

Raport științific și tehnic

Proiect PCE213 / 25.02.2021

Cod depunere: PN-III-P4-ID-PCE-2020-1934

Fenomene/mecanisme ce apar în timpul procesării termomecanice a aliajelor de tip β -Ti și influența acestora asupra texturării cristalografice

Etapa II / 2022

Investigarea mecanismului de recristalizare în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe procesat la rece (partea a II-a). Investigarea influenței deformării la rece asupra evoluției texturării cristalografice (partea I-a).

Decembrie 2022

CUPRINS

	Pag.
Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei II / 2022	0
Rezumatul Etapei II / 2022	1
Obiectivele Etapei II / 2022	1
Rezultatele Etapei II / 2022	1
I. Activități derulate	2
1.1. Determinarea influenței temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a)	2
1.2. Determinarea influenței duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a)	5
1.3. Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra macro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe	8
1.4. Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea I-a)	16
II. Diseminarea rezultatelor	20

Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei II / 2022

În perioada de derulare a Etapei I / 2022 a proiectului **PN-III-P4-ID-PCE-2020-1934**, Acronim: **SDSS-TextMech**, Contract nr. **PTE213/25.02.2021** s-au derulat următoarele activități prevăzute în **Planul de realizare** a proiectului:

- *Determinarea influenței temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a);*
- *Determinarea influenței duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a);*
- *Caracterizarea avansată a probelor procesate/recristalizate (partea a II-a);*
- *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra macro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe;*
- *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea I-a).*

Obiectivul Etapei II / 2022 a fost reprezentat de investigarea influenței următoarelor fenomene asupra caracteristicilor microstructurale ale aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%):

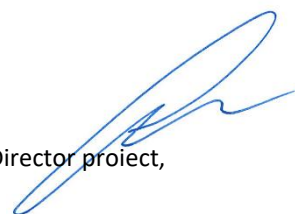
- influenței temperaturii și duratei de recristalizare;
- influența procesării / deformării la rece asupra macro și micro-texturării.

În urma derulării activităților științifice derulate s-au realizat următoarele studii privind:

- investigat influenței temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece, cu grade de deformare plastică crescătoare de la 10% la 60%;
- investigat influenței duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece, cu grade de deformare plastică crescătoare de la 10% la 60%;
- investigat influenței procesării / deformării la rece, cu grade de deformare plastică crescătoare de la 10% la 60%, asupra macro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.
- investigat influenței procesării / deformării la rece, cu grade de deformare plastică crescătoare de la 10% la 60%, asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

De asemenea, în cadrul Etapei II / 2022 au fost realizate integral activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: cinci lucrări științifice prezentate la trei conferințe științifice internaționale în domeniul proiectului și două lucrări submise spre publicare la revistă cotate ISI.

Director proiect,



Rezumatul Etapei II / 2022

Coordonatorul (CO) proiectului: **PN-III-P4-ID-PCE-2020-1934** / Acronim: **TextMech** este UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN BUCUREȘTI. Managementul proiectului a asigurat respectarea planificării și realizarea activităților din planul de realizare al proiectului care au condus la îndeplinirea în totalitate a obiectivelor științifice și tehnice ale Etapei II / 2022. Rezultatele științifice și tehnice obținute la execuția Etapei II / 2022 sunt incluse în raportul științific și tehnic al Contractorului. Pe tot parcursul derulării proiectului, Coordonatorul de proiect (CO) a gestionat/analizat/sintetizat datele științifice și financiare, care au fost stocate în format electronic și fizic și au fost prelucrate la final pentru întreaga etapă a proiectului.

Pentru atingerea obiectivelor din această etapă a derulării proiectului s-au efectuat următoarele activități științifice:

- *Determinarea influenței temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a);*
- *Determinarea influenței duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a);*
- *Caracterizarea avansată a probelor procesate/recristalizate (partea a II-a);*
- *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra macro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe;*
- *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea I-a).*

Au fost realizate integral activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: patru lucrări științifice prezentate la trei conferințe științifice internațională în domeniul proiectului și două lucrări submise spre publicare la reviste cotate ISI.

Obiectivele Etapei II / 2022

Obiectivul general al proiectului se referă la investigarea fenomenelor/mecanismelor specifice care au loc la procesarea termomecanică a unui aliaj de tip β -Ti și investigarea corelațiilor dintre condițiile de procesare termomecanică și activarea acestor fenomene/mecanisme specifice.

Obiectivul Etapei II a fost reprezentat de investigarea influenței următoarelor fenomene asupra caracteristicilor microstructurale ale aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%):

- influenței temperaturii și duratei de recristalizare;
- influența procesării / deformării la rece asupra macro și micro-texturării.

Rezultatele Etapei II / 2022

Rezultat (conform Plan de realizare)	Grad de îndeplinire
Studiu privind influența temperaturii de recristalizare asupra microstructurii (partea a II-a).	100% (RST – pct. 1.1)
Studiu privind influența duratei de recristalizare asupra microstructurii (partea a II-a).	100% (RST – pct. 1.2)
Studiul evoluției macro-texturii în timpul procesării prin deformarea la rece.	100% (RST – pct. 1.3)
Studiul evoluției micro-texturii în timpul procesării prin deformarea la rece (partea I-a).	100% (RST – pct. 1.4)
Diseminarea rezultatelor: - submisie articole științifice pentru publicare în reviste ISI; - comunicări științifice la evenimente științifice internaționale.	100% (RST – pct. 2)

I. Activități derulate

1.1. Determinarea influenței temperaturii de recrystalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea a II-a)

Pentru determinarea influenței temperaturii de recrystalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece, s-a recurs la o serie de tratamente termice de recrystalizare efectuate pe probe de aliaj procesat preliminar TPM (după schema din figura 1.1.1) și deformat la rece, prin laminare, cu un grad total de deformare de 60%. Așa cum s-a arătat în Etapa I / 2021, alegerea gradului total de deformare de 60% s-a făcut având ca bază concluziile cu privire la parametrii de procesare termomecanică a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe investigat, cât și necesitatea de a induce o fragmentare cât mai mare în microstructura aliajului deformat plastic la rece, pentru a fi siguri că în urma tratamentului de recrystalizare va rezulta o microstructura omogenă, cu un număr cât mai mare de grăunți nou recrystalizați. Temperatura tratamentului de recrystalizare a fost variată în intervalul 700°C - 980°C, în trepte de 20°C. Durata de menținere la temperatură a fost constantă pentru toate tratamentele, de 30min (tabelul 1.1.1).

