație Fe $K\alpha$, filtru Mn, metoda $\theta/2\theta$) (Fig. 13). S-a arătat că probele aveau o structură policristalină de γ -Fe.

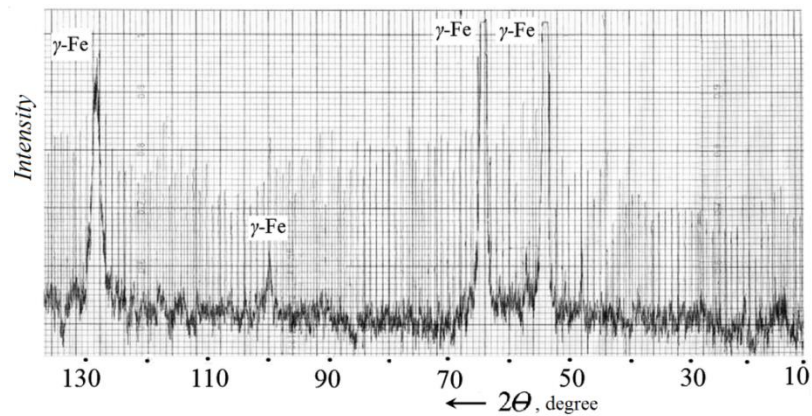


Fig. 13. XRD imagine a oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L

Au fost utilizate mai multe metode pentru a aplica amprente și zgârieturi: (i) - aplicarea amprentelor și zgârieturilor pe o suprafață lustruită ca oglinda pentru o mai bună vizualizare a reliefului suprafeței în jurul și în interiorul amprentelor și zgârieturilor; (ii) depunerea amprentelor și zgârieturilor pe suprafața pre-lustruită apoi gravată chimic, pentru a vizualiza structura granulelor eșantionului în zonele de deformare; (iii) gravarea chimică a suprafeței eșantionului cu amprente și zgârieturi imprimate pentru a releva modificările microstructurii ca urmare a deformării; (iv) polisarea probelor deformate urmate de gravarea chimică pentru a vizualiza modificările microstructurii la o anumită adâncime sub amprente și zgârieturi. Mai jos prezentăm rezultatele metodelor aplicate.

5.3.2. Specificul indentării instrumentale (sensibilă la adâncime) și cvasi-stactice

În Fig. 14 sunt prezentate amprente aplicate la nanotester la două sarcini de 10 și 500 mN și profilurile acestora.

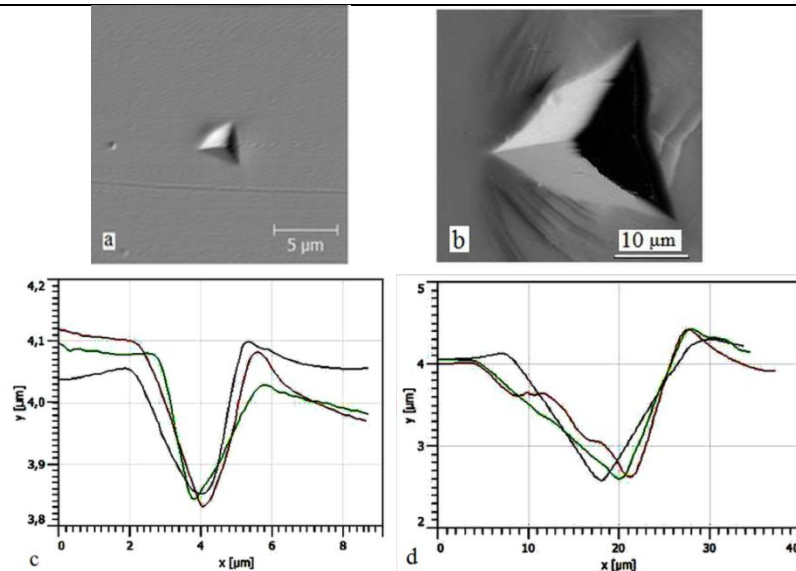


Fig.14. AFM. a, b – imagini ale amprentelor depuse pe o suprafață lustruită folosind aparatul nanotester; c, d - profilurile acestora. P , mN: a, c - 10; b, d – 500

Suprafața din jurul amprentei la $P = 10$ mN este ridicată uniform, formând coline de aproximativ aceeași înălțime la două laturile amprentei; la a treia latură, colina este mai pronunțată (Fig. 14 a, c). Această formă a amprentei este caracteristică pătrunderii indentorului în monocristale [54] și înseamnă că la o sarcină de 10 mN deformarea din jurul amprentei se răspândește doar într-o singură microgranulă. O creștere a sarcinii ($P = 500$ mN) duce la o schimbare semnificativă a formei amprentei: două laturi sunt convexe, iar a treia parte este concavă. Acesta este rezultatul unei deformări plastice intensive, iar benzile de alunecare formate în jurul amprentei au orientări diferite, care se datorează participării diferitelor granule la transferul materialului [5,55,56]. Profilele amprentelor diferă, de asemenea, unele de altele (vezi figurile 14c și 14d). Pentru amprenta de 10 mN, laturile sunt netede, în timp ce pentru cei 500 mN, cotituri și trepte sunt observate pe lângă laturi, indicând regruparea materialului. Ampretele realizate la sarcini intermediare ($P = 50, 100, 200$ și 300 mN) au demonstrat o tranziție consecutivă de la mecanismul de deformare *intragranular*, la 10 mN, la cel *intragranular-intergranular*, ca la 500 mN.

Mai mult ca atât, a fost de interes să comparăm specificul deformării cu diferite metode de depunere a amprentelor. Aspectul amprentei și împrejurimile ei, realizată la $P = 500$ mN prin metoda indentării sensibile la adâncime (pentru concizie, o vom numi „nanoindentare”) (Fig. 14b, 14d), a fost comparat cu amprentele obținute sub aceeași sarcină prin metoda indentării cvasi-statice la microdurimetrul PMT-3 (să-l numim „microindentare”) cu indentorii Berkovich și Vickers (Fig. 15).

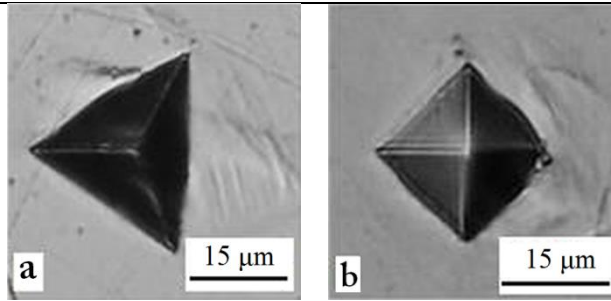


Fig. 15. MO. Imaginea amprentelor (a) Berkovich și (b) Vickers, obținute pe o suprafață lustruită folosind microdurimetrul PMT-3 la o sarcină de indentare de $P = 500$ mN

Este de remarcat faptul că tipul de amprente și relieful de suprafață din jurul lor în timpul nanoindentării sunt semnificativ diferite de cele obținute prin microindentare. În primul caz, forma amprentei are o formă foarte distorsionată, iar benzile de alunecare sunt situate aproape de amprentă. La microindentare, amprentele au o formă mai puțin distorsionată, benzile de alunecare sunt mult mai puțin pronunțate, sunt situate mai rar și la o anumită distanță de la amprente. După toate probabilitățile, motivul pentru aceasta constă în diferitele condiții de stres create de una și de cealaltă metodă. La nanoindentare, indenterul pătrunde în material de la zero până la atingerea P_{max} încet (în decurs de 20 s), cu o viteză medie $v_{av} \approx 25$ mN/s, care permite cristalului să se deformeze într-o rază mică lângă indenter [47,57]. În schimb, în timpul microindentării, P_{max} se aplică imediat pe suprafața probei. Indenterul este scufundat în material sub propria greutate, depășind rezistența probei până când se atinge echilibrul „indenter-proba” [58,59]. Deoarece razele de curbură ale indenterilor Berkovich (R_B) și Vickers (R_V) sunt de $0,04 \mu\text{m}$ și $0,5 \mu\text{m}$, se creează tensiuni ultra-mari pe suprafața amprentei minime inițiale ($\sigma_{0,04\mu\text{m}} \approx 5 \cdot 10^5$ GPa și $\sigma_{0,5\mu\text{m}} \approx 4 \cdot 10^3$ GPa pentru amprentele Berkovich și, respectiv, Vickers). Din acest motiv, indenterul de la început pătrunde în material cu o viteză foarte mare ($v \approx 10^6$ mN / s), similar unei sarcini de impact, transportând materialul la o distanță mai mare de la amprentă, în comparație cu nanoindentarea [60]. Cu toate acestea, viteza de penetrare a indenterului scade semnificativ pe măsură ce dimensiunea amprentei crește datorită unei scăderi esențiale a tensiunilor. Deci, deja la amprente de $5 \mu\text{m}$, tensiunile inițiale (σ_0) scad cu două ordine de mărime pentru amprentele Vickers ($\sigma_{5\mu\text{m}}/\sigma_{0,5\mu\text{m}}=0.01$) și cu patru ordine de mărime pentru amprentele Berkovich ($\sigma_{5\mu\text{m}}/\sigma_{0,04\mu\text{m}} \approx 0.0001$), continuând să se micșoreze până la atingerea dimensiunii finale ale amprentei. Viteza medie de penetrare a indenterului se dovedește a fi doar ($v = 250$ mN/s), dar aceasta este totuși cu un ordin de mărime mai mare decât în cazul cu indentare instrumentală.

5.3.3. Caracterizarea zonelor deformate din jurul amprentelor Vickers și Berkovich

Vom analiza evoluția formării reliefului în vecinătatea amprentelor Vickers și Berkovich ca rezultat indentării cvasi-stactice, în funcție de valoarea sarcinii aplicate. O caracteristică comună pentru ambele tipuri de indentare este o creștere a dimensiunii zonei deformate în jurul amprentelor proporțional cu creșterea lor în dimensiune și o creștere a înălțimii colinelor de material deplasat în imediata vecinătate a amprentei (efectul „pile-up”) (Fig. 16, 17).

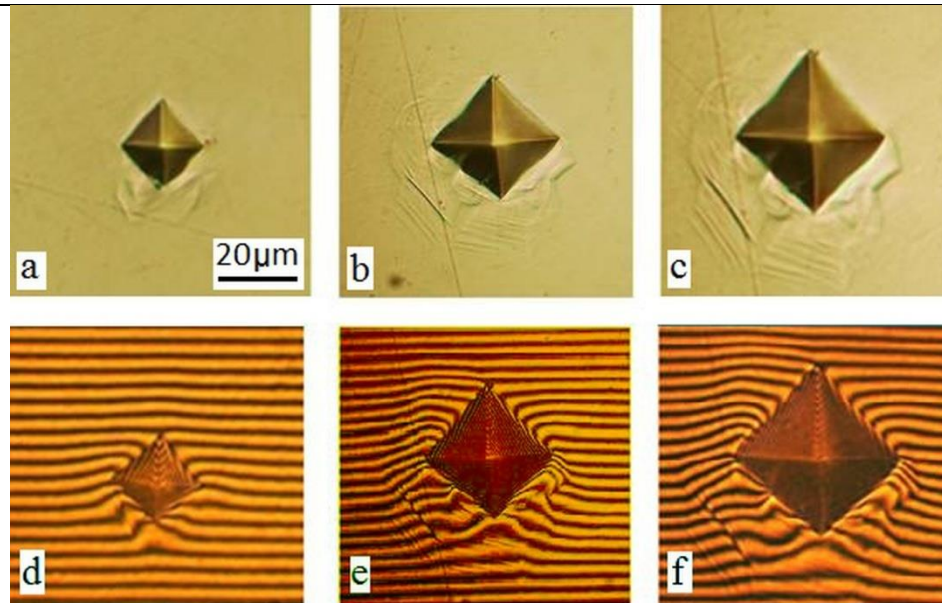


Fig. 16. MO. Imaginea amprentelor de microindentare aplicate pe suprafața polisată cu indentorul Vickers la diferite sarcini și interferogramele lor. P , mN: a, d - 500; b, e - 1000; c, f - 2000

Odată cu majorarea distanței de la amprente, înălțimea colinelor scade, iar pe suprafață sunt vizibile benzi de alunecare de diferite orientări, indicând participarea diferitelor granule la deformarea plastică. Forma indentorului își face propriile ajustări la specificul transferului de masă în timpul formării unei amprente. Materialul deplasat este situat mai simetric în jurul amprentei Vickers, spre deosebire de amprentele Berkovich, a căror zonă deformată are un aspect asimetric (vezi figurile 16-18).

