

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 texturii cristalografice

Etapa a III-a / 2023

Investigarea influenței deformării la rece asupra evoluției texturii cristalografice (partea a II-a). Investigarea influenței recristalizării asupra evoluției texturii cristalografice

Decembrie 2023

CUPRINS

	Pag.
Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei a III-a / 2023	II
Rezumatul Etapei a III-a / 2023	III
Obiectivele Etapei a III-a / 2023	III
Rezultatele Etapei a III-a / 2023	III
I. Activități derulate	1
I.1. Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea a II-a)	1
I.2. Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra macro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe	2
I.3. Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe	11
II. Diseminarea rezultatelor	20

Rezumatul executiv al activităților realizate în cadrul Etapei a II-a / 2022

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

- *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea a II-a);*
- *Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra macro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe;*
- *Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.*

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

- influența procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului investigat;
- influența procesării / recristalizării asupra macro-texturii aliajului investigat;
- influența procesării / recristalizării asupra micro-texturii aliajului investigat.

În urma derulării activităților științifice, s-au realizat studii cu privire la:

- evoluția micro-texturii în timpul procesării prin deformare plastică la rece (partea a II-a);
- evoluția macro-texturii în timpul procesării termice;
- evoluția micro-texturii în timpul procesării termice.

De asemenea, în cadrul Etapei a III-a / 2023 au fost realizate, integral, activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: două lucrări științifice prezentate la două conferințe științifice, internaționale, în domeniul proiectului, și două lucrări submise spre publicare la reviste cotate ISI.

Director proiect,



Rezumatul Etapei a III-a / 2023

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 a proiectului, care au condus la îndeplinirea în totalitate a obiectivelor științifice și tehnice ale Etapei a III-a / 2023. Rezultatele științifice și tehnice obținute la execuția Etapei a III-a / 2023 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 procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea a II-a);*
- *Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra macro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe;*
- *Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.*

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

Obiectivele Etapei a III-a / 2023

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

- influența procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului investigat;
- influența procesării / recristalizării asupra macro-texturii aliajului investigat;
- influența procesării / recristalizării asupra micro-texturii aliajului investigat.

Rezultatele Etapei a III-a / 2023

Rezultat (conform Planului de realizare)	Grad de îndeplinire
Studiul evoluției micro-texturii în timpul procesării prin deformarea plastică la rece (partea a II-a).	100% (RST – pct. I.1)
Studiul evoluției macro-texturii în timpul procesării termice.	100% (RST – pct. I.2)
Studiul evoluției micro-texturii în timpul procesării termice.	100% (RST – pct. I.3)
Diseminarea rezultatelor: - submisie articole științifice pentru publicare în reviste ISI; - comunicări științifice la evenimente științifice, internaționale.	100% (RST – pct. II)

I. Activități derulate

I.1. Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea a II-a)

Analiza texturii

În cadrul Etapei a II-a / 2022 a proiectului, conform Planului de realizare – Activitatea: *Determinarea influenței procesării / deformării la rece asupra micro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (partea I-a)*, s-au prezentat datele măsurate pentru figurile de pol (PF – Pole Figures) și funcțiile de distribuție ale orientării (ODF – Orientation Distribution Function), pentru probele deformate la rece cu grade de deformare totale cuprinse între 10% și 60%. Analizele IPF (IPF – Inverse Pole Figures) și PDF (PDF – Pole Density Functions), aferente micro-texturii probelor deformate plastic la rece cu grade de deformare plastică cuprinse între 10% și 60%, sunt prezentate în continuare.

Pe baza figurilor de pol (110), (200) și (211) au fost determinate figurile inverse de pol (IPF – Inverse Pole Figures), cu ajutorul cărora se pot identifica acele direcții/orientări cristalografice care sunt paralele cu direcțiile axelor sistemului de referință al probelor (RD – TD – ND). În figura 1.1.1 se prezintă, comparativ, figurile inverse de pol (IPF) determinate pentru probele deformate plastic cu grade totale de deformare crescătoare de la 10% (figura 1.1.1a) la 60% (figura 1.1.1f).