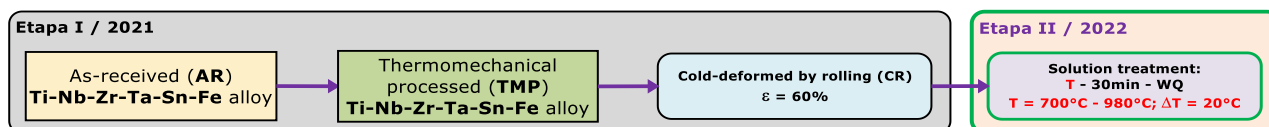


Fig. 1.1.1. Schema de procesare aplicată aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) în vederea investigării influenței duratei de menținere la recrystalizare asupra microstructurii.

În figura 1.1.2 se prezintă o serie de imagini SEM-EBSD, de tip GB (Grain Boundary), în care este prezentată distribuția GROD (Grain Reference Orientation Deviation) pentru microstructura probelor recrystalizate la temperaturi cuprinse între 700°C și 980°C, pentru o durată de tratament de 30min.

Tabel 1.1.1. Parametrii tratamentului termic de recrystalizare aplicat aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%).

Proba	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Temperatura de recrystalizare, T (°)	700	720	740	760	780	800	820	840	860	880	900	920	940	960	980
Durata de menținere, t (min)	30														

În vederea determinării exacte a influenței condițiilor de procesare termomecanică asupra caracteristicilor microstructurale rezultate, a fost adoptat următorul sistem de referință al probelor în raport cu principalele direcții de procesare, și anume: RD (rolling direction – direcția de laminare), ND (normal direction – direcția normală) și TD (transverse direction – direcția transversală) (figura 1.1.2). Investigațiile microstructurale pentru punerea în evidență a influenței temperaturii de recrystalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece au fost efectuate perpendicular pe planul RD-TD.

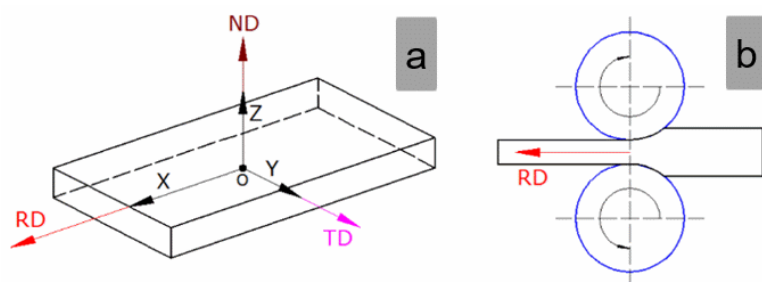


Fig. 1.1.2. Reprezentarea schematică a sistemului de referință al probelor deformate (a) prin laminare (b), în funcție de direcțiile de procesare RD (rolling direction – direcția de laminare), ND (normal direction – direcția normală) și TD (transverse direction – direcția transversală).

Aplicarea tratamentului termic are drept efect recrystalizarea microstructurii inițiale, microstructura generată fiind reprezentată de o singură fază (β -Ti), cu grăunți poliedrici, echiacși, având o dimensiune medie crescătoare (figurile 1.1.3a – 1.1.3o). Variația maximă a parametrului GROD arată că valoarea maximă a acestuia scade continuu cu creșterea temperaturii de recrystalizare, descreșterea maximă fiind observată în domeniul 700°C – 780°C, de la 18,67° la 5,46°, după care parametrul GROD se stabilizează la valori maxime cuprinse între 5° și 3,5°. Acest comportament indică faptul că, la nivelul microstructurii, câmpul de tensiune/deformare reziduală, rezultat în urma procesului de deformare plastică la rece, scade puternic odată cu creșterea temperaturii tratamentului termic de recrystalizare în domeniul 700°C – 780°C. De

1.3. Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra macro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe

Studiul influenței procesării / deformării la rece asupra macro și micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe s-a efectuat pe probe procesate cu grade totale de deformare crescătoare, de la 10% la 60%, pe aliajul procesat preliminar TPM (după schema din figura 1.3.1).

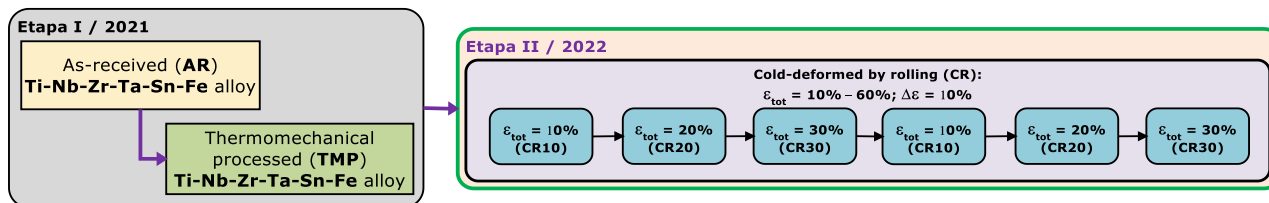


Fig. 1.3.1. Schema de procesare aplicată aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) în vederea investigării influenței procesării / deformării la rece asupra macro și micro-texturării.

Analiza microstructurii

În figura 1.3.2 se prezintă evoluția microstructurii în timpul etapelor de procesare / deformare la rece, cu grade de deformare totale crescătoare de la 10% la 60%. Investigațiile microstructurale au fost efectuate perpendicular pe planul format de direcțiile de procesare RD-TD. Analiza microstructurală pune în evidență faptul că în timpul deformării plastice are loc concomitent un proces de alungire și de fragmentare a grăunților (în planul RD-TD), pentru a acomoda deformarea plastică (prin alunecare/maclare). De asemenea, pe lângă procesul de alungire/fragmentare se observă în interiorul grăunților un proces de rotație internă, rotație pusă în evidență de distribuția GROD. Variația parametrului GROD arată că grăunții deformați suferă procese de rotație internă cu valori semnificative chiar de la valori mici ale gradului total de deformare ($\sim 26,9^\circ$ pentru $\epsilon_{tot} = 10\%$, figura 1.3.2a). De asemenea, se observă că valoarea maximă a parametrului GROD, de aproximativ ($38^\circ - 39^\circ$) este atinsă chiar de la un grad total de deformare de $\epsilon_{tot} = 30\%$ (figura 1.3.2c). Pentru valori mai mari ale gradului total de deformare ($\epsilon_{tot} > 30\%$) nu se înregistrează o creștere/descrștere a valorii maxime a parametrului GROD ci doar un număr mai mare de grăunți în care se atinge această valoare (figura 1.3.2c – 1.3.2f).