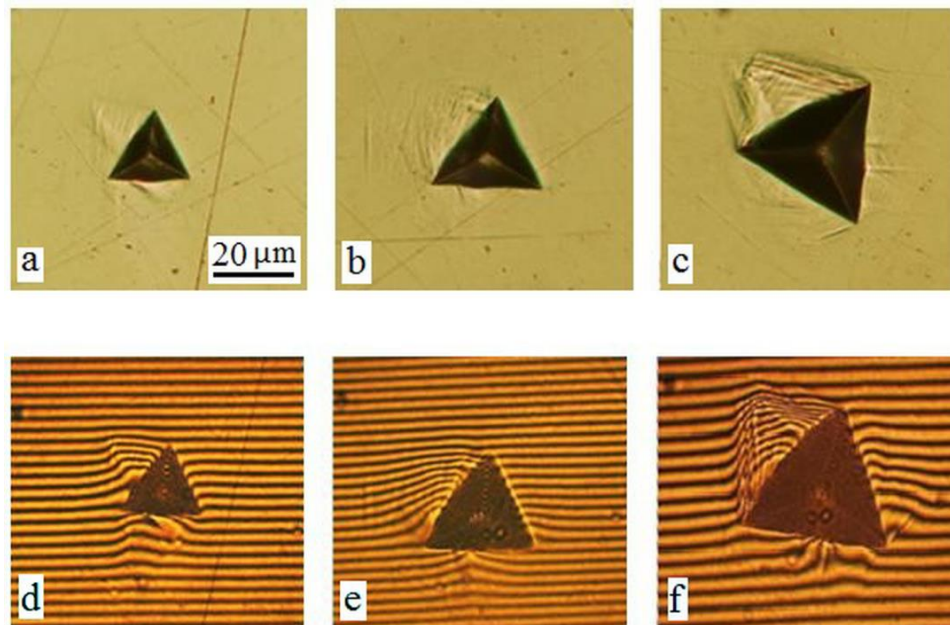


Fig. 17. MO. Imaginea amprentelor de microindentare aplicate pe o suprafață polisată cu indentorul Berkovich la diferite sarcini și interferogramele lor. P , mN: a, d - 500; b, e - 1000; c, f - 2000

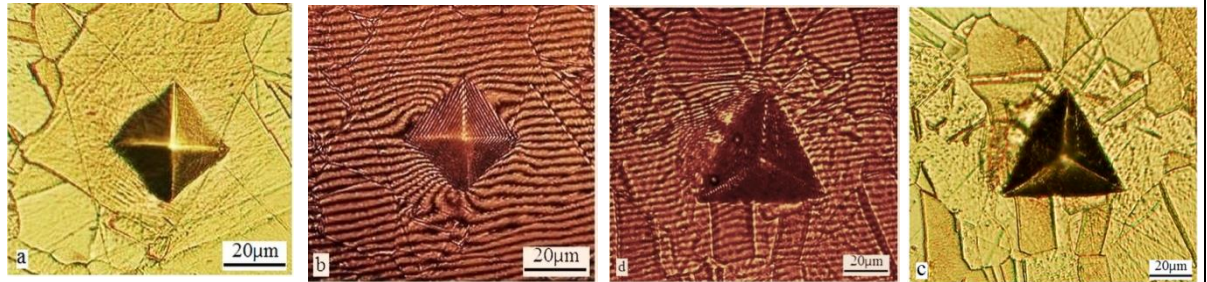


Fig. 18. MO. Oțel AISI 316L. Amprentele Vickers (a) și Berkovich (c) după tratament chimic și interferogramele lor (b, d). $P = 2000$ mN

Polisarea mecanică combinată cu tratamentul chimic a scos la iveală o structură de suprafață cu granulație fină a amprentelor, care este rezultatul unei deformări intense a materialului la introducerea indentorului (Fig. 18). Mai mult, dimensiunea particulelor de zdrobire este aproximativ aceeași pentru ambele tipuri de amprente (Vickers și Berkovich), ceea ce se vede clar în Fig. 19.

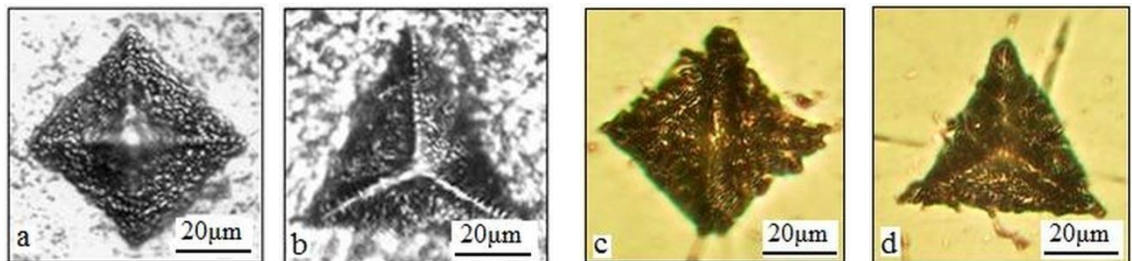


Fig. 19. MO. Amprentele Vickers (a,c) și Berkovich (b,d) după polisare și gravare chimică: polisare manuală ((a, b), polisare la mașina de polizat - (c, d). $P = 2000$ mN

5.3.4. Specificul creării zonelor deformate din jurul zgârieturilor Vickers și Berkovich

Următorul pas a fost să ia în considerare specificul formării zgârieturilor realizate de indentorii Vickers și Berkovich cu sarcini diferite ($P = 100, 200, 500, 1000$ și 2000 mN). În toate experimentele, s-au făcut zgârieturi prin orientarea indentorului cu „marginea înaintea”. Ca exemplu, Fig. 20 prezintă zgârieturi Vickers și Berkovich realizate cu trei sarcini ($100, 500$ și 2000 mN).

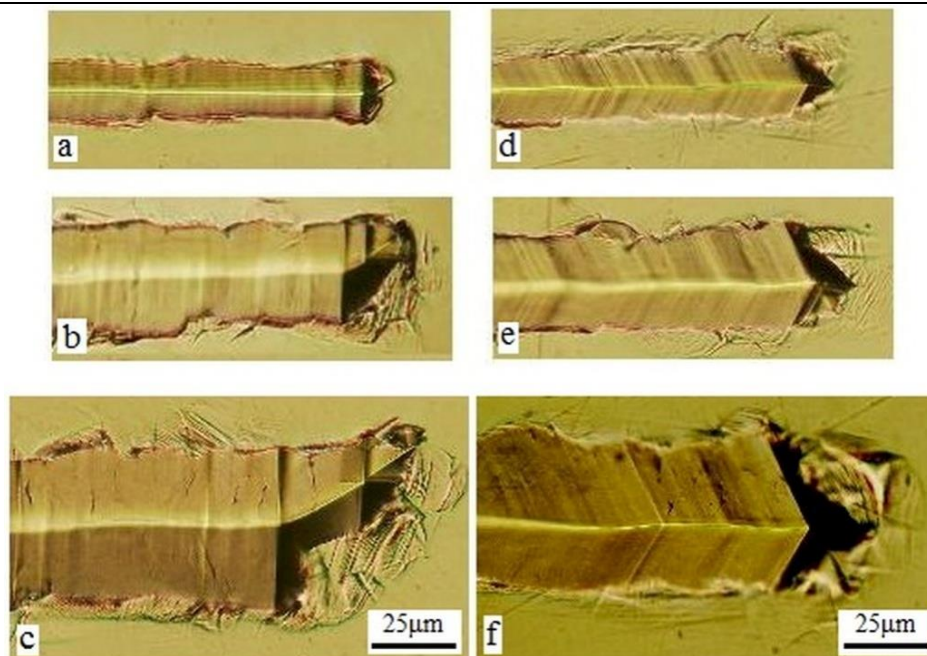


Fig. 20. MO. Zgârieturile Vickers (a, b, c) și Berkovich (b, e, f) aplicate pe suprafața lustruită a probei. Sarcini: P, mN. a, b - 100; c, d - 500; e, f - 2000. Săgeata arată direcția de zgâriere.

Cum în cazul amprentelor, o creștere a sarcinii duce la creștere firească a gradului de deformare. Se observă apariția defectelor de deformare de două tipuri: (i) trepte de deformare în interiorul zgârieturilor, dezvăluind natura „în salturi” a mișcării tangențiale a indentorului și (ii) benzi de alunecare pe părțile laterale și în fața zgârieturilor („acumulări”, altfel „coline”), care indică deplasarea plastică a materialului ca rezultat al distribuției normale și tangențiale a sarcinii atunci când indentorul se mișcă. Atrage atenția diferența în amplasarea treptelor de deformare în interiorul zgârieturilor Vickers și Berkovich. Deși în ambele cazuri treptele se extind pe întreaga lățime a zgârieturilor, în primul caz treptele sunt perpendiculare direcției de mișcare a indentorului, iar în al doilea sunt îndoite formând un unghi de 120° . Problema cu privire la natura treptelor de deformare prezintă interes și va fi luată în considerare mai jos.

Ca urmare a gravării chimice, a fost evidențiată o microstructură fină a zonei de zgârieturi. Un exemplu al celor patru zgârieturi tipice este prezentat în Fig. 20. La sarcini reduse, de 100 și 200 mN, zgârieturile sunt plastice, iar pe laturile lor se dezvăluie dungi înguste dense de gropiți de gravare, care sunt situate la unghiuri diferite față de direcția zgârieturilor și care pot fi identificate cu dungi de alunecare dislocațiunile. Efectul este mai pronunțat la zgârieturile lui Berkovich (Fig. 21 a, b).

La sarcini mai mari (1000 mN), microfisuri rare apar și în interiorul zgârieturilor (Fig. 21 d). Microfisurarea este mult mai pronunțată la zgârieturile de indentare Vickers (Fig. 21 c, d). După cum se poate observa din imaginile prezentate, fisurile sunt de natură vâscoasă ca urmare a deformării plastice intensive preliminare care are loc în fața zgârieturii și în calea zgârieturii în sine după trecerea indentorului. Se știe [55] că fisurile vâscoase au, de regulă, o natură de propagare intragranulară. O fisură de fractură ductilă are forma unor cavități rotunjite, spre deosebire de fisurile fragile, care au un caracter în formă de pană sau unghi acut.

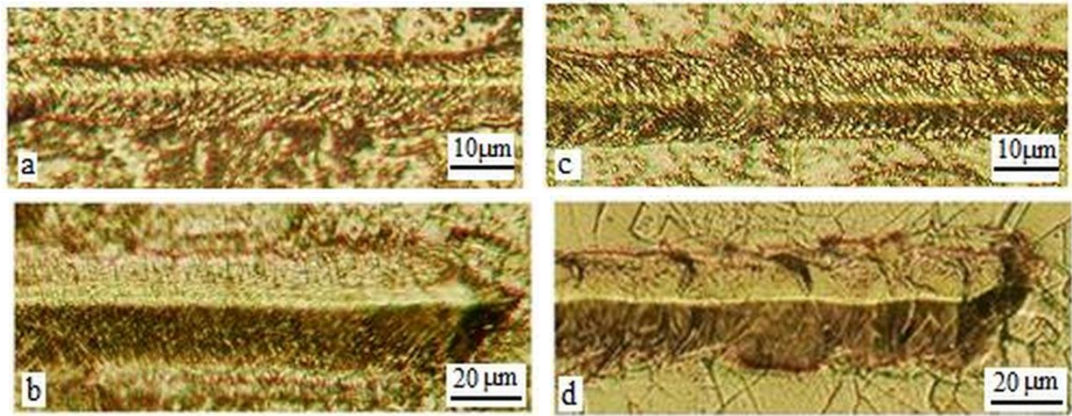


Fig. 21. MO. Aspectul zgârieturilor Berkovich (a, b) și Vickers (c, d) după gravarea chimică. P, mN: a - 100; c - 200; b, d - 1000

Combinăția de polizare mecanică manuală cu gravare chimică a dezvăluit o microstructură la o adâncime ne semnificativă (0,2-0,4 μm) sub suprafața zgârieturilor. Se poate observa că zonele zgâriate au o structură cu granulație fină (Fig. 22), care a rezultat din mDPS. Mai mult, la o sarcină mai mică (200 mN), deformarea are loc mai delicat decât la sarcini mai mari (500 și 2000 mN), unde, împreună cu zdrobirea materialului în granule mici, se formează microfisuri pe părțile laterale ale zgârieturilor.

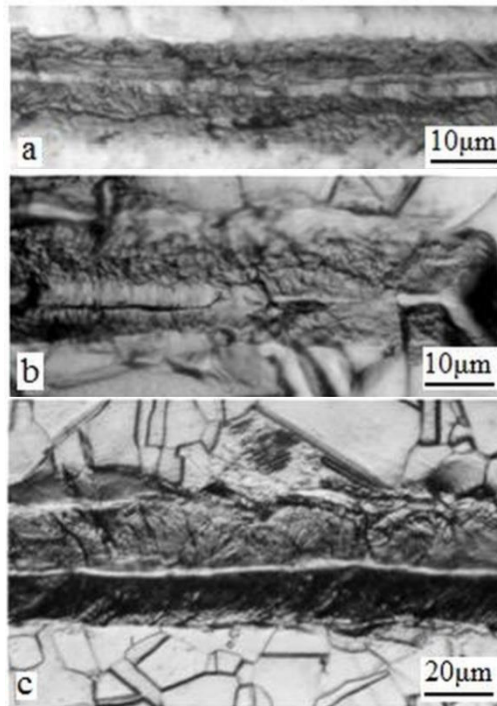


Fig. 22. MO. Imaginea zgârieturilor Berkovich după polizare manuală ușoară și gravare chimică. P, mN: a - 200; b - 500; c - 2000

Utilizarea polizării de mare viteză la mașină de polizat duce la desprinderea unor particule cu granulație fină de zgârieturi și împrăștierea lor în vecinătatea zonei de deformare.

Mai mult, răspândirea microparticulelor este mai pronunțată la zgârieturile Berkovich decât la zgârieturile Vickers (Fig. 23).