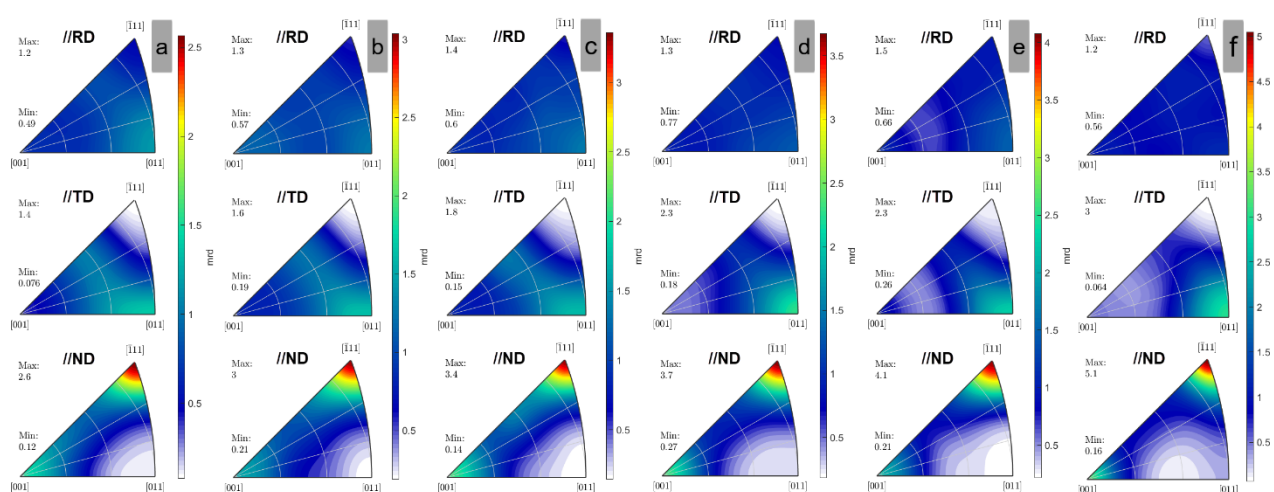


Fig. 1.1.1. Reprezentarea figurilor inverse de pol – IPF în raport cu direcțiile sistemului de axe al probei (RD, TD și ND) pentru probele deformate plastic la rece cu un grad total de deformare de: $\varepsilon_{tot} = 10\%$ – a; $\varepsilon_{tot} = 20\%$ – b; $\varepsilon_{tot} = 30\%$ – c; $\varepsilon_{tot} = 40\%$ – d; $\varepsilon_{tot} = 50\%$ – e; $\varepsilon_{tot} = 60\%$ – f.

Analiza datelor arată că, la nivel micro, nu au loc schimbări semnificative de orientare, chiar dacă gradul total de deformare crește substanțial de la 10% (figura 1.1.1a) la 60% (figura 1.1.1f). În toate cazurile, maximele dispersiei orientărilor cristalografice spațiale se înregistrează în cazul direcțiilor paralele cu axa ND. Datele calculate pentru valorile maximelor observate sunt prezentate în tabelul 1.1.1, unde valorile sunt exprimate în [mrd] (*multiples of uniform random distribution*).

Tabelul 1.1.1. Intensitatea direcțiilor/orientărilor cristalografice paralele cu direcțiile sistemului de referință al probei (RD – TD – ND) (figura 1.1.1).