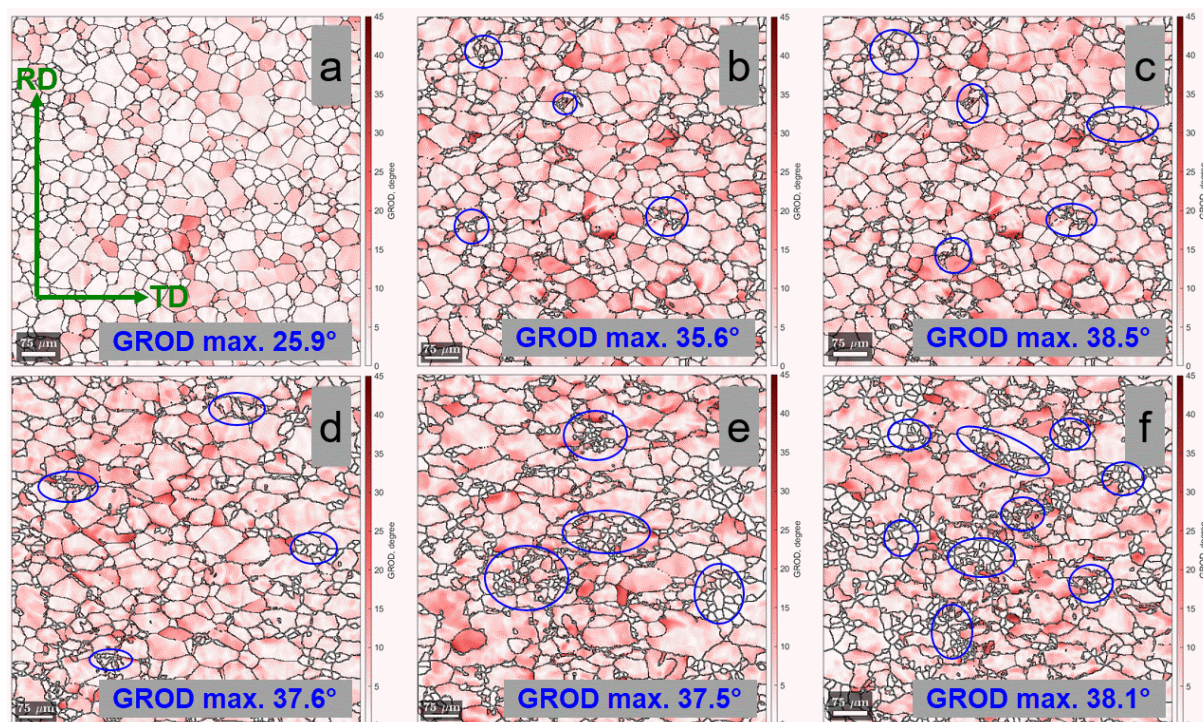


Fig. 1.3.2. Imagini SEM-EBSD de tip GB (Grain Boundary) cu distribuția de tip GROD (Grain Reference Orientation Deviation) pentru microstructura probelor deformate plastic la rece cu un grad total de deformare de: $\epsilon_{tot} = 10\%$ – a; $\epsilon_{tot} = 20\%$ – b; $\epsilon_{tot} = 30\%$ – c; $\epsilon_{tot} = 40\%$ – d; $\epsilon_{tot} = 50\%$ – e; $\epsilon_{tot} = 60\%$ – f.

elementare a fazei β -Ti (de la 0,19(2)% la 0,32(2)% - *Halder-Wagner* și, de la 0,15(4)% la 0,47(4)% - *Hall*), creștere însoțită de o scădere accentuată a dimensiunii domeniilor cristaline coerente la nivelul grăunților/sub-grăunților cristalini (de la 543Å la 172Å - *Halder-Wagner* și, de la 945Å la 187Å - *Hall*). Aceste evoluții confirmă procesele de fragmentare și rotație internă observate anterior (figura 1.3.2).

Analiza texturii

În vederea determinării influenței procesării / deformării la rece asupra macro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe s-au măsurat figurile de pol (PF – *Pole Figures*) aferente liniilor de difracție β -Ti (110), β -Ti (2001) și β -Ti (211).

O metodă pentru punerea în evidență/caracterizarea texturii cristalografice este reprezentată de *analiza figurilor de pol*. Figura de pol prezintă proiecția stereografică a orientării unei direcții cristalografice în raport cu sistemul de coordonate / de referință al probei analizate. Trebuie făcută precizarea că analiza se efectuează în raport cu următoarele sisteme de referință:

- *sistemul de referință cristalografic al structurii probei*, reprezentat de axele cristalografice [100], [010] și [001] ale celulei elementare;
- *sistemul de referință al probei analizate*, reprezentat de axele de procesare RD, TD și ND

În figura 1.3.4 se prezintă schematic proiecția stereografică / figura de pol aferentă direcțiilor cristalografice [100], [010] și [001] pentru o poziție spațială arbitrară a unui cristal / celulă elementară cubică. Poziția/orientarea spațială arbitrară a celulei elementare în raport cu orientarea spațială fixă a sistemului de referință la probei este prezentată în figura 1.3.4a. Amplasând ansamblul sistem de referință al probei – celulă elementară cristalină în centrul sferei unitare se obțin, pe suprafața acesteia, proiecțiile stereografice ale direcțiilor cristalografice analizate [100], [010] și [001] (notate P1, P2 și P3) (figura 1.3.4b). Prin proiecția punctelor P1, P2 și P3 pe planul ecuatorial, în raport cu polul sud, se obțin proiecțiile ecuatoriale / figurile de pol aferente direcțiilor cristalografice analizate [100], [010] și [001] (figura 1.3.4c)