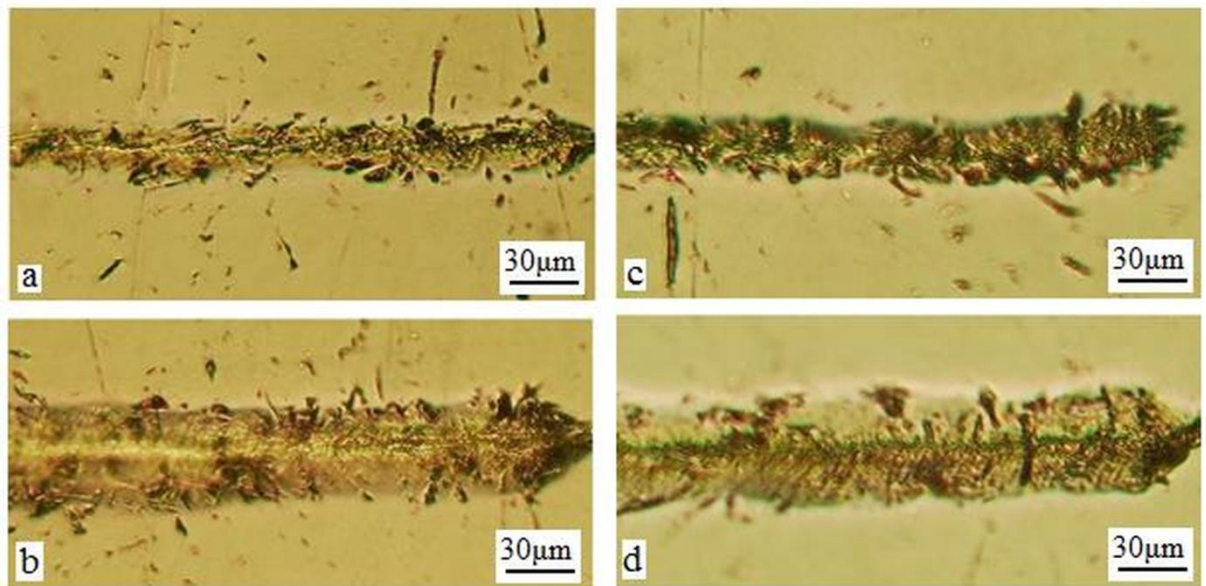


Fig. 23. MO. Oțel austenitic AISI 316L. Imaginea zgârieturilor Berkovich (a, b) și Vickers (c, d) după polizarea mai profundă la mașina de polizat și gravarea chimică. P , mN: a, c - 1000; b, d - 2000

Așa cum se arată mai sus (vezi Fig. 7 c, d), s-a observat o structură similară cu granulație fină în zona amprentelor. Acest lucru indică un mecanism de deformare similar care are loc în metodele cvasi-stactice și sclerometrice de indentare, deși în primul caz acționează asupra materialului o solicitare normală, iar în al doilea, pe lângă cea normală, acționează și solicitarea tangențială.

5.4. Mecanismele de deformare la microindentare și microscratching

În introducere, s-a observat că unul dintre cele mai importante rezultate ale studiilor de mDPI pe un strat de suprafață îngust la unele metale (cupru, alamă, oțel ST-3) a fost că deformarea plastică a avut loc prin scăderea mărimii granulelor [47,48]. Acest lucru se corelează cu rezultatele obținute cu indentare cvasistatică și sclerometrică a oțelului austenitic AISI 316L (a se vedea figurile 7,10). Motivul acestei similitudini constă în analogia stării de solicitare care apare în stratul de suprafață al materialului în toate metodele DPI luate în considerare: în timpul fricțiunii, în zona de contact de sarcină locală, sub încărcare de șoc, cu indentare sensibilă la adâncime, cvasi-statică și sclerometrică. Vom analiza această problemă mai detaliat.

5.4.1. Trăsături distinctive ale stării de stres în timpul indentării

Este cunoscut că sub acțiunea unei sarcini concentrate, apare un câmp de tensiune neomogen în material. Tensiunile medii σ acționează pe suprafața de contact, care sunt mult mai mari decât tensiunea de randament τ_{alun} (de exemplu, la temperatura camerei, $\sigma/\tau_{alun} = 80$

și 380, respectiv, pentru cristalele NaCl și LiF). Cu toate acestea, tensiunile scad rapid cu distanța față de suprafața de contact. Câmpul de solicitare al unei sarcini concentrate scade conform legii $1/r^2$, unde r este distanța de la locul de aplicare a forței [58].

Problema fluxului plastic pseudo-staționar într-un solid perfect plastic, în care este presat un clin solid neted, a fost rezolvată în teoria elasticității și plasticității [58,60]. Mărimea zonei care există într-o stare de curgere a plasticului sub acțiunea unei forțe concentrate este estimată în [60]. În cazul nostru (în conformitate cu [43]), ar trebui să ne așteptăm ca regiunea deplasării plastice maxime $D = AA'$ (Fig. 24 a) să fie de aproximativ 2-2,5 ori mai mare decât mărimea indentării. Acest lucru este demonstrat într-adevăr de rezultatele noastre (vezi Fig. 3-5). În același timp, adâncimea de propagare a zonei de plastic 2, în conformitate cu legea $1/r^2$, este semnificativ mai mică decât regiunea de deformare plastică maximă de la suprafața (AA').

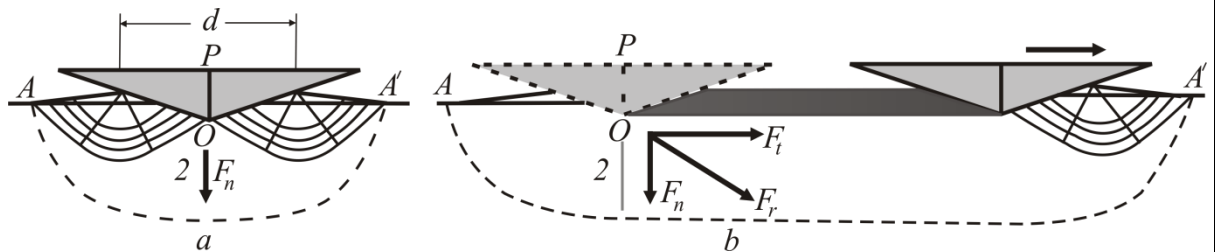


Fig. 24. a - Un câmp de stres care apare la pătrunderea unui clin neted și dur într-un solid semiinfinit. Aici P sarcina aplicată, d - diagonala amprentei, AA' - diametrul zonei deformate plastic. b - Distribuția tensiunilor în material atunci când indentorul se mișcă. F_n - presiunea normală; F_t - forța tangențială; F_r - vectorul rezultat

Pe măsură ce se adâncește, indentorul întâmpină o rezistență crescândă din partea probei. Sub indentare din partea probă apar tensiuni de compresie supra-ridicate, care împiedică transferul de masă în interior. Ca rezultat, fluxul plastic schimbă direcția către laturi, încercând să scoată materialul de sub indentor la suprafața în apropierea amprentei (Fig. 24 a). Acest model de deformare este bine susținut de rezultatele prezentate în Fig. 16-18, care prezintă coline de material deplasat în jurul amprentelor (efectul „acumulare”), iar valoarea lor crește odată cu creșterea sarcinii aplicate indentului.

5.4.2. Specifica procesului microscratching

Pe de altă parte, atunci când se creează zgârietura, distribuția tensiunii este diferită de cea la apăsare (Fig. 24b). Procesul de zgâriere constă în formarea unui imprint în momentul în care indentorul atinge eșantionul (partea stângă a Fig. 24b) și alungirea lui ulterioară la aplicarea unei forțe tangențiale (partea dreaptă a Fig. 24b). În acest caz, pot avea loc trei mecanisme principale de formare a trăcului [59]: (i) prelungirea amprentei obținute la indentare prin deformare plastică a materialului fără a-l separa; (ii) tăierea materialului cu separarea așchiilor; (iii) fractură fragilă cu dispersie a materialului.

Dacă o zgârietură se formează prin deformarea plastică a probei, atunci se formează acumulări de material deplasat („pile-ups”) de-a lungul laturilor sale, care sunt situate deasupra nivelului suprafeței nedeformate. Un tip similar de zgârieturi se observă la testarea materialelor moi și a metalelor [61,62]. Afișat în Fig. 20, 21, imaginile de zgârieturi indică faptul că oțelul austenitic AISI 316L este deformat de primul mecanism atunci când este

zgâriat. Ca rezultat, acumulări plastice se formează în fața zgârieturilor și pe laturile lor, iar pașii de deformare și fisurile de tip ductile apar în interiorul zgârieturilor, numărul cărora crește odată cu creșterea sarcinii (Fig. 20,25).

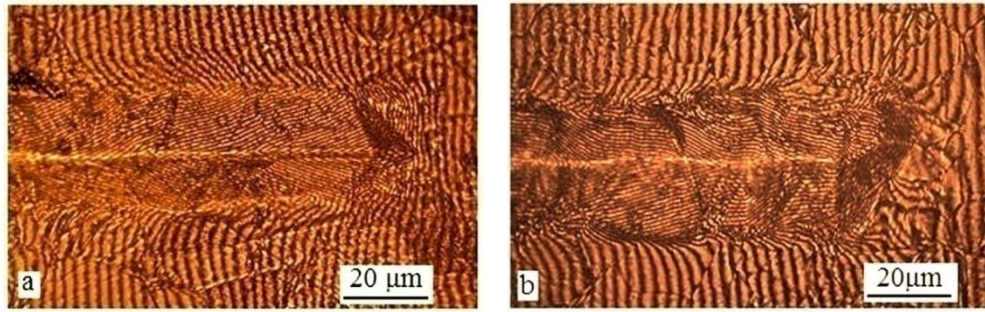


Fig. 25. LM. Interferograma zgârieturilor Berkovich (a) și Vickers (b) aplicate pe suprafața lustruită a eșantionului. P , mN: a - 500; b - 1000

Fig. 26 prezintă o diagramă a formării zgârieturilor Berkovich și Vickers ca evoluție a transformării reliefului de suprafață „print-scratch” datorită mișcării „muchia înainte” a indentorului. Se poate observa că „coline” apar în jurul amprentelor, trei lângă amprenta Berkovich și patru lângă amprenta Vickers (Fig. 26 a, f). Pe măsură ce indentorul se mișcă „muchia înainte”, amprenta Berkovich are o proiecție a unei micii de-a lungul direcției de zgâriere, iar celelalte două au un unghi de 120° atât cu direcția de zgâriere, cât și una cu cealaltă (Fig. 26 b). Indentorul Vickers are două muchii orientate în direcția zgârieturilor, dar la unghiuri diferite: muchia din față este sub un unghi acut, iar micia din spate este sub un unghi obtuz. Celelalte două muchii sunt perpendiculare la direcția de zgâriere. Prin urmare, în amprentele Vickers, proiecția a două muchii este situată de-a lungul zgârieturii, iar celelalte două sunt perpendiculare zgârieturii, adică formează unghiuri de 90° și 180° între ele (Fig. 26 g). Dacă ne întoarcem la morfologia zgârieturilor, putem afirma că treptele de deformare (Fig. 26 d, e, i, j) și (Fig.20) sunt localizați exact ca estimările făcute și reprezintă urmele muchielor de indentare care ar putea apărea ca urmare a mișcării în salturi, abrupte a indentorului.

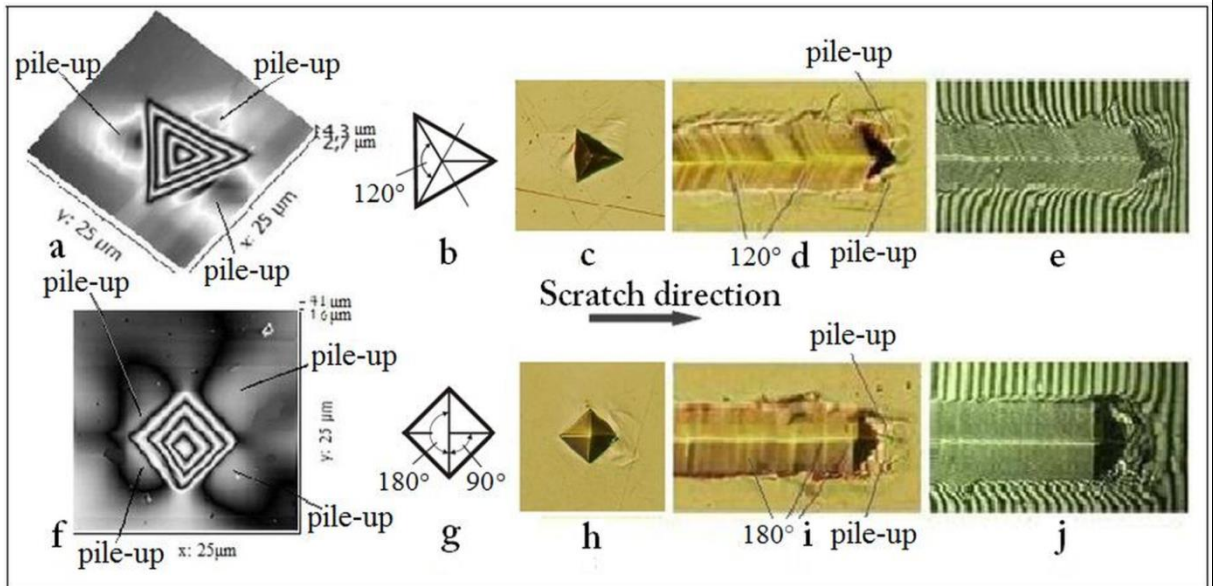


Fig. 26. Diagrama evoluției transformării reliefului suprafeței "print-scratch" datorită mișcării indentorului "muchia înainte"

5.4.3. Natura mișcării prin salturi a indentorului

În literatură există lucrări în care, pe diverse materiale, a fost dezvăluită mișcarea inegală a două corpuri una față de cealaltă în timpul alunecării lor reciproce. Astfel, Bowden și Leben [63] au descoperit că forța de frecare dintre suprafețele metalice în timpul alunecării nu a fost constantă, ci s-a schimbat în valuri, în salturi. Bowden și Tabor [64] subliniază că alunecarea „stick-slip” este o vibrație tipică cauzată de frecare la viteze mici de alunecare. Eșantionul și indentorul se pot „lipi” unul de celălalt atunci când se aplică o sarcină normală la indenter până când forțele elastice ale sarcinii tangențiale sunt suficiente pentru ca un salt să inițieze alunecarea. Depășind rezistența eșantionului în timpul alunecării, forțele elastice scad la un nivel sub anumite limite, iar indentorul se oprește până când forțele elastice sunt acumulate pentru următorul salt.