Stare structurală	Intensitate direcții cristalografice, [mrd]								
	// RD			// TD			// ND		
	[001]	[011]	$\bar{1}11$	[001]	[011]	$\bar{1}11$	[001]	[011]	$\bar{1}11$
$\varepsilon_{tot} = 10\%$	0,6	1,2	0,5	0,4	1,4	0,1	1,5	0,1	2,6
$\varepsilon_{tot} = 20\%$	1,1	1,3	0,6	0,8	1,6	0,2	1,5	0,2	3,0
$\varepsilon_{tot} = 30\%$	1,0	1,3	0,7	0,7	1,9	0,2	1,9	0,2	3,4
$\varepsilon_{tot} = 40\%$	0,9	1,3	0,8	0,5	2,3	0,2	2,4	0,3	3,7
$\varepsilon_{tot} = 50\%$	1,1	1,5	1,0	0,9	2,3	0,3	2,1	0,2	4,1
$\varepsilon_{tot} = 60\%$	1,0	1,2	0,6	0,5	3,0	0,1	3,3	0,4	5,1

Pe baza datelor 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%. Figurile de pol reconstruite (PDF) sunt prezentate în figura 1.1.2. Analiza PDF arată că, în toate cazurile, figurile de pol

reconstruite, din punct de vedere al maximelor/minimelor funcției de distribuției a acestora, prezintă un grad ridicat de suprapunere cu figurile de pol inițiale (prezentate în Etapa a II-a / 2022).

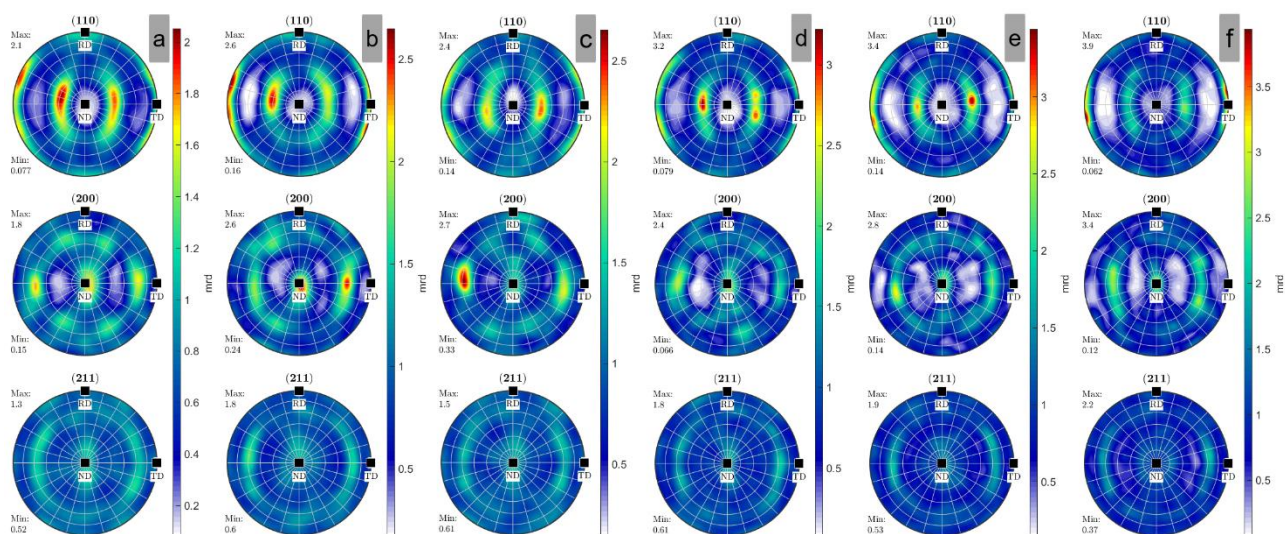


Fig. 1.1.2. Reprezentarea figurilor de pol reconstruite – PDF (110), (200) și (211) pentru probele deformate plastic la rece cu un grad total de deformare de: $\varepsilon_{\text{tot}} = 10\%$ – a; $\varepsilon_{\text{tot}} = 20\%$ – b; $\varepsilon_{\text{tot}} = 30\%$ – c; $\varepsilon_{\text{tot}} = 40\%$ – d; $\varepsilon_{\text{tot}} = 50\%$ – e; $\varepsilon_{\text{tot}} = 60\%$ – f.