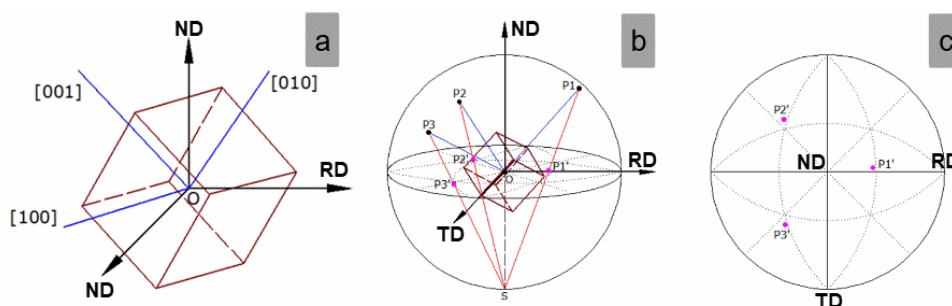


Fig. 1.3.4. Reprezentarea schematică a proiecției stereografice pentru o poziție arbitrară a unui cristal cubic în cazul direcțiilor cristalografice [100], [010] și [001]; celulă cristalină elementară de tip cubic – a; proiecția stereografică a direcțiilor [100], [010] și [001] – b; proiecția ecuatorială / figurile de pol a direcțiilor [100], [010] și [001] – c.

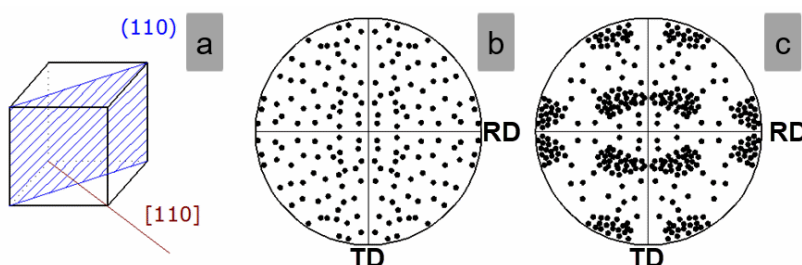


Fig. 1.3.5. Reprezentarea schematică a figurilor de pol (110); direcția [110] și planul cristalografic (110) în celula cristalină elementară de tip cubic – a; figura de pol (110) fără prezență de textură (distribuție de orientare random) – b; figura de pol (110) cu prezență de textură (distribuție de orientare) – c

Dacă presupunem cazul unui material policristalin în care se analizează distribuția spațială a direcțiilor cristalografice [110] / figura de pol (110) (figura 1.3.5a), atunci putem avea două situații și anume:

- în figura de pol se observă o distribuție aleatorie / *random* a proiecțiilor orientărilor analizate → o structură fără texturare cristalografică (fără orientare preferențială) (figura 1.3.5b);
- în figura de pol se observă o distribuție cu maxime / minime a proiecțiilor orientărilor analizate → o structură cu texturare cristalografică (cu orientare preferențială) (figura 1.3.5c).

Având în vedere particularitățile sistemelor proprii de referință ale *sistemului de referință cristalografic* (reprezentat de axele Cx , Cy și Cz) și a *sistemului de referință al probei* analizate (reprezentat de axele Sx , Sy și Sz) orice direcție / orientare spațială arbitrară poate fi cuantificată / descrisă prin intermediul unghiurilor Euler ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$) (figura 1.3.6). Pornind de la poziția inițială descrisă de egalitățile de orientare $Cx \sim Sx$, $Cy \sim Sy$ și $Cz \sim Sz$ (figura 1.3.6a), succesiunea de rotații necesare descrierii orientării spațiale arbitrare (figura 1.3.6d) este următoarea:

- rotația sistemului de referință cristalografic (Cx , Cy și Cz) în jurul axei Sz cu unghiul φ_1 (figura 1.3.6a);
- rotația sistemului de referință cristalografic (Cx , Cy și Cz) în jurul axei Cy cu unghiul Φ (figura 1.3.6b);
- rotația sistemului de referință cristalografic (Cx , Cy și Cz) în jurul axei Cz cu unghiul φ_2 (figura 1.3.6c);

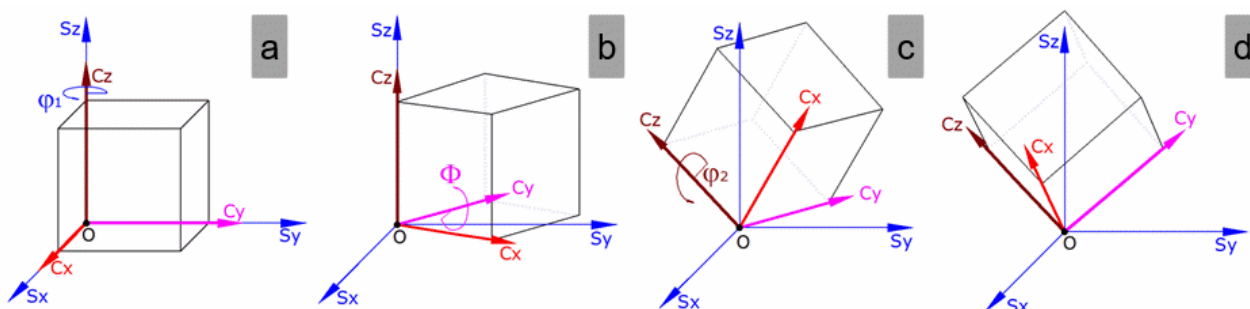


Fig. 1.3.6. Reprezentarea schematică a rotațiilor (schimbărilor de orientare) a sistemului cristalin de referință (Cx - Cy - Cz) în raport cu sistemul de referință al probei (Sx - Sy - Sz); unghiul φ_1 – rotația în jurul axei Sz – a; unghiul Φ – rotația în jurul axei Cy – b; φ_2 – rotația în jurul axei Cz – c; orientarea spațială caracterizată de unghiurile Euler ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$) – d.