Rezultate similare s-au obținut în [65], în care instabilitatea dinamică a fost înregistrată în copolimerul stiren-acrilonitril sub deformări micromecanice. S-a arătat că atunci când se creează o zgârietură, sistemul oscilează între două stări: starea de stocare a energiei, în care indentorul este aproape staționar, și starea de alunecare, în care indentorul se deplasează. În timpul etapei de alunecare, forța orizontală este aproape constantă, cu o valoare scăzută, iar viteza de indentare crește de la zero la maxim, apoi scade din nou la zero. În stadiul de stocare a energiei, forța orizontală începe să crească din nou. Acest eveniment se repetă de multe ori în timpul mișcării indentorului, formând o suprafață ondulantă (în trepte).

În testele sclerometrice, caracterul mișcării de translație în salturi a indentorului se datorează specificului procesului de zgâriere (vezi Fig. 24). După cum se știe, în timpul zgârierilor, indentorul se găsește sub acțiunea a două forțe: (i) sub sarcina verticală F_n și (ii) forța tangențială F_t , care deplasează indentorul de-a lungul suprafeței probei pentru a forma un trăs. În fața zgârierilor, există o zonă deformată sub formă de coline și benzi de alunecare, care oferă o rezistență suplimentară la mișcarea indentorului (Fig. 26 d, e, i, j). Prin urmare, deși forța aplicată este constantă în timp, deformarea care creează trăsul este instabilă, bruscă. În timpul saltului, indentorul formează un semn pe zgârietură sub forma unei amprente. Odată cu mișcarea ulterioară a indentorului, această amprentă se transformă: materialul părții din dreapta se deplasează înainte de trăs, formând partea de capăt (partea anterioară) a zgârierii, iar partea din stângă a amprente rămâne pe zgârietură sub forma unor trepte de deformare, care sunt de fapt amprenta muchiilor a indentărilor Berkovich și Vickers (vezi Fig. 20, 25, 26).

Trebuie remarcat faptul că o textură similară a unei zgârieri a fost înregistrată pentru nano-zgârierile realizate de indentorul Berkovich pe monocristale de siliciu, care reprezintă anumite benzi situate la un unghi de 120° una față de cealaltă în imaginea AFM a zgârierilor în proiecția de sus [51]. Imaginea tridimensională a zgârierilor a arătat un model ondulant al zgârierilor, pe care autorii l-au atribuit instabilității de deformare micromecanică, cunoscut sub numele de efect de „aderare-alunecare” („stick-slip”, engl.) în procesul zgârierii. În consecință, dungile specifice din zgârierile de pe monocristalul de Si, asemănătoare cu cele găsite pentru zgârieri pe oțelul AISI 316L, sunt urme ale muchiilor indentorului și sunt rezultatul unui model de alunecare bruscă, în salturi.

5.4.4. Legitățile generale și distinctive ale proceselor de indentare

Astfel, studiile efectuate confirmă prezența unor regularități generale în cursul procesului de deformare plastică pe diferite materiale cu diferite metode de creare a unei

deformări plastice intensive. În același timp, se notează și factorii care afectează specificul procesului. Implementarea acestui mecanism de deformare depinde nu numai de factori interni, adică de tipul materialului testat. Rezultatele au arătat că factori externi, cum ar fi valoarea sarcinii P , tipul de indenter (Berkovich sau Vickers), și metoda de deformare (instrumentală, cvasi-statică sau indentare sclerometrică) afectează, de asemenea, mersul procesului.

Fig. 27 arată dependențele durezzații măsurate prin metode instrumentală, cvasi-statică și sclerometrică de valoarea sarcinii aplicate. Pe aceste grafice, pot fi identificate precum legități generale, cât și cele distinctive.

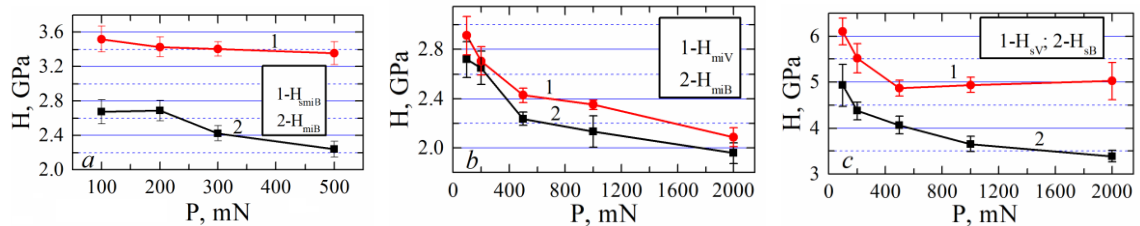


Fig. 27. Oțel AISI 316L. Schimbarea grafică a durezzații sensibile la adâncime (H_{smiB}) și cvasistatică (H_{miB}) (a); duritate cvasistatică conform lui Vickers (H_{miV}) și Berkovich (H_{miB}) (b); și duritate sclerometrică în conformitate cu Vickers (H_{sV}) și Berkovich (H_{sB}) (c) cu sarcină crescândă aplicată la indenter

O caracteristică distinctivă a fost diferența dintre valorile nano-, submicro- și micro-duritate (Fig. 27 a). După cum s-a menționat mai sus, motivul pentru aceasta constă în starea diferită de stres creată cu una și cealaltă metodă (a se vedea secțiunea 6.3.1), care s-a reflectat nu numai în forma amprentelor și a reliefului de suprafață din jurul lor, ci și în dimensiunea amprentelor și, în consecință, pe valoarea durezzații. Pe de altă parte, deși curbele $H(P)$ au un aspect similar pentru ambele tipuri de indentare, influența formei indenterului a afectat valoarea durezzații atât la indentarea cvasistatică (Fig. 27 b), cât și la indentarea sclerometrică (Fig. 27 c). În ambele cazuri, duritatea Vickers este mai mare decât duritatea Berkovich ($H_{miV} > H_{miB}$; $H_{sV} > H_{sB}$).

Regula generală este o scădere a valorii durezzații cu creșterea sarcinii aplicate indenterului. Mai mult ca atât, efectul este observat mai pronunțat în regiunea sarcinilor mici. Creșterea durezzații cu micșorarea sarcinii la sarcini reduse este cunoscută în literatura științifică ca efect de mărime a indentării (indentation size effect, ISE) și devine vizibilă la adâncimi de indentare mai mici de aproximativ 1-2 μm [66]. După cum urmează din Fig. 27, pentru oțelul studiat, acest efect devine vizibil la $P < 500$ mN și adâncimea de indentare $h_i < 2$ μm . La sarcini $P > 500$ mN, valoarea durezzații scade și tinde la saturație.

Tendența stabilită în dezvoltarea deformării plastice a oțelului AISI 316L investigat cu diferite metode de indentare a confirmat natura generală a acțiunii unei sarcini concentrate, dezvăluită în literatura științifică atât pe mono-, cât și pe policristale [5, 42,43 55,67,68]. În aceste lucrări, s-a arătat că de fiecare dată, sub acțiunea unei sarcini externe, evoluția structurii dislocării trece pas cu pas prin toate nivelurile de deformare de la stadiul inițial (nanolivel) până la etapele ulterioare ale submicro-, micro-, mezo-, până la macrolivel determinat de valoarea sarcinii maxime aplicate. Prima etapă de deformare cuprinde un volum foarte mic, în care dislocații primare și buclele dislocațiunilor sunt nucleate și poate fi numită stadiu de nano-scară. (și poate fi denumit ca etapa de deformare la *nanolivel*). Odată cu creșterea sarcinii,

procesul de indentare se schimbă în mod natural și implică noi mecanisme de transfer de masă în deformare.

Comparând datele noastre cu rezultatele [42,43,68], se poate afirma că intervalul de sarcini utilizat în proiectul dat corespunde nivelului *submicro-*, *micro-* și *mezo-*. Astfel, la o sarcină minimă de 10 mN, utilizată pentru realizarea de amprente la nanotester, adâncimea medie a amprentelor are dimensiuni submicronice ($h_i \approx 0,25 \mu\text{m}$), ceea ce determină nucleația și mișcarea dislocațiilor individuale în imediata apropiere a zonei de contact. În acest caz, partea amprente este de $a \approx 4 \mu\text{m}$, iar zona medie a deformării plastice maxime este de $D_m \approx 10 \mu\text{m}$, care este mult mai mică decât mărimea medie a granulelor din oțelul studiat, $L_m \approx 25 \mu\text{m}$. Acest lucru creează condiții pentru alunecarea tradițională intragranulară a dislocațiilor. Acest nivel de deformare poate fi numit *submicronivel*.

Cu o creștere suplimentară a sarcinii de indentare, dimensiunile amprentelor cresc, iar la o sarcină de 500 mN, dimensiunea amprente este $a \approx 25 \mu\text{m}$, iar zona de deformare plastică maximă atinge $60 \mu\text{m}$, care depășește mărimea maximă a granulelor ($L_m \approx 50 \mu\text{m}$). Structurile dislocaționile din jurul amprentelor devin mai complexe și cresc în dimensiune, creând deformări microplastice; prin urmare, această etapă de deformare poate fi caracterizată ca *micronivel*. Dislocațiile în mișcare ating limitele granulelor, se încrucișează, creează clustere de dislocații, care la rândul lor afectează dislocațiile intergranulare la graniță, pregătind starea pentru un nivel nou, mai înalt, de deformare.

În cazul microindentării cvasi-stactice, dimensiunile amprentelor Berkovich și Vickers au variat aproximativ în intervalul de $d \approx 8-50 \mu\text{m}$ (Tabelul 2).

Tabelul 2. Dimensiunea medie a amprentelor Vickers și Berkovich (d , a) la microindentare cu sarcini diferite și valori corespunzătoare ale deformării plastice maxime (D)

Nr.	Measurements on microhardness tester				
	P , mN	Diagonalele medii a amprentelor Vickers, d , μm	Dimensiunea aproximativă D , μm ($D \approx 2.5d$)	Diagonalele medii a amprentelor Berkovich, a , μm	Dimensiunea aproximativă D , μm ($D \approx 2.5a$)
1	100	8.3	21	9.2	23
2	200	12.1	30	13.1	33
3	500	20.3	51	22.7	57
4	1000	29.0	73	32.7	82
5	2000	43.8	110	48.6	122

Mărimea zonei de deformare plastică maximă din jurul amprentelor s-a schimbat, de asemenea. La sarcini de 100 și 200 mN, valoarea D este apropiată de mărimea medie a granulelor; prin urmare, deformarea din jurul amprentelor are loc parțial printr-un mecanism de translație, parțial printr-un mecanism mai complicat cu crearea de grupuri de dislocare, dislocații sedentare și benzi de alunecare. La sarcini $P = 500 - 2000 \text{ mN}$, dimensiunea zonei medii de deformare D în apropierea amprentelor depășește deja dimensiunea maximă a

granulelor. Aceasta implică în proces noi mecanisme de deformare, un mecanism de dislocație-disclinație cu alunecare translațional-rotațională și atingerea unui nivel mai înalt de deformare, *mezonivel*.

Implicarea în proces a mecanismelor de deformare intergranulară și de rotație mărește capacitatea metalelor policristaline de a se deforma plastic și reduce riscul de fractură fragilă, asigurând astfel o plasticitate ridicată a metalelor.

5.5. Influența fricțiunii asupra proprietăților micromecanice ale oțelului AISI 316L

Ținând cont că metoda microsclerometrică (metoda indentorului în mișcare), care este similară actelor elementare de frecare, în continuare au fost efectuate cercetări ale specificului de deformare a oțelului AISI 316L pentru două moduri de frecare (frecare uscată „metal/metal” și „metal/abraziv”) și diferită durată a procesului ($t=1; 5$ și 10 ore). Procesele de frecare au fost efectuate la două aparate: aparat de frecare, aparat de polisare MoPao 160E și manual. Modificarea microstructurii ca urmare a fricțiunii a fost studiată pe secțiuni transversale ale probelor folosind metoda de tratament chimic selectiv.

După cum urmează din Fig. 28 și 29, în apropierea suprafeței de frecare, majorare a durității se observă atât pe proba deformată prin metoda de frecare uscată „metal / metal” (Proba 3), cât și pe proba deformată prin metoda „metal / abraziv” de frecare uscată (Proba 5). Cu distanța față de suprafața de frecare, duritatea scade până când atinge valorile eșantionului nedeformat.