Pe baza datelor rezultate în urma analizelor PF, ODF, IPF, PDF și a indicelui de textură, se poate observa că, în timpul deformării, acomodarea deformării plastice se realizează preponderent prin procese de rotire și fragmentare a grăunților cristalini, astfel:

- pentru grade mici de deformare: procesul de rotire / 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 rotire / reorientare spațială având o intensitate scăzută;
- micro-textura de deformare rezultată prezintă o intensitate slabă, cauzată de intensitatea ridicată a procesului de fragmentare a grăunților în comparație cu procesul de rotire / reorientare spațială a acestora.

1.2. Determinarea influenței procesării / recristalizării asupra macro-texturii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe

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, pe baza acestora, 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 globale (macro-textură).

Pentru punerea în evidență a macro-texturii s-au efectuat măsurători XRD, care au condus la obținerea următoarelor date: distribuția direcțiilor cristalografice [110], [200] și [211] în raport cu direcțiile sistemului propriu de referință al probei (ND, RD, TD) – PF (Pole Figure).

Cu ajutorul datelor măsurate s-au determinat și analizat figurile inverse de pol (IPF – Inverse Pole Figure) și funcțiile de distribuție ale orientării (ODF – Orientation Distribution Function), pentru a pune în evidență principalele fibre și componente texturale individuale observate la nivel micro-textural.

Deoarece influența condițiilor de procesare / recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe - %gr) a fost studiată atât din punct de vedere al influenței temperaturii de recristalizare (în cadrul activităților proiectului din cadrul Etapei a II-a – 2022, activități referitoare la *Determinarea influenței temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece*), cât și din punct de vedere al influenței duratei de recristalizare (în cadrul activităților proiectului din cadrul Etapei a II-a – 2022, activități referitoare la *Determinarea influenței duratei de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece*), analiza macro-texturii se va prezenta distinct pentru aceste condiții de procesare / recristalizare.

1.2.1. Determinarea influenței temperaturii de recristalizare asupra macro-texturii

Analiza influenței temperaturii de recristalizare asupra macro-texturii s-a efectuat având ca referențial (stare microstructurală inițială) proba deformată plastic la rece cu un grad total de deformare de 60%, probă pe care au fost efectuate tratamente termice de recristalizare la temperaturi cuprinse între 700°C și 980°C, în pași de 20°C, cu o durată fixă de menținere la temperatură, de 30min, și răcire în apă. În continuare, din motive de spațiu, se vor prezenta datele analizate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probele recristalizate la $T - 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C).

Probele procesate au fost analizate avansat XRD cu scopul de a determina parametrii cristalografici ai fazei $\beta\text{-Ti}$. Măsurătorile de difracție au fost executate în domeniul $2\theta = (30^\circ - 90^\circ)$, ($\text{CuK}\alpha$; $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). În figura 1.2.1 se prezintă aspectul difractogramelor măsurate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probele recristalizate la $T - 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C). Se observă că microstructura aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe este alcătuită dintr-o singură fază, și anume faza $\beta\text{-Ti}$. Difractogramele măsurate (figura 1.2.1) au fost procesate *Rietveld* pentru a se determina parametrii cristalografici ai fazei $\beta\text{-Ti}$. Astfel, s-au determinat atât pozițiile liniilor de difracție $\beta\text{-Ti}$ (110), $\beta\text{-Ti}$ (200) și $\beta\text{-Ti}$ (211), cât și parametrul de rețea al celulei elementare (tabelul 1.2.1). Se observă că, odată cu creșterea temperaturii de tratament, parametrul de rețea al celulei elementare a fazei $\beta\text{-Ti}$ crește, de la $3,307(8)\text{ \AA}$ ($700^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$) la $3,309(5)\text{ \AA}$ ($980^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$), ca urmare atât a recristalizării complete a structurii intens deformate, cât și a procesului de creștere prin difuzie a grăunților recristalizați.