În cazul sistemului cristalin cubic ce-a mai simplă și comună metodă folosită pentru a descrie textura cristalografică este reprezentată de perechea de indici Miller (hkl)[uvw], în care *indicele* (hkl) reprezintă planul dominant (hkl) aliniat paralel cu planul principal de procesare (în cazul nostru planul descris de direcțiile RD - TD), iar *indicele* [uvw] reprezintă direcția cristalografică dominantă aliniată cu direcția de procesare (în cazul nostru direcția RD). Astfel, textura dezvoltată în urma procesării poate fi indicată prin perechea de plane și direcții (hkl)[uvw] sau prin perechea de familii de plane și direcții $\{hkl\}\langle uvw \rangle$.

În sistemul cristalin cubic relația de legătură dintre o orientare arbitrară, caracterizată de unghiurile Euler ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$) și componenta texturală asociată $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ este descrisă de ecuațiile următoare:

$$\begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sin \varphi_2 \cdot \sin \Phi \\ \cos \varphi_2 \cdot \sin \Phi \\ \cos \Phi \end{bmatrix} \quad (1.3.1)$$

$$\begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 \cdot \cos \Phi \\ -\cos \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 \cdot \cos \Phi \\ \sin \varphi_1 \cdot \sin \Phi \end{bmatrix} \quad (1.3.2)$$

Funcția de distribuție a orientării (*ODF – Orientation Distribution Function*) reprezintă ce-a mai convenabilă formă grafică de descriere a texturii cristalografice (relației de orientare dintre *sistemul de referință cristalografic* și *sistemul de referință al probei* analizate), deoarece prezintă sub formă grafică probabilitatea normalizată a distribuției de orientare în funcție de variabilele ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$). În funcție de simetria sistemului cristalografic cât și de sistemului de referință al probei, variabilele ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$) pot lua următoarele valori:

$$\begin{aligned} & \text{- simetrie sistem cristalografic: } \textit{cubic} \\ & \text{- simetrie sistem referință probă: } \textit{ortorombic} \end{aligned} \quad \begin{cases} \varphi_1 = 0^\circ - 90^\circ \\ \Phi = 0^\circ - 90^\circ \\ \varphi_2 = 0^\circ - 90^\circ \end{cases} \quad (1.3.3)$$

$$\begin{aligned} & \text{- simetrie sistem cristalografic: } \textit{cubic} \\ & \text{- simetrie sistem referință probă: } \textit{triclinic} \end{aligned} \quad \begin{cases} \varphi_1 = 0^\circ - 360^\circ \\ \Phi = 0^\circ - 90^\circ \\ \varphi_2 = 0^\circ - 90^\circ \end{cases} \quad (1.3.4)$$

De obicei, ODF-urile sunt prezentate sub formă grafică în secțiuni $\varphi_2 = \text{constant}$. În cazul sistemului cristalin cubic cele mai importante secțiuni sunt reprezentate de secțiunile $\varphi_2 = 0^\circ$ și $\varphi_2 = 45^\circ$ (figura 1.3.7). În aceste secțiuni sunt prezente cele mai importante fibre și componente texturale ce pot să apară, ca de exemplu:

- fibra- α (prezentă în secțiunea $\varphi_2 = 0^\circ$) (figura 1.3.7a):

$$\begin{cases} \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 0^\circ - 45^\circ - 0^\circ \rightarrow (011)[100] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 30^\circ - 45^\circ - 0^\circ \rightarrow (011)[2\bar{1}1] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 60^\circ - 45^\circ - 0^\circ \rightarrow (011)[1\bar{1}1] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 45^\circ - 0^\circ \rightarrow (011)[0\bar{1}1] \end{cases} \quad (1.3.5)$$

- fibra- γ (prezentă în secțiunea $\varphi_2 = 45^\circ$) (figura 1.3.7b):

$$\begin{cases} \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 0^\circ - 55^\circ - 45^\circ \rightarrow (111)[1\bar{1}0] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 30^\circ - 55^\circ - 45^\circ \rightarrow (111)[1\bar{2}1] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 60^\circ - 55^\circ - 45^\circ \rightarrow (111)[0\bar{1}1] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 55^\circ - 45^\circ \rightarrow (111)[\bar{1}\bar{1}0] \end{cases} \quad (1.3.6)$$

- fibra- τ (prezentă în secțiunea $\varphi_2 = 45^\circ$) (figura 1.3.7b):

$$\begin{cases} \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 0^\circ - 0^\circ - 45^\circ \rightarrow (001)[1\bar{1}0] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 30^\circ - 0^\circ - 45^\circ \rightarrow (001)[1\bar{4}0] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 45^\circ - 90^\circ - 45^\circ \rightarrow (001)[0\bar{1}0] \end{cases} \quad (1.3.7)$$

- fibra- Θ (prezentă în secțiunea $\varphi_2 = 45^\circ$) (figura 1.3.7b):

$$\begin{cases} \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 0^\circ - 45^\circ \rightarrow (001)[\bar{1}\bar{1}0] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 30^\circ - 45^\circ \rightarrow (112)[\bar{1}\bar{1}1] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 60^\circ - 45^\circ \rightarrow (111)[\bar{1}\bar{1}2] \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 90^\circ - 45^\circ \rightarrow (110)[001] \end{cases} \quad (1.3.8)$$

- componentele texturale individuale: *Cube*, *Goss*, *Brass* și *Copper*:

$$\begin{cases} \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 0^\circ - 0^\circ - 0^\circ \rightarrow (001)[100] \text{ Cube} \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 0^\circ - 45^\circ - 0^\circ \rightarrow (011)[100] \text{ Goss} \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 30^\circ - 45^\circ - 0^\circ \rightarrow (011)[2\bar{1}1] \text{ Brass} \\ \varphi_1 - \Phi - \varphi_2 = 90^\circ - 45^\circ - 45^\circ \rightarrow (223)[\bar{2}\bar{2}3] \text{ Copper} \end{cases} \quad (1.3.9)$$