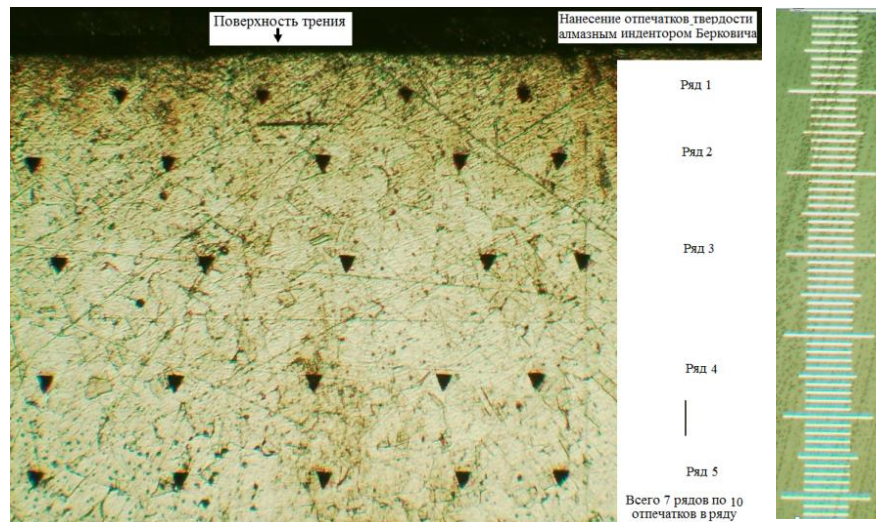


Fig. 28. Oțel AISI 316L. Suprafața pe o secțiune transversală a unui specimen după frecare prin metoda metal/metal. (O diviziune la scară corespunde unei distanțe de $10\mu\text{m}$)

Figura 29 prezintă microstructura eșantionului în jurul indentărilor realizate pe secțiunea transversală la diferite distanțe față de suprafața de frecare. Se poate observa că, departe de suprafața de frecare (rândul 6), proba are o structură microgranulară. Pe măsură ce ne apropiem de suprafața de frecare (rândurile 4 - 3 - 1), numărul granulelor cristaline scade și aproape nu există granule lângă suprafața de frecare.

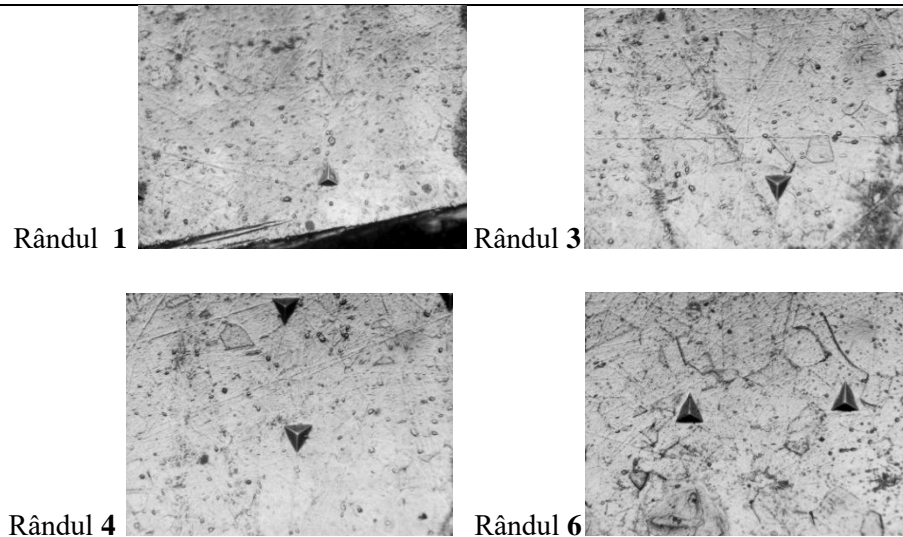


Fig.29. Oțel AISI 316L, frecare uscată „metal/metal” : AISI 316L/сталь Ст3сп, secțiunea transversală. Imaginea microstructurii probei și amprentelor, depuse cu aparatul Nanotester la diferite distanțe de la suprafața de frecare

Acest efect este mai clar observat la o mărire mai mare a microscopului (Fig. 30). Aici cadrele sunt prezentate în ordinea apropierii de suprafața de frecare (cadrele 1-8). Se poate vedea că, pe măsură apropierii de suprafața de frecare, în interiorul granulelor apar benzi de alunecare de deformare care se intersectează reciproc (cadrele 3-5, prezentate prin săgeți). Benzile de alunecare acoperă diferite granule, ducând la dispariția limitelor granulelor (cadrul 6). În acest caz, mărimea granulelor crește, iar misorientarea lor scade. Când granule au orientări cristalografice diferite în raport cu suprafața studiată, acestea au grade diferite de culoare (vezi cadrele 1-4). Ca urmare a creșterii gradului de deformare a materialului pe măsură ce se apropie de suprafața de frecare, culoarea granulelor se nivelează, iar în ultimele cadre 7-8 suprafața devine mai uniformă, limitele granulelor sunt mai puțin pronunțate, iar granulele în sine dobândesc aceeași orientare cristalografică. Adică, putem spune că cu cât mai aproape de suprafața de frecare, cu atât structura eșantionului este mai mult omogenizată și este deja formată dintr-o structură uniform deformată, cu benzi de alunecare plastică și limite ale granulelor slab pronunțate (de comparat cadrele 4 și 8 din Fig.30 la o mărire mai mare Fig. 31).

Aceeași regularitate este observată și pentru alte metode de frecare. De exemplu, eșantionul 3 cu frecare timp de 10 ore (Fig. 32) și eșantionul 5 cu frecare timp de 5 ore (Fig. 33).

O schimbare a structurii microscopice a probelor supuse diferitelor metode de frecare și a duratei diferite de frecare, ca rezultat, a dus la o schimbare a caracteristicilor micromecanice ale probelor deformate, cum ar fi micro duritatea (H), modulul Young (E), indicele de plasticitate (H/E) și indicele de rezistență (H^3/E^2). Acest lucru a fost demonstrat prin măsurători corespunzătoare ale probelor deformate.

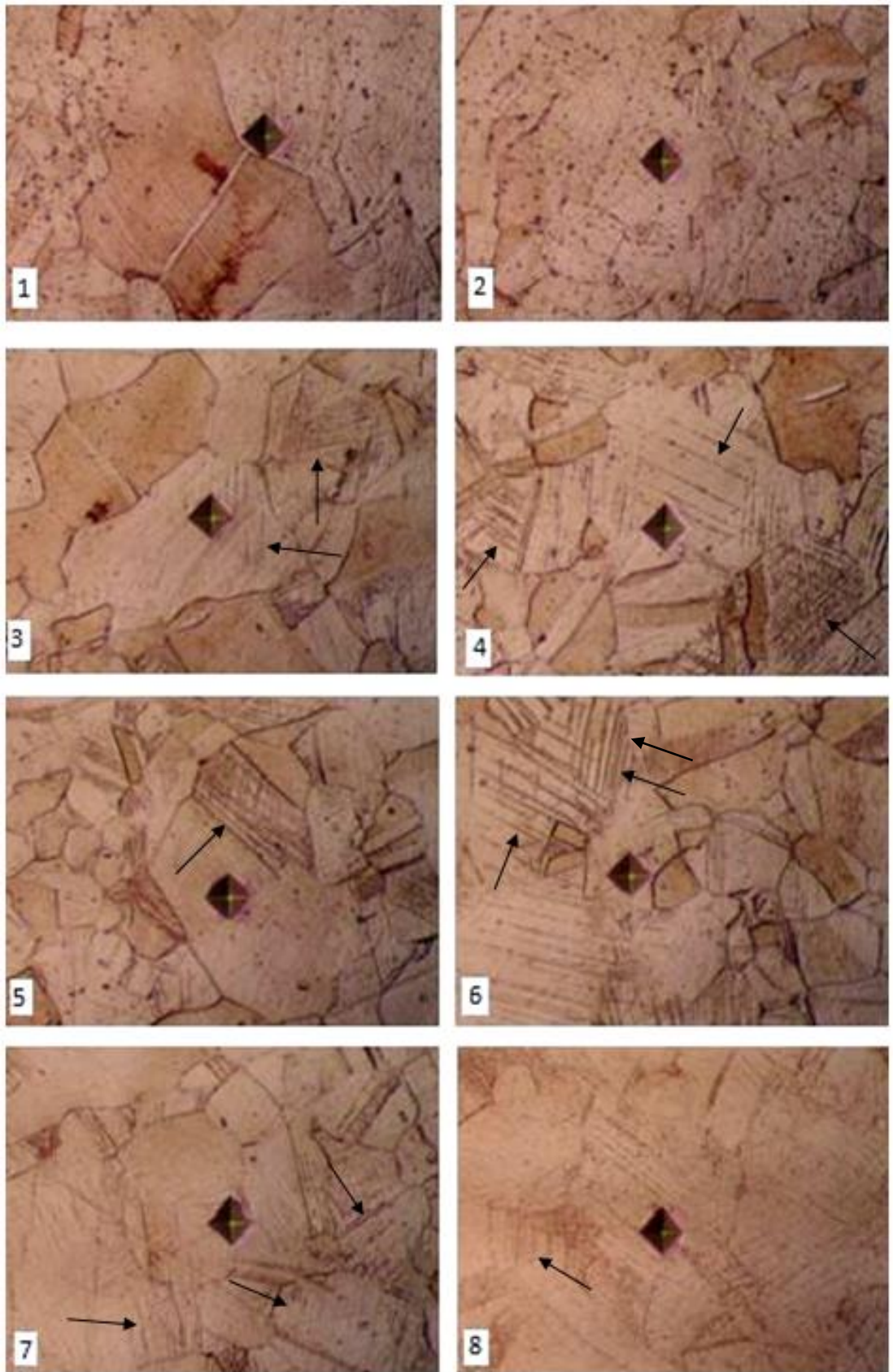


Fig. 30. Oțel AISI 316L. Evoluția modificărilor microstructurii unei probe la o secțiune transversală pe măsură apropierea de suprafață care a fost supusă frecării timp de 1 oră. (liniile de alunecare sunt marcate cu săgeți)

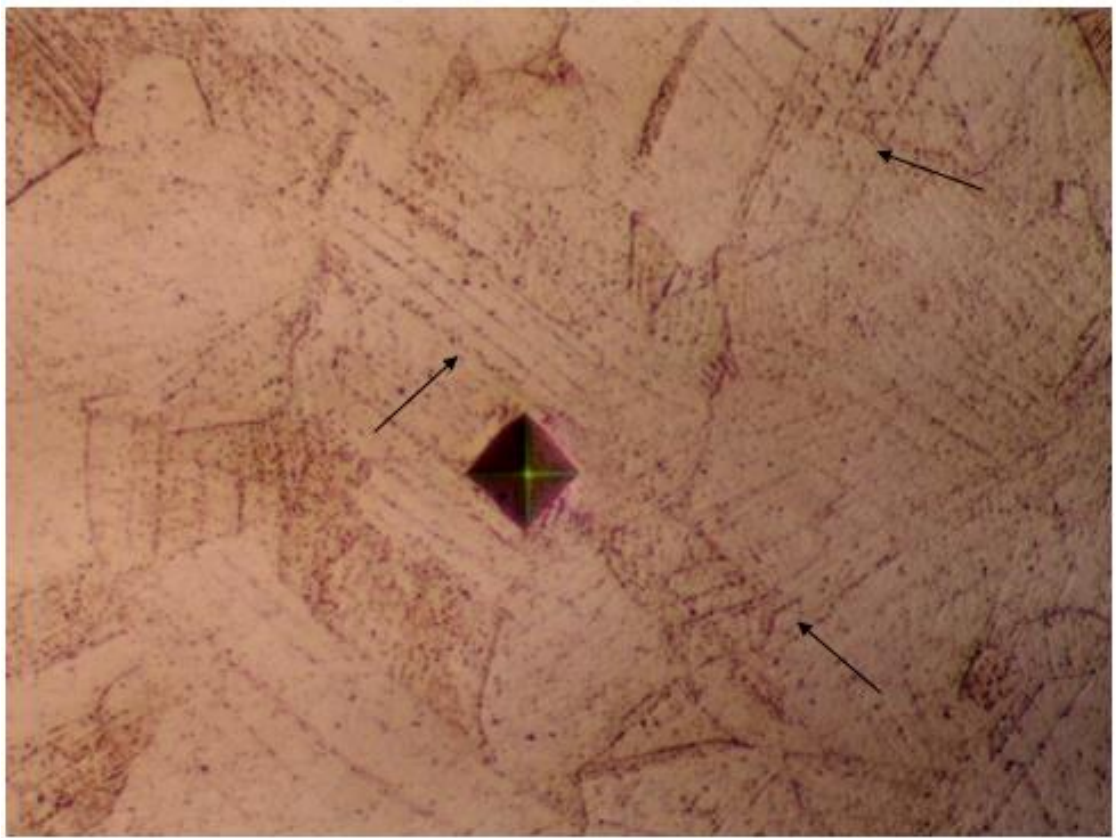
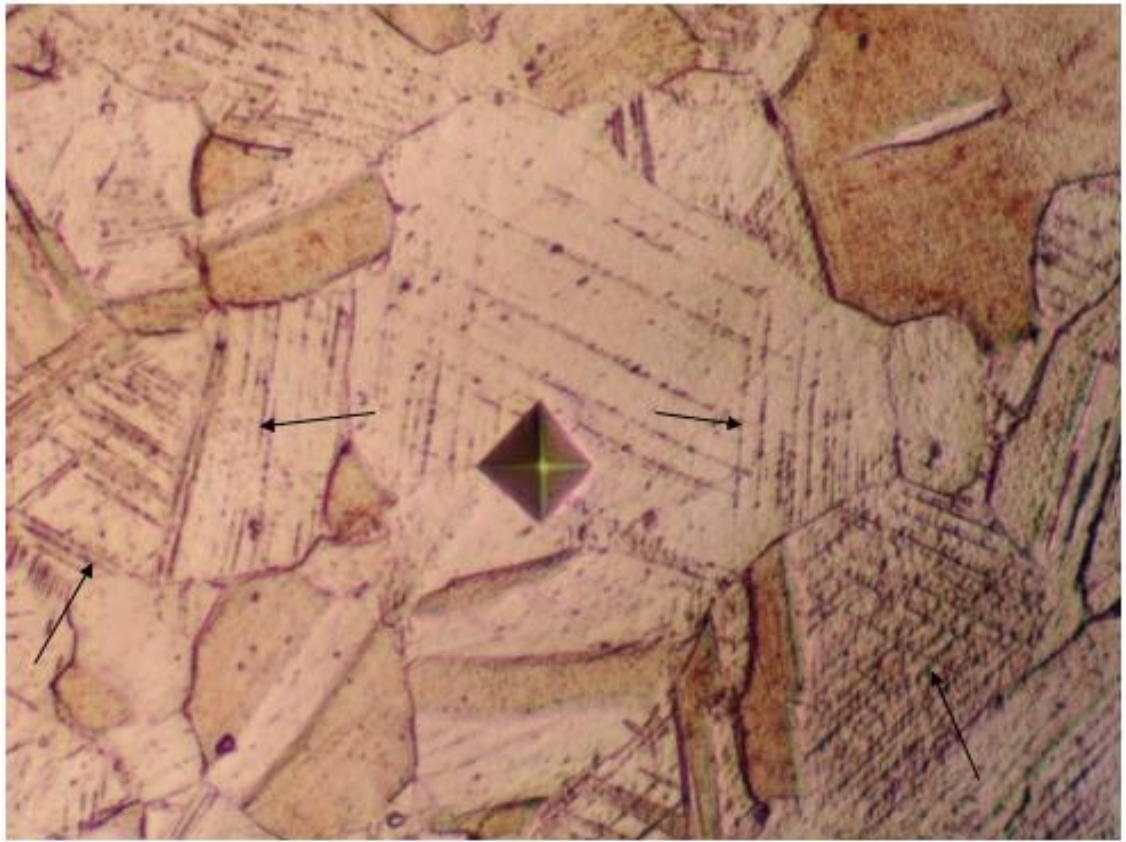