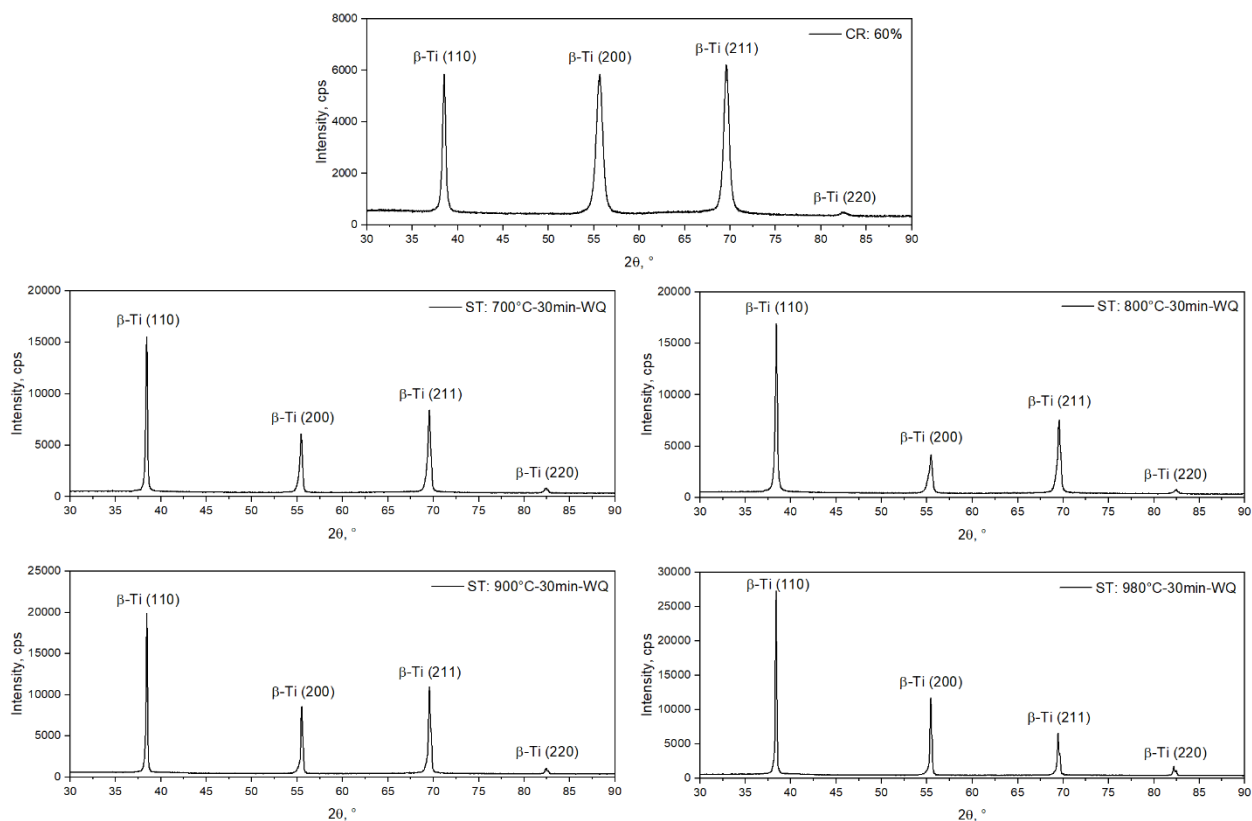


Fig. 1.2.1. Spectre XRD pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probele recristalizate la $T - 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C).

Tabelul 1.2.1. Parametrii cristalografici ai fazei $\beta\text{-Ti}$ pentru probele de aliaj Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (figura 1.2.1).

Stare microstructurală	Grad total de deformare plastică la rece, $\epsilon_{\text{tot}} [\%]$				
	$\epsilon_{\text{tot}} = 60\%$	$700^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	$800^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	$900^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	$980^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$
Parametrul de rețea, $a [\text{\AA}]$	3,312(1)	3,307(8)	3,308(8)	3,309(3)	3,309(5)
Poziția liniei $\beta\text{-Ti}$ (110), $2\theta [^\circ]$	38,50	38,45	38,44	38,43	38,44
Poziția liniei $\beta\text{-Ti}$ (200), $2\theta [^\circ]$	55,61	55,51	55,49	55,48	55,49
Poziția liniei $\beta\text{-Ti}$ (211), $2\theta [^\circ]$	69,56	69,55	69,53	69,52	69,52