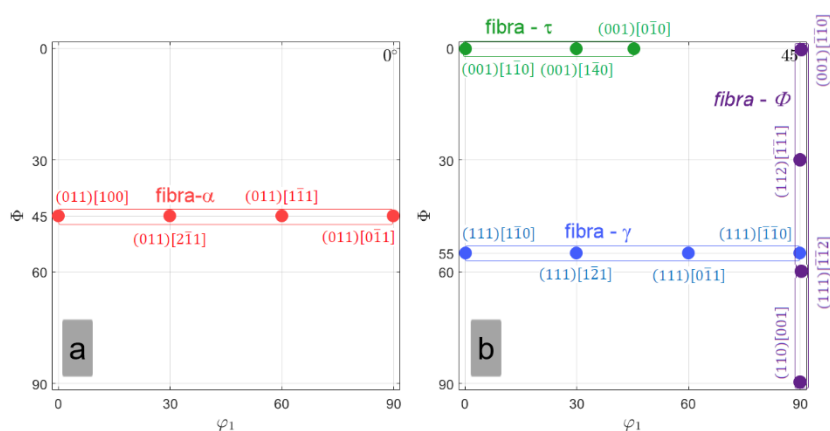


Fig. 1.3.7. Reprezentarea schematică a funcției de distribuție a orientării (ODF) în raport cu sistemul de unghiuri Euler ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$) pentru principalele fibre texturale prezente în sistemele cristaline de tip cubic (cu simetrie ortorombică a probei); a – secțiunea ODF $\varphi_2 = 0^\circ$ (fibra- α); b – secțiunea ODF $\varphi_2 = 45^\circ$ (fibra- γ ; fibra- τ ; fibra- Θ).

Analiza macro-texturii (pe suprafețe mari, de ordinul mm^2) se realizează prin măsurători/investigații de difracție (XRD) și anume prin măsurarea figurilor de pol și determinarea/calcularea pe baza acestora a funcției ODF. În cazul analizei micro-texturi (pe suprafețe mici, de ordinul μm^2) măsurătorile/investigațiile sunt de tip SEM-EBSD, determinându-se exact distribuția de orientare în întregul câmp investigat și determinarea/calcularea funcției ODF. Având în vedere că în cazul măsurătorilor XRD se pleacă de la o distribuție 2D a orientării unui maxim de difracție (figura de pol) și se determină o funcție 3D de distribuție a orientării (ODF), această transformare se realizează cu acuratețe scăzută, din acest motiv investigațiile texturale de tip XRD sunt folosite, de obicei, pentru determinări calitative globale (macro-textură). În cazul măsurătorilor SEM-EBSD deoarece se măsoară foarte precis distribuția 3D de orientare a întregului câmp investigat, funcția 3D de distribuție a orientării (ODF) este determinată mult mai precis, iar din acest motiv investigațiile texturale de tip SEM-EBSD sunt folosite pentru determinări cantitative locale (micro-textură).

Pentru punerea în evidență a macro-texturării s-au măsurat următoarele date: *figurile de pol* (110), (200) și (211) (distribuția de orientare a direcțiilor [110], [200] și [211] în raport cu direcțiile sistemul propriu de referință al probei ND-RD-TD). Cu ajutorul datelor măsurate s-au determinat și analiza figurile inverse de

Tabelul 1.3.5. Evoluția indicelui de textură pentru probele deformate plastic la rece $\epsilon_{tot} = (10 - 60)\%$.

Caracteristici textură	Grad total de deformare plastică la rece, $\epsilon_{tot} [\%]$					
	$\epsilon_{tot} = 10\%$	$\epsilon_{tot} = 20\%$	$\epsilon_{tot} = 30\%$	$\epsilon_{tot} = 40\%$	$\epsilon_{tot} = 50\%$	$\epsilon_{tot} = 60\%$
Index textură	2,332	2,394	2,269	2,266	2,281	2,248

Pe baza analizei PF, IPF și ODF au fost reconstruite figurile de pol (PDF – Pole Density Functions) pentru toate probele deformate plastic, cu grade de deformare crescătoare de la 10% la 60%, care sunt prezentate în figura 1.3.11. Analiza PDF arată că figurile de pol reconstruite se suprapun foarte bine pe figurile de pol inițiale (figura 1.3.8), din punct de vedere al maximelor/minimelor funcției de distribuției a acestora.

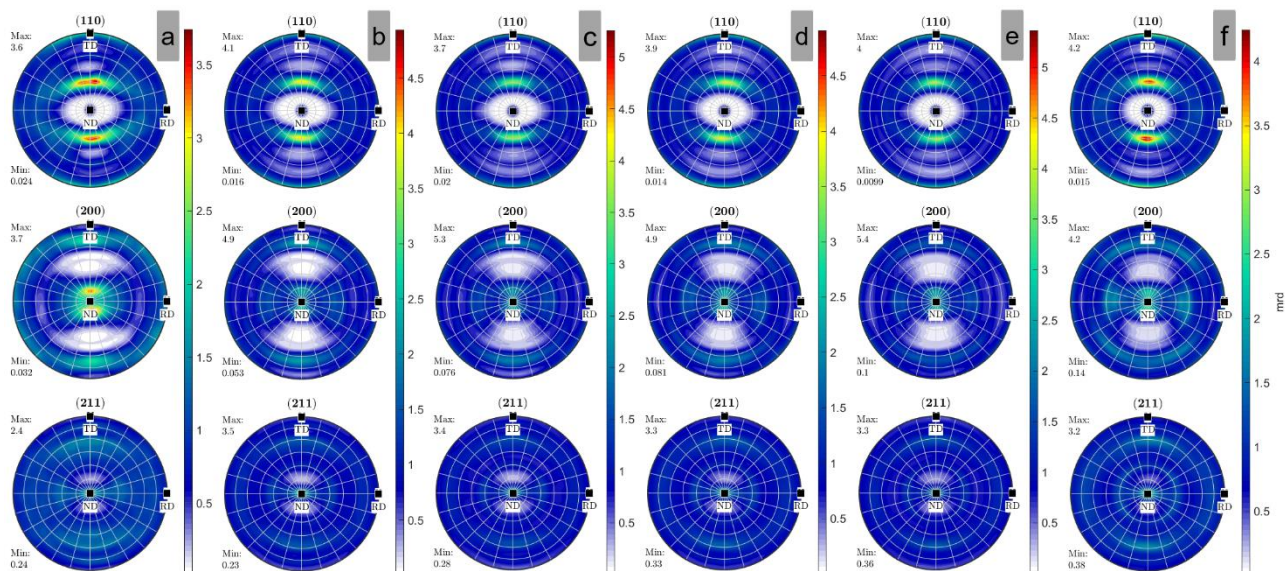


Fig. 1.3.11. Reprezentarea figurilor de pol reconstruite – PDF (110), (200) și (211) pentru probele deformate plastic la rece cu un grad total de deformare de: $\epsilon_{tot} = 10\%$ – a; $\epsilon_{tot} = 20\%$ – b; $\epsilon_{tot} = 30\%$ – c; $\epsilon_{tot} = 40\%$ – d; $\epsilon_{tot} = 50\%$ – e; $\epsilon_{tot} = 60\%$ – f.