Fig. 31. Cadrele 4 și 8 din Fig. 30 la o mărire majorată

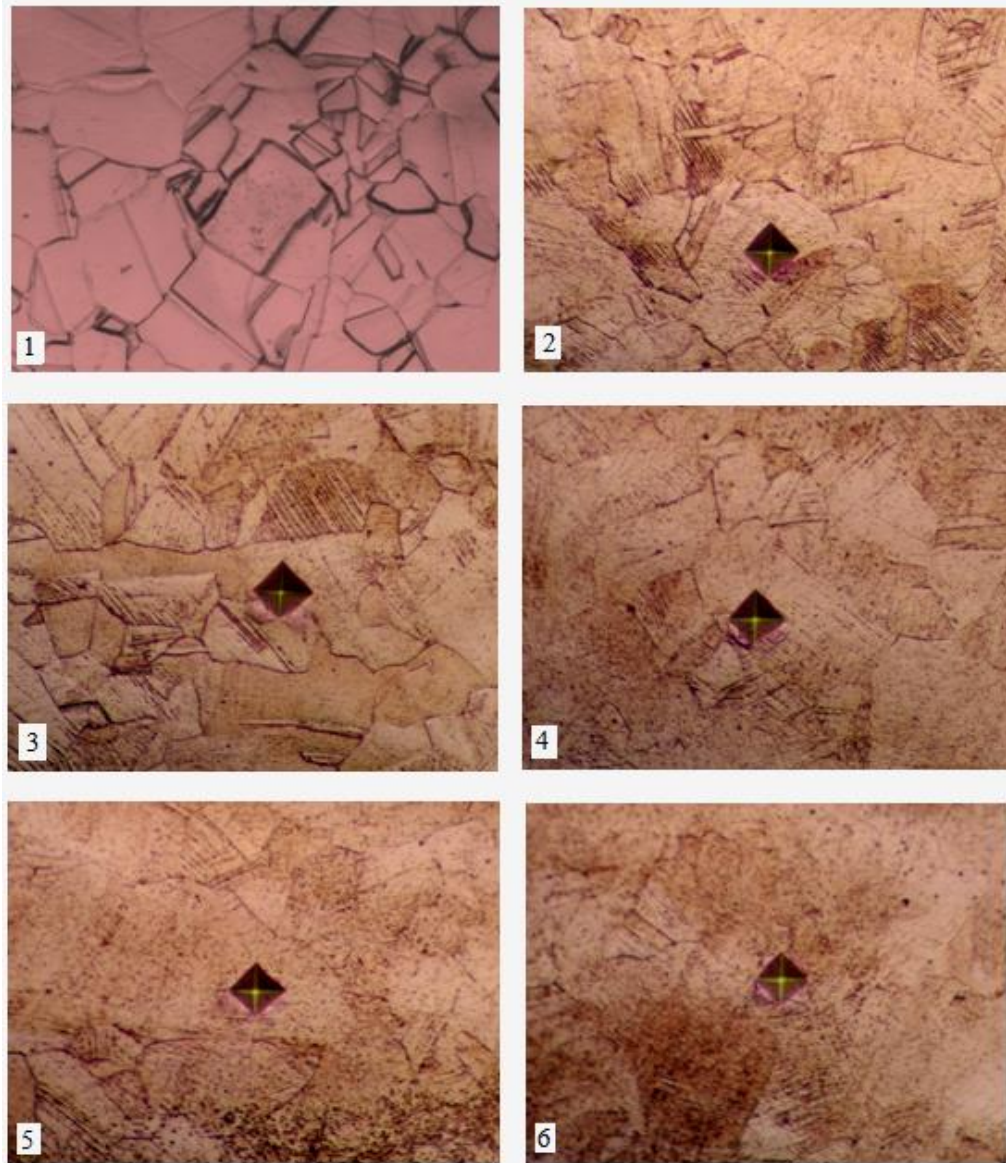


Fig. 32. Oțel AISI 316L. Evoluția modificărilor microstructurii probei la o secțiune transversală pe măsura apropierii de suprafață de frecare. Durata frecării – 10 ore. 1 - microstructura suprafeței originale a probei; 2-6 – imaginile microstructurii pe măsura apropierii de suprafața de frecare

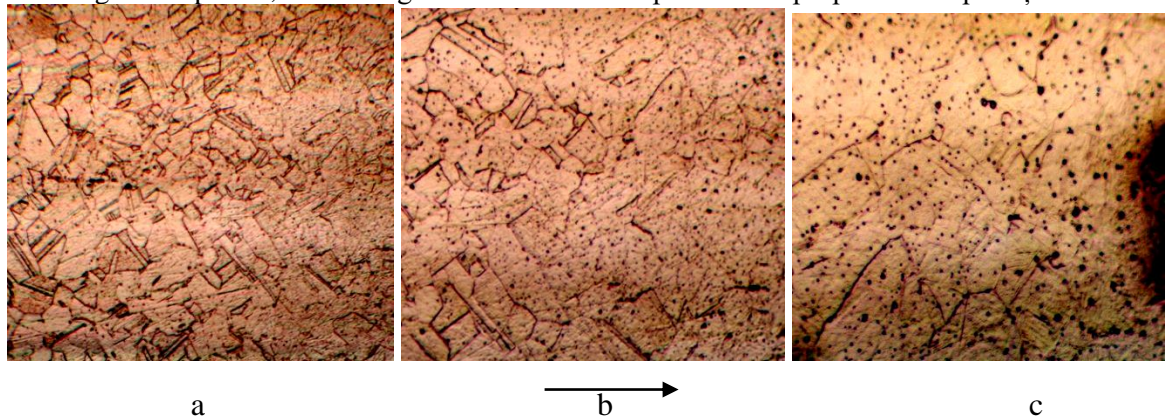


Fig. 33. AISI 316L. Evoluția modificării microstructurii unei probe la o secțiune transversală pe măsura apropierii de suprafață (a - b - c) supusă polizării manuale timp de 5 ore

Rezultatele testelor efectuate și evaluările sunt prezentate în figurile 34 - 41. Notă pentru toate figurile: Punctele cele mai apropiate de axa ordonatelor corespund unei distanțe de aproximativ 50 μm de suprafața de frecare, acestea din urmă pe partea dreaptă se află la o distanță de aproximativ 600-700 μm.

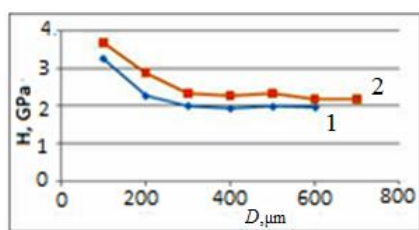


Fig. 34. Duritatea (H) versus distanța de la suprafața de frecare (D). Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 10 ore.

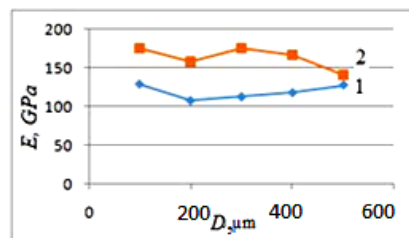


Fig. 35. Modulul Young (E) versus distanța de la suprafața de frecare (D). Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 10 ore.

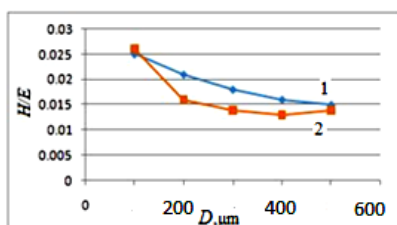


Fig. 36. Modificarea indexului plasticității ('plasticity index'), H/E , pe măsură deparțării de la suprafața de frecare. Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 10 ore

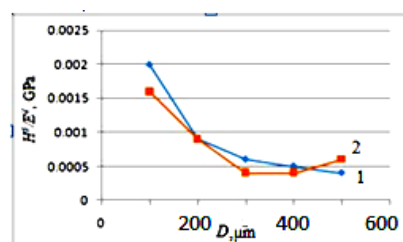


Fig. 37. Modificarea indexului rezistenței ('resistance index'), H^3/E^2 , pe măsură deparțării de la suprafața de frecare. Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 10 ore

O caracteristică tipică a tuturor parametrilor dați este scăderea valorilor lor cu creșterea distanței de la suprafața de frecare. Deși în unele cazuri schimbarea nu se desfășoară complet lin, se observă zone cu maxime și minime, cu toate acestea, următorul model general este observat pe toate curbele. În primul rând, efectul fricțiunii duce la o creștere a parametrilor de rezistență și plasticitate în comparație cu eșantionul original, nedeformat și, în al doilea rând, există tendința ca valoarea lor să scadă odată cu distanța de la suprafața de frecare până la valorile eșantionului nedeformat. Zona acoperită de influența fricțiunii depinde de durata impactului procesului, crescând odată cu creșterea acestuia.

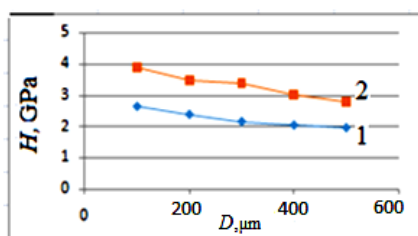


Fig. 38. Duritatea (H) versus distanța de la suprafața de frecare (D). Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 5 ore.

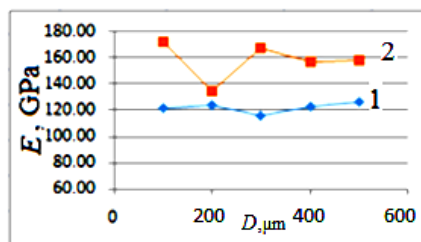


Fig. 39. Modulul Young (E) versus distanța de la suprafața de frecare (D). Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 5 ore.

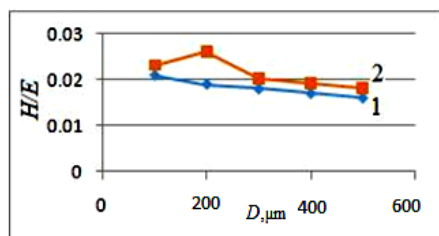


Fig. 40. Modificarea indexului plasticității ('plasticity index'), H/E , pe măsura deparțării de la suprafața de frecare. Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 5 ore

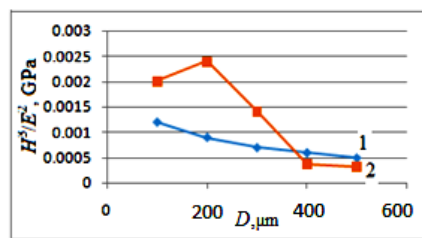


Fig. 41. Modificarea indexului rezistenței ('resistance index'), H^3/E^2 , pe măsura deparțării de la suprafața de frecare. Curba 1 - frecare timp de 1 oră; curba 2 - 5 ore

O creștere a duratei procesului de frecare, de regulă, duce la o creștere a tuturor parametrilor (cu unele excepții, de exemplu, parametrii (H/E) și (H^3/E^2) pentru metoda de frecare „metal/metal”). De asemenea, se remarcă faptul că metoda de fricțiune contribuie la parametrii de rezistență și ductilitate ai oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L.