Analiza PF, IPF, ODF și a indicelui de textură arată că în timpul deformării plastice acomodarea deformării se realizează prin procese de rotație și fragmentare a grăunților cristalini, astfel:

- pentru grade mici de deformare: procesul de rotație / reorientare spațială a grăunților este cel mai intens, procesul de fragmentare având o intensitate scăzută;
- pentru grade mari de deformare: procesul de fragmentare a grăunților este cel mai intens, procesul de rotație / reorientare spațială având o intensitate scăzută.

1.4. Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea I-a)

Analiza texturii

Studiul influenței procesării / deformării la rece asupra macro și micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe s-a efectuat pe probe procesate cu grade totale de deformare crescătoare, de la 10% la 60%, pe aliajul procesat preliminar TPM (după schema din figura 1.3.1). Investigațiile microstructurale SEM-EBSD pentru punerea în evidență a influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe au fost efectuate perpendicular pe planul RD-TD (figura 1.1.2).

Pentru punerea în evidență a micro-texturării s-au măsurat următoarele date: distribuția direcțiilor cristalografice paralele cu direcția axei Z (direcția ND – sistemul propriu de referință al probei; figura 1.1.2) – IPF-Z (Inverse Pole Figure – Z axis); distribuția direcțiilor cristalografice [110], [200] și [211] în raport cu direcțiile sistemului propriu de referință al probei (ND, RD, TD) – figurile de pol PF (110), (200) și (211).

Cu ajutorul datelor măsurate se vor determina și analiza figurile inverse de pol (IPF – Inverse Pole Figures) și funcțiile de distribuție ale orientării (ODF – Orientation Distribution Function) pentru punerea în evidență a principalelor fibre și componente texturale individuale observate.

În figurile următoare se prezintă datele măsurate pentru probe deformate la rece cu grade de deformare totale de 10% (figura 1.4.1), 20% (figura 1.4.2), 30% (figura 1.4.3), 40% (figura 1.4.4), 50% (figura 1.4.5) și 60% (figura 1.4.6).

În figura 1.4.7 se prezintă comparativ secțiunile ODF $\varphi_2 = 0^\circ$ și $\varphi_2 = 45^\circ$ pentru probele deformate plastic cu grade totale de deformare crescătoare de la 10% (figura 1.4.7a) la 60% (figura 1.4.7f). Analiza secțiunilor ODF $\varphi_2 = 0^\circ$ și $\varphi_2 = 45^\circ$ arată că la nivel micro-textural fibra α (secțiunea ODF $\varphi_2 = 0^\circ$; $\Phi = \text{constant} = 45^\circ$ și $\varphi_1 = 0^\circ-90^\circ$) este inexistentă, iar fibra γ (secțiunea ODF $\varphi_2 = 45^\circ$; $\Phi = \text{constant} = 55^\circ$ și $\varphi_1 = 0^\circ-90^\circ$) este prezentă, dar are o intensitate mică în toate cazurile. Analiza componentelor individuale și a fibrelor texturale arată că pentru a acomoda deformarea plastică, la nivel microstructural se activează componentele texturale individuale aparținând sistemului $\{001\}\langle 210 \rangle$ (secțiunea ODF $\varphi_2 = 0^\circ$; figura 1.4.7a – 1.4.7f), $\{001\}\langle 110 \rangle$ și componentele texturale aparținând fibrei γ $\{111\}\langle 110 \rangle$ (secțiunea ODF $\varphi_2 = 45^\circ$; figura 1.4.7a – 1.4.7f). De asemenea, se observă că intensitatea maximă a componentelor texturale este relativ similară pentru componentele individuale $\{001\}\langle 210 \rangle$, $\{001\}\langle 110 \rangle$ și $\{111\}\langle 110 \rangle$ (tabelul 1.4.1).

Tabelul 1.4.1. Intensitatea componentelor texturale majore observate pentru cazul probele deformate plastic la rece cu grade totale de deformare de cuprinse între $\varepsilon_{\text{tot}} = (10 - 60)\%$ (figura 1.4.7a – 1.4.7f).

Stare structurală	Intensitate componenta texturală, ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$) - {hkl}〈uvw〉, [mrd]														
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7
φ_1 , [°]	30	30	60	60	120	120	150	150	0	90	0	60	120	180	240
Φ , [°]	0	90	0	90	0	90	0	90	0	0	55	55	55	55	55
φ_2 , [°]	0								45						
(hkl)	(001)	(010)	(001)	(010)	(001)	(010)	(001)	(010)	(001)	(001)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)
[uvw]	[210]	[201]	[120]	[102]	[120]	[102]	[210]	[201]	[110]	[110]	[110]	011]	[101]	[110]	[011]
$\varepsilon_{\text{tot}} = 10\%$	1,9	2,4	1,9	2,4	2,2	1,8	2,5	2,0	1,8	2,0	4,1	3,2	4,6	3,9	4,1
$\varepsilon_{\text{tot}} = 20\%$	1,6	2,1	1,1	1,8	2,4	1,4	1,3	1,1	1,1	1,3	3,6	3,3	4,1	4,1	3,4
$\varepsilon_{\text{tot}} = 30\%$	1,2	1,4	1,8	1,8	1,1	1,1	2,0	1,7	1,6	1,9	4,9	3,4	4,8	3,1	4,8
$\varepsilon_{\text{tot}} = 40\%$	4,1	4,2	1,5	1,6	3,8	3,4	2,2	1,5	3,4	4,6	5,0	5,1	5,1	4,7	5,2
$\varepsilon_{\text{tot}} = 50\%$	3,3	3,9	3,0	3,1	3,7	3,4	3,2	3,2	1,7	1,5	3,3	5,9	3,4	5,2	3,6
$\varepsilon_{\text{tot}} = 60\%$	4,6	4,3	6,6	5,1	4,5	4,6	5,9	4,6	4,9	4,5	6,1	4,4	4,3	3,1	5,4

Analiza intensității procesului de texturare cristalografică (indicelui de textură) arată că în urma deformării plastice, cu grade de deformare cuprinse între 10% și 60%, se obțin microstructuri având caracteristici micro-texturale scăzute (tabelul 1.4.2), fapt ce confirmă faptul că procesul de deformare plastică nu poate fi folosit cu succes pentru a obține microstructuri puternic texturate.

Tabelul 1.4.2. Evoluția indicelui de textură pentru probele deformate plastic la rece $\varepsilon_{\text{tot}} = (10 - 60)\%$.

Caracteristici textură	Grad total de deformare plastică la rece, $\varepsilon_{\text{tot}} [\%]$					
	$\varepsilon_{\text{tot}} = 10\%$	$\varepsilon_{\text{tot}} = 20\%$	$\varepsilon_{\text{tot}} = 30\%$	$\varepsilon_{\text{tot}} = 40\%$	$\varepsilon_{\text{tot}} = 50\%$	$\varepsilon_{\text{tot}} = 60\%$
Index textură	1,199	1,708	1,889	2,118	2,338	2,494

Analiza intensității componentelor texturale individuale $\{001\}\langle 210 \rangle$, $\{001\}\langle 110 \rangle$ și $\{111\}\langle 110 \rangle$ în funcție de evoluția gradului de deformare plastică aplicat (tabelul 1.4.1) arată creșteri și descreșteri repetate, fapt ce sugerează că procesul de acomodare a deformării plastice se realizează, la nivel microstructural, prin procese de rotație și fragmentare succesive ale grăunților cristalini, astfel:

- procesul de acomodare a deformării plastice se realizează inițial prin activarea alunecării și maclării grăunților cristalini (pe planele atomice de densitate maximă care sunt orientate spațial favorabil față de direcția de aplicare a efortului de deformare), fapt ce conduce la creșterea gradului/densității de orientare cristalografică (și implicit la fragmentarea grăunților);
- după apariția fenomenului de blocare a alunecării/maclării (din cauza creșterii densității de defecte la nivel cristalografic / barierele de dislocații), pentru acomodarea în continuare a deformării plastice au loc rotații ale grăunților, rotații care realizează reorientări spațiale ale planelor atomice pe care se pot activa mecanismele de alunecare/maclare. Acest proces de rotație a grăunților cristalini duce la scăderea gradului/densității de orientare cristalografică.

Analiza IPF (IPF – Inverse Pole Figures) și PDF (PDF – Pole Density Functions) aferentă micro-texturii probelor deformate plastic la rece, cu grade de deformare plastică cuprinse între 10% și 60%, va fi prezentată în Etapa III / 2023 a proiectului (conform Planului de realizare – Activitatea: *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturării aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea a II-a)*).

II. Diseminarea rezultatelor

Cercetările experimentale efectuate pe parcursul anului 2022 au condus la următoarea diseminare a rezultatelor științifice obținute:

1. finalizarea publicării articolelor științifice submise spre publicare în anul 2021:

- A. Dan, E.M. Cojocaru, D. Raducanu, I. Cinca, V.D. Cojocaru, B.M. Galbinas. *Microstructure and mechanical properties evolution during thermomechanical processing of a Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH AND TECHNOLOGY-JMR&T, Volume: 19, Page: 2877-2887, DOI 10.1016/j.jmrt.2022.06.065 (FI 2021 – 6,267);
- A. Dan, E.M. Cojocaru, D. Raducanu, A. Nocivin, I. Cinca, V.D. Cojocaru. *{332}<113> and {112}<111> twin variant activation during cold-rolling of a Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; MATERIALS, Volume: 15, Issue: 19, Article Number: 6932, DOI 10.3390/ma15196932 (FI 2021 – 3,748).

2. prezentarea rezultatelor științifice la conferințe internaționale:

- V.D. Cojocaru, A. Dan, N. Zarnescu-Ivan, N. Serban, E.M. Cojocaru, B.M. Galbinas. *Solution treatment duration influence on microstructural and mechanical properties of a cold-rolled Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; 27th IFHTSE CONGRESS & EUROPEAN CONFERENCE ON HEAT TREATMENT 2022, 05 – 08.09.2022, Slazburg, Austria;
- V.D. Cojocaru, A. Dan, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru, B.M. Galbinas. *Cold-rolling deformation influence on microstructural and mechanical properties of a Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; 10th International Conference on MATERIALS STRUCTURE & MICROMECHANICS OF FRACTURE, 12 – 14.09.2022, Brno, Cehia;
- A. Dan, V.D. Cojocaru, I. Cinca, M.L. Angelescu, E.M. Cojocaru, B.M. Galbinas. *Solution treatment temperature influence on microstructural and mechanical properties of a cold-rolled Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; 10th International Conference on MATERIALS STRUCTURE & MICROMECHANICS OF FRACTURE, 12 – 14.09.2022, Brno, Cehia;
- A. Dan, V.D. Cojocaru, D. Raducanu, E.M. Cojocaru, B.M. Galbinas. *Effect of varying solution treatment temperatures on a Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe alloy's microstructural and mechanical properties*; 9th International Conference on Materials Science and Technologies – RoMat 2022, 24 – 25.11.2022, București, Romania;
- N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru, A. Dan, N. Serban, I. Cinca, B.M. Galbinas, V.D. Cojocaru. *Influence of thermomechanical processing conditions on the microstructure and mechanical properties of a β -TNZTSF alloy*; 9th International Conference on Materials Science and Technologies – RoMat 2022, 24 – 25.11.2022, București, Romania.

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

- V.D. Cojocaru, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru, A. Nocivin, B.M. Galbinas. *Solution treatment duration influence on microstructural and mechanical properties of a cold-rolled Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; submis la revist MATERIALS (FI 2021 – 3,748);
- V.D. Cojocaru, A. Dan, E.M. Cojocaru, N. Serban, B.M. Galbinas. *Cold-rolling deformation influence on microstructural and mechanical properties of a biocompatible Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; submis la revista JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH AND TECHNOLOGY-JMR&T (FI 2021 – 6,267).

Director proiect,
Vasile Dănuț COJOCARU