5.6. Concluzii

1. Pentru oțelul austenitic AISI 316L a fost studiat efectul mai multor metode de micro deformare plastică intensivă (mDPI): indentare instrumentală, cvasi-statică și sclerometrică, asupra microstructurii amprentelor și zgârieturilor, reliefului suprafeței în vecinătatea lor, precum și asupra valorii nano- și microdurității în funcție de valoarea sarcinii aplicate.
2. A fost constatată formarea unei structuri cu granulație fină atât în zona de indentare, cât și în zona de zgârieturi.
3. La sarcini reduse ($P=10$ mN) deformarea din jurul ampretei, de regulă, se propagă într-o singură microgranulă prin mecanismul intragranular. La sarcini mai mari ($P=50-2000$ mN), deformarea are loc în cadrul mai multor granule conform mecanismelor intragranular-intergranular și rotațional.
4. S-a demonstrat caracterul mișcării în salturi la procesul de formare a zgârieturilor.
5. Creșterea sarcinii la indentor este însoțită de o scădere a microdurității și a altor parametri mecanici, cum ar fi modulul Young, indicii de plasticitate și de rezistență, pentru toate metodele mDPI utilizate.
6. Reducerea mărimii granulelor la mDPI corelează cu rezultatele obținute sub influența fricțiunii prin metodele “metal/metal” și “metal/abraziv”. Motivul constă în analogia stării de solicitare în stratul lângă suprafață la diferite metode mDPI: fricțiune, indentare instrumentală, cvasi-statică și microscratching.
7. Datele obținute extind înțelegerea mecanismelor de deformare ale oțelului austenitic AISI 316L, care pot fi utile pentru aplicarea lui practică.

5.7. Bibliografia

1. Cristopher, A. Schun. Nanoindentation studies of materials, Materialstoday. 2006, 9(5), 32-40.

2. Mark R. VanLandingham. Review of Instrumented Indentation . Journal of Research of the NIST). 2003, 108, 4249-265.
3. Kožuh, S.; Gojić, M.; L.Kosec. Mechanical properties and microstructure of austenitic stainless steel after welding and post-weld heat treatment. Kovove Mater. 2009, 47, 253-262.
4. Chaudhri, M.M. In: F.R.N. Nabarro and J.P.Hirth (Eds). Dislocation in Solids 12, Elsevier, chapter 70. 2004, 449 – 550.
5. Grabco, D.Z.; Pyrtsac, K.M.; Shikimaka, O.A. Mechanical properties of polycrystalline copper and single-crystal LiF initial components for composite system Cu/LiF. Surf. Eng. and Appl. Electrochem. 2016, 52(3), 233-241.
[doi 10.3103/S1068375516030066](https://doi.org/10.3103/S1068375516030066).
6. Triwiyanto, Askar; Hussain, Patthi; Ismail, Mokhtar Che. Microstructure and nanoindentation characterization of low temperature hybrid treated layer on austenitic stainless steel. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 2013, 46, 012043. [doi:10.1088/1757-899X/46/1/012043](https://doi.org/10.1088/1757-899X/46/1/012043).
7. Langdon, G. S.; Schleyer, G. K. Unusual strain rate sensitive behaviour of AISI 316L austenitic stainless Steel. J. Strain Anal. Eng. 2004, 39(1), 71-86.
8. Amudarasan, N.V.; Palanikumar, K.; Shanmugam, K. Mechanical properties of AISI 316L austenitic stainless steels welded by GTAW. Adv. Mat. Res. 2014, 84, 950-57.
[Doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.849.50](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.849.50).
9. Tolosa, Itziar; Garcandía, Fermín; Zubiri, Fidel; Zapirain, Fidel. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies. Int. J. Adv. Manuf. Tech. 2010, 51(5), 639-647.
[DOI: 10.1007/s00170-010-2631-5](https://doi.org/10.1007/s00170-010-2631-5).
10. Karthick, K.; Malarvizhi, S.; Balasubramanian, V.; Krishnan, S.A.; Sasikala, G.; Albert, Sh.K. Tensile and impact toughness properties of various regions of dissimilar joints of nuclear grade steels. Nucl. Eng. Technol. 2018, [50\(1\)](https://doi.org/10.1007/s00170-010-2631-5), 116-125.
11. Verduzco, J.A.; Lemus-Ruiz, J.; Téllez-Arias, M.G.; Bedolla, A.; G. Lara. Mechanical properties of AISI 316L stainless steels joined with a commercial Ni based amorphous foil. Mater. Sci. Eng. Tech. 2011, 42(5), 429-434.
<https://doi.org/10.1002/mawe.201100804>
12. [Shalaeva](#), E. V.; [Smirnova](#), E. O.; [Smirnov](#), S. V.; [Novachek](#), D. D. Deformation Behavior and Structure of *i*-Al-Cu-Fe Quasicrystalline Alloy in Vicinity of Indentation. [Phys.of the Solid State](#). 2018, 60, 312-319.
13. Klenam, D.E.P.; Polese, C.; Chown, L.H.; Kwofie, S.; Cornish, L.A. Mechanical behaviour of pack carburized AISI 316L austenitic stainless steel. Afr. I. Min. Metall. 2015, 115(12), 1183-1191. <http://dx.doi.org/10.17159/2411-9717/2015/v115n12a6> .
14. Nascimento, F. C.; Carlos, E. F., Rutz da Silva, S. L.; C. M. Lepienski C. M., José de Mesquita Siqueira, C.; Junior, C. A. A comparative study of mechanical and tribological properties of AISI-304 and AISI-316 submitted to glow discharge nitriding. Mat. Res. 2009, 12(2), 173-180. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392009000200011>.
15. Ovid’ko, I.A. Plastic deformation mechanisms in nanocrystalline metallic materials.

- J. Mech. Behav. Mater. 2013, 22(3-4), 81-88. DOI [10.1515/jmbm-2012-0005](https://doi.org/10.1515/jmbm-2012-0005).
16. Rokosz, K.; Hryniewicz, T. J.; Lukes; Sepitka, J. Nanoindentation studies and modeling of surface layers on austenitic stainless steels by extreme electrochemical treatments. Surf. Interface Anal. 2015,47, 643-647.
 17. Naffakh, H.; Shamanian, M.; Ashrafizadeh, F. Dissimilar welding of AISI 310 austenitic stainless steel to nickel-based alloy Inconel 657. *J. Mater. Process.Tech.* 2009, [209\(7\)](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.08.019), 3628-3639. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.08.019>Get rights and content .
 18. Agarwal, N.; Kahn, H.; Avishai, A.; Michal, G.; Ernst, F.; Heuer, A.H. Enhanced fatigue resistance in 316L austenitic stainless steel due to low-temperature paraequilibrium carburization. Acta Mater. 2007, 55(16), 5572-5580.
 19. Fewell, M.P.; Mitchell, D.R.G.; Priest, J.M.; Short, K.T.; Collins, G.A. The nature of expanded austenite. Surf. Coat. Tech. 2000, 131(1-3), 300-306.
 20. Bell, T. Surface engineering of austenitic stainless steel. Surf. Eng. 2000, 18(6), 415-422.
 21. Schneider, Michael J.; Chatterjee, Madhu S. Introduction to Surface Hardening of Steels. In: ASM Handbook, Steel Heat Treating. Fundamental and Processes. Ed. J. Dossett and G.E. Totten. 2013, 4A, 389-398.
 22. Handbook of Materials for Medical Devices. Edited by J.R.Davis. ASM International, 2003, (#06974G). ISBN: 0-87170-790-X.
 23. [Navarro, M .;](#) [Michiardi, A.;](#) [Castaño, O.;](#) [J.A Planell.](#) Biomaterials in orthopaedics. *J R Soc. Interface*, 2008, 6, 5(27), 1137-1158. doi: [10.1098/rsif.2008.0151](https://doi.org/10.1098/rsif.2008.0151)
 24. [Hanawa, Takao.](#) Research and development of metals for medical devices based on clinical needs. *Sci Technol Adv Mater.* 2012, 13(6): 064102.
 25. Sastri, Vinny R. Materials used in medical technology. In book: Plastics in Medical Devices. 2014, 4-84. DOI: [10.1016/B978-1-4557-3201-2.00003-3](https://doi.org/10.1016/B978-1-4557-3201-2.00003-3)
 26. Verlinden, B. Severe plastic deformation of metals. M.J.O.M. 2005, 165-182. DOI: [10.30544/380](https://doi.org/10.30544/380).
 27. Valiev, R.Z.; Islamgaliev, R.K.; Alexandrov, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. Prog. Mater. Sci. 2000, 45, 103-189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9)
 28. Humphreys, F.J.; Prangnell, P.B.; Bowen, J.R.; Gholinia, A.; Harris, C. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation . Philos. T. R. Soc. A Lond. A357: 1999, 1663-1681.
 29. Görtan, Okan; Enrico, Bruder; Groche, Peter; Mueller, Clemens. New Severe Plastic Deformation Process to Produce Ultrafine Grained Materials. Steel. Res. Int. 2010, 81(9), 478-481.
 30. Valiev, R.Z.; Alexandrov, I.V. Bulk nanostructured SPD materials with advanced properties. Nanostructures: synthesis, functional properties and applications. (Ed. Tsakalakos, et al.), Kluwer Acad. Publ. 2003, 128, 239-249.
 31. Kulak, G.L.; Fisher, J.W.; Struik, J.H.A. Guide to Design Criteria for Bolted and Riveted Joints (Edition 2), American Insitute of Steel Construction, Chicago. 2001, 352 p.

32. Shmakov, A.M.; Danilina, T.F.; Vorobiev, A.A.; Verstakov, D.V. Investigation of the strength characteristics of hard tissues of teeth after vital amputation, *Fundamental research*, 2013, 9(5), 945-948.
33. Grabco, D.; Leu, D. Deformation mechanism as a function of applied load under metal microindentation. *Materials Science and Engineering A*. 2010, 527, 6987-6996. doi: 10.1016/msea.2010.07.034
34. Grabco, D.; Shikimaka, O.; Harea, E. Translation-Rotation Plasticity as Basic Mechanism of Plastic Deformation in Macro-, Micro- and Nanoindentation Processes. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2008, 41, 074016, 9p. DOI: [10.1088/0022-3727/41/7/074016](https://doi.org/10.1088/0022-3727/41/7/074016)
35. Lyamina, E.; Alexandrov, S.; Grabco, D.; Shikimaka, O. An Approach to Prediction of Evolution of Material Properties in the Vicinity of Frictional Interfaces in Metal Forming. *KEM*. 2007, 345-346, 741-744.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.345-346741>
36. Alexandrov, S.E.; Grabco, D.Z.; Shikimaka O.A. The Determination of the Thickness of a Layer of Intensive Deformations in the Vicinity of the Friction Surface in Metal Forming Processes. *J. Machinery Manufacture & Reliability*. 2009, 38(3), 277-282.
<https://doi.org/10.3103/S105261880903011X>
37. Grabco, D.; Alexandrov, S.; Leu, D.; Rahvalov, V.; Shikimaka O. Behaviour of ductile materials under friction, extrusion and concentrated load action. *Mold. J. of the Phys. Sci.* 2004, 3(2), 172-177. <http://sfm.asm.md/moldphys/>
38. Grabco, D.Z.; Shikimaka, O.A.; Alexandrov, S.E.; Harea, E.E.; Mirgorodskaya, I.Yu.; Danitsa, Z.N. Evolution of change in microstructure of material as it moves farther from frictional contact surface under conditions of intense plastic deformation. In: *Proc. of the XVIII St.- Petersburg readings on problems of strength and crystal growth*, p.I, St.- Peters. 2008, 152-154.
39. Боярская, Ю.С.; Грабко, Д.З.; Кац, М.С. Физика процессов микроиндентирования, Ред. шт. М. И. Вальковская, Киш.: Штиинца, 1986, 294 с. (in Rusă)
40. Oliver, W. C.; Pharr, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 1992, 7(6), 1564-1583.
41. Головин, Ю. И. Введение в нанотехнику. Москва: Машиностроение, 2007, 496 с
42. Головин, Ю. И. Наноиндентирование как средство комплексной оценки физико-механических свойств материалов в субмикроробъектах. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*, №1, 2009, 75, 45-59.
43. Grabco, D.Z.; Pyrtsac, K.M.; Gimpu, L.Z.; ; Volodina, G.F. Mechanical Properties of the Coating/Substrate Composite System: Nanostructured Copper Films on a LiF Substrate. *Surf. Eng. & Appl. Electrochem.* 2016, 52(4), 319–333.
44. Leyland, A.; Matthews, A. *Wear*. 2000, 246(1-2), 1-11.
45. Roy, M. Nanocomposite Films for Wear Resistance Applications. In: *Surface Engineering for Enhanced Performance against Wear*. Springer Vienna, 2013, 45-78.
46. Мотт, Б.В. Испытание на твердость микровдавливанием. М.: Металлургиздат, 1960, 338 с.
47. Григорович, В.К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976, 230 с

48. Jankowski, A. F.; Nyakiti, L.O., Tanvir, Ahmed H. S.; Humphrey, R. T. High strain-rate scratch testing of nanoscale materials. Twenty-first International Offshore and Polar Engineering Conf. (Maui, Hawaii, USA, June). 2011, 710-717.
49. Kareer, A.; Hou, X. D.; Jennett, N.M.; Hainsworth, S.V. The existence of a lateral size effect and the relationship between indentation and scratch hardness in copper. *Philos. Mag.* 2016, 96(32-34), 3396-3413.
50. ASTM, ASTM G171 standard test method for scratch hardness of materials using a diamond stylus. ASTM Stand. 3, 2009.
51. Shikimaka, O.; Prisacaru, A. Deformation mechanisms under nanoscratching of Si: effect of scratching speed, load and indenter orientation, *Mater. Res. Express*, 2019, 6, 085011. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab1a0d>.
52. Oliver, W.C.; Pharr, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 1992, 7(6), 1564-1580. ISSN 0884-2914. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>.
53. Shikimaka, O.; Grabco, D. Deformation created by Berkovich and Vickers indenters and its influence on surface morphology of indentations for LiF and CaF₂. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2008, 41, 074012 (6pp). doi:10.1088/0022-3727/41/7/074012
54. Soer, W.A.; De Hosson J.Th.M.; Minor, A.M.; Morris, J.W.; Stach, E.A. Effects of solute Mg on grain boundary and dislocation dynamics during nanoindentation of Al–Mg thin films *Acta Mater.*, 2004, 52, 5783–5790. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.08.032>
55. Lorenz ,D.; Zeckzer, A.; Hilpert, U.; Grau, P.; Iohansen, H.; Leipner, H.S. Pop-in effect as homogeneous nucleation of dislocations during nanoindentation, *Phys Rev. B*, 2003, 67, 172101-1–172101-4. DOI: [10.1103/PhysRevB.67.172101](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.67.172101)
56. Tyurin, A.I.; Poverinova, G.V.; Kupriyakin, A.M. Influence of speed of relative deformation on the size of crack resistance Si and Ge at dynamic micro-indentation. *Vestnik TGU*, 2007, 12(1), 84–87. (in Rus.).
57. Tyurin, A.I.; Yunak, M.A. Influence of relative strain rate on relief formation near imprint during dynamic microindentation. *Fundamental research*, 2004, 3, 86-87 (in Rus.). <http://www.fundamental-research.ru/ru/article/view?id=4797>
58. Blokh, V.I. *Theory of Elasticity*, Kharkov University Publisher, 1964, 483 p. (in Rus.).
59. [Honeycombe](#), R. W. K. *Plastic Deformation of Metals*, Publisher: Hodder Arnold, 1982, 483 p. ISBN-10: 0713134682; ISBN-13: 978-0713134681.
60. Prager, W.; Hodge, Ph.G. *Theory of Perfectly Plastic Solids*, New York –John Wiley and Sons, London –Chapman and Hall, 1951, 398 p.
61. O’Neill, Hugh. *Hardness Measurement of Metals and Alloys (Edition 2)*, Springer US, 1967, 238 p. eBook ISBN 978-1-5041-2521-5.
62. Grabco, D.Z.; Boyarskaya, Yu.S.; Dyntu, M.P. Mechanical properties of bismuth-type semimetals, Chisinau: Shtiintsa, (1982), 133 p. (in Rus.).
63. Bowden, F. P.; Leben, L. The nature of sliding and the analysis of friction, *Proc. R. Soc. London A* 1939, 169, 371–391. <https://doi.org/10.1098/rspa.1939.0004>.

64. Bowden, F. P.; Tabor, D. The Friction and Lubrication of Solids, Part I, Clarendon Press, Oxford, 1950, 424 p. ISBN: 9780198507772.
65. Li, K.; Ni B.Y.; Li, J.C.M. Stick-slip in the scratching of styrene-acrylonitrile copolymer, *J. Mater. Res.*, 1996, 11(6), 1574-1580.
DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1996.0197>
66. Pharr, G. M.; Herbert, E.G., Gao, Y. The Indentation Size Effect: A Critical Examination of Experimental Observations and Mechanistic Interpretations. *Annual Review of Materials Research*. 2010, 40, 271–292. DOI: [10.1146/annurev-matsci-070909-104456](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104456).
67. Grabco, D. Dislocation-Disclination Mechanism of Deformation under Microindentation. *Mold.J.Phys.Sci*, 2002, 1(3), 94-103.
68. Lim, Y.Y.; Chaudhri, M.M. The influence of grain size on the indentation hardness of high-purity copper and aluminium. *Phil. Mag. A*, 2002, 82(10), 2071-2080.
<https://doi.org/10.1080/01418610208235717>.

6. Descrierea colaborării între organizația din RM și organizațiile partenere după caz (specificul și continuitatea colaborării)

În toți cei trei ani de proiect, au fost analizate rezultatele obținute, a avut loc schimb de informații cu partenerii de la Institutul pe Probleme Mecanice (Moscova, Rusia) și Universitatea Tehnică Novy Sad (Serbia), au fost ținute discuții în ceea ce privește de calculele teoretice elaborate și de datele experimentale pentru diferite tipuri de deformație plastică intensivă (DPI).

În anul 2019, colaboratorii IFA (dr. hab., prof. Grabco Daria. și dr., conf. Șikimaka Olga) au efectuat o delegație științifică la Universitatea Tehnică (Serbia) pentru a discuta rezultatele științifice și a elabora un plan de acțiune pentru continuarea activității experimentale în cadrul proiectului. La fel, analiza și discuția rezultatelor obținute între toate cele trei echipe au fost efectuate în mod regulat prin e-mail, telefon și prin poștă. Analiza activității desfășurate în cadrul proiectului confirmă faptul că sarcina înaintată pentru acest consorțiu științific a fost finalizată cu succes.

Având în vedere experiența extinsă și competența ridicată a membrilor echipei în domeniul mecanicii solidelor și fizicii plasticității și durabilității, precum și mulți ani de colaborare științifică între echipele rusești, sârbe și moldovenești, există deplina încredere că cooperarea acestor echipe va continua prin promovarea de noi proiecte internaționale.

7. Diseminarea rezultatelor obținute în formă de publicații

Articole

1. GRABCO, D.; SHIKIMAKA, O.; PYRTSAC, C.; BARBOS, Z.; POPA, M.; PRISACARU, A.; VILOTIC, D.; VILOTIC, M.; ALEXANDROV, S. Microstructures Generated in AISI 316L Stainless Steel by Vickers and Berkovich Indentations. *Material Science and Engineering A*, 2020. *IF*: 4.652. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140597>
2. GRABCO, D.; SHIKIMAKA, O.; PYRTSAC, C.; BARBOS, Z.; POPA, M.; PRISACARU,

A.; VILOTIC, D.; VILOTIC, M.; ALEXANDROV, S Nano- and Micromechanical Parameters of AISI 316L Steel. *Surf. Eng. Appl. Electr.*, 2020, Vol. 56, No. 6, pp. 719–726. ISSN 1068-3755.

3. GRABCO, D.; SHIKIMAKA, O.; ALEXANDROV, S.; BARBOS, Z.; POPA, M. Influence of various factors on micromechanical properties of steels. În: Proceedings of IV International Scientific Conference „Material Science. Nonequilibrium Phase Transformation”, 10-13.09.2018, Varna, Bulgaria, p. 30-33, ISSN 2535-0218 (print), ISSN 2535-0226 (online).

4. ALEXANDROV, S.; VILOTIC, D.; GRABCO, D. Using the Upper Bound Technique for Calculating the Strain Rate Intensity Factor. În: *Proceedings of the First International Conference on Theoretical, Applied and Experimental Mechanics. ICTAEM 2018. Structural Integrity, vol 5. Springer.* International Conference on Theoretical, Applied and Experimental Mechanics, 17-20 June, Cyprus, Greece , p. 85—90. ISBN: 978-3-319-91988-1. doi: 10.1007/978-3-319-91989-8_15.

8. Diseminarea rezultatelor obținute în formă de prezentări (comunicări, postere, teze/rezumate/abstracte) la foruri științifice

1. **ALEXANDROV, S.**; VILOTIC, M.; GRABCO, D. An Improved Test for Identifying the Friction Law in Metal Forming Processes. In: *Book of Abstract of the International Conference on Engineering Tribology and Applied Technology (ICETAT 2018)*, Taipei, Taiwan, 16-18, November, 2018., Number: 7. (Raportor: Alexandrov S., oral)

2. **ALEXANDROV, S.**; VILOTIC, D.; GRABCO, D. Using the Upper Bound Technique for Calculating the Strain Rate Intensity Factor. În: *Proceedings of the First International Conference on Theoretical, Applied and Experimental Mechanics. ICTAEM 2018. Structural Integrity, vol 5. Springer.* International Conference on Theoretical, Applied and Experimental Mechanics, 17-20 June, Cyprus, Greece , p. 85—90. ISBN: 978-3-319-91988-1. doi: 10.1007/978-3-319-91989-8_15. (Raportor: Alexandrov S., oral)

3. **GRABCO, D.Z.**; SHIKIMAKA, O.A.; PYRTSAC, C.M.; PRISACARU, A.A.; ALEXANDROV, S.E. Application of acoustic emission technique for the evaluation of micromechanical properties of steel. În: *Abstracts MSCMP 2018, Chisinau, 2018.* 9th International Conference on Materials Science and Condensed Matter Physics, September 25-28, 2018, Chisinau, Moldova , p. 148 . ISBN: 978-9975-142-35-9. (Raportor: Grabco D., poster)

9. Protecția rezultatelor obținute în formă de obiecte de proprietate intelectuală

-

10. Materializarea rezultatelor obținute

1. A fost elaborată metoda nouă de evidențiere pe suprafața oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L a microstructurii în interiorul amprentelor și scratchilor (zgârieturilor), la fel și în zonele microscopice din jurul lor. Pentru detectarea celor structuri microscopice a fost utilizat tratamentul chimic selectiv al probelor deformate în combinație cu microscopia optică de reflecție (MO) și microscopia forței atomice (AFM), care permit vizualizarea reliefului fin al suprafețelor deformate.

Metoda elaborată a fost adusă la cunoștință tinerilor colaboratori care au însușit-o cu ulterioara aplicare pentru efectuarea lucrului științific în cadrul proiectului.

2. În baza rezultatelor obținute au fost publicate 4 articole științifice: în revista *Materials Science & Engineering A* (IF: 4.652); în revista *Surface Engineering & Applied Electrochemistry* și în două *Proceedinguri* ale Conferințelor științifice de fizică din Bulgaria și Grecia. În plus, au fost publicate Tezele a rapoartelor prezentate la Conferințele din Taipei (Taiwan) și Chișinău (Moldova).

11. Colaborări cu organizații de cercetare internaționale, proiecte de cercetare/activități comune cu parteneri externi

Partenerii Proiectului actual:

1. Institutul pentru probleme în mecanică al Academiei de Științe al Rusiei;
2. Universitatea Tehnică din Novyi Sad, Serbia.

Activități comune cu:

3. Institutul de Optoelectronică, INOE2000, București-Măgurele, România
4. Institutul Național pentru Fizica cu Laser, Plasmă și Radiații, București-Măgurele, România

12. Dificultățile în realizarea proiectului

-

13. Concluzii

Rom.

Pentru oțelul austenitic AISI 316L a fost studiat efectul mai multor metode de microdeformare plastică intensivă (mDPI): indentare instrumentală, cvasistatică și sclerometrică, asupra microstructurii amprentelor și scratchilor, reliefului suprafeței în vecinătatea lor, precum și asupra valorii nano- și microdurateții în funcție de valoarea sarcinii aplicate. A fost constatată formarea unei structuri cu granulație fină atât în zona de indentare, cât și în zona de scratchuri.

La sarcini reduse ($P=10$ mN) deformarea din jurul amprentei, de regulă, se propagă într-o singură microgranulă prin mecanismul *intragranular*. La sarcini mai mari ($P=50-2000$ mN), deformarea are loc în cadrul mai multor granule conform mecanismelor *intergranular* și *rotațional*. S-a demonstrat caracterul mișcării în salturi la procesul de *scratching*. Creșterea sarcinii la indenter este însoțită de o scădere a microdurateții, precum și al modulului Young, indicilor de plasticitate și rezistență, pentru toate metodele mDPI utilizate. Reducerea mărimii granulelor la mDPI corelează cu rezultatele obținute sub influența fricțiunii prin metodele “metal/metal” și “metal/abraziv”. Motivul constă în analogia stării de solicitare în stratul lângă suprafață la diferite metode mDPI: fricțiune, indentare instrumentală, cvasistatică și microscratching. Datele obținute extind înțelegerea mecanismelor de deformare ale oțelului

austenitic AISI 316L, ce poate fi util la aplicarea lui practică.

Eng.

For AISI 316L austenitic steel, the effect of several methods of intensive plastic microdeformation (mDPI): instrumental, quasi-static and sclerometric indentation, on the microstructure of imprints and scratches, the surface relief in their vicinity, and on the nano- and microhardness depending on the value of the applied load was studied. The formation of a fine-grained structure was found both in the imprint area and in the scratch area. At low loads ($P = 10$ mN) the deformation around the imprint, as a rule, propagates in a single microgranule through the *intragranular* mechanism. At higher loads ($P = 50-2000$ mN), the deformation takes place within several granules according to the *intergranular* and rotational mechanisms. The character of the movement in jumps in the scratching process has been demonstrated. The increase in indenter load is accompanied by a decrease in microhardness, as well as, Young's modulus, plasticity and strength indices, for all mDPI methods used. The reduction of the grain size at mDPI correlates with the results obtained under the influence of friction by the "metal/metal" and "metal/abrasive" methods. The reason is the analogy of the state of stress in the surface layer with different mDPI methods: friction, instrumental and quasi-static indentation, and microscratching. The data obtained extend the understanding of the deformation mechanisms of AISI 316L austenitic steel, which can be useful in its practical application.

Conducătorul de proiect:

Daria GRABCO, dr.hab., prof.



Data: 14 ianuarie 2021

LS