Pe baza pozițiilor liniilor de difracție (110), (200) și (211) s-au efectuat măsurători privind distribuția 2D a orientării acestora, determinându-se figurile de pol aferente acestora. În figura 1.2.2 se prezintă,

comparativ, figurile de pol (110), (200) și (211), înregistrate pentru probele analizate. În toate cazurile se observă o concentrare, în anumite poziții în figura de pol, a intensității maxime a dispersiei direcțiilor/orientărilor cristalografice analizate, fapt ce indică prezența unor componente individuale și fibre texturale în graficele de evoluție ODF. De asemenea, se observă că, odată cu creșterea temperaturii de tratament, are loc o scădere a intensității maxime a dispersiei direcțiilor/orientărilor cristalografice analizate, fapt ce indică o scădere a intensității componentelor individuale texturale și a fibrelor texturale dezvoltate.

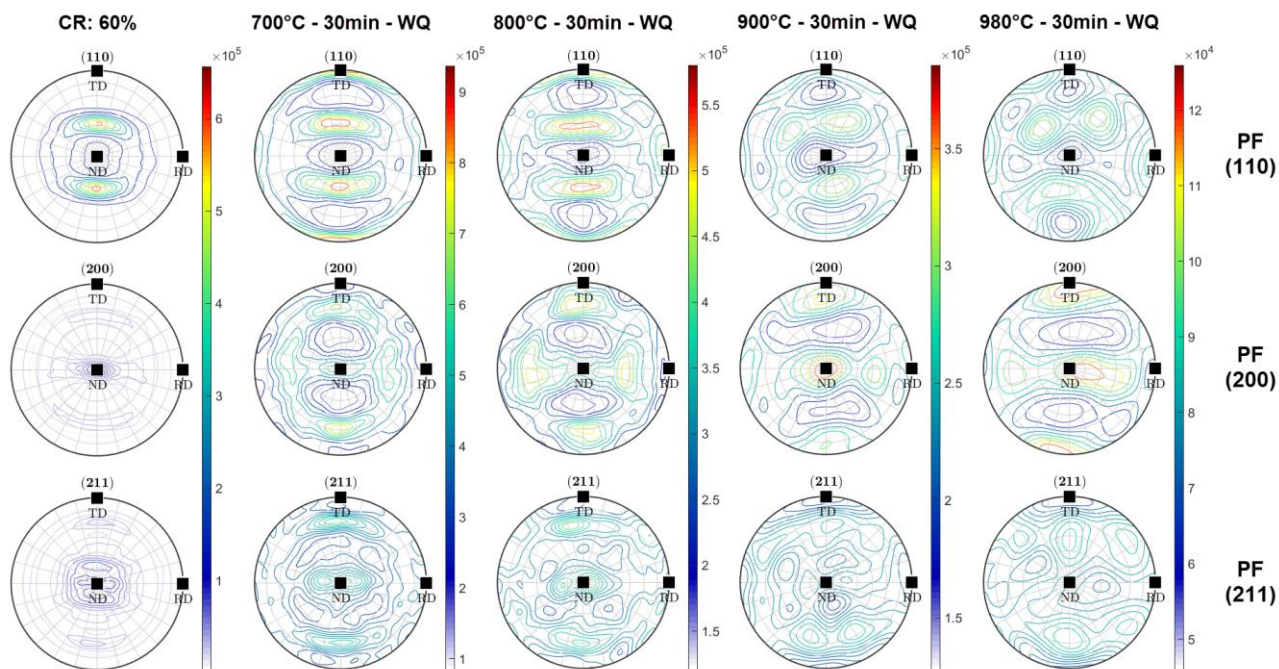


Fig. 1.2.2. Reprezentarea figurilor de pol – PF (110), (200) și (211) în raport cu sistemul de referință al probei (RD – ND – TD) pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recristalizate la T – 30min – WQ (T = 700°C, 800°C, 900°C și 980°C).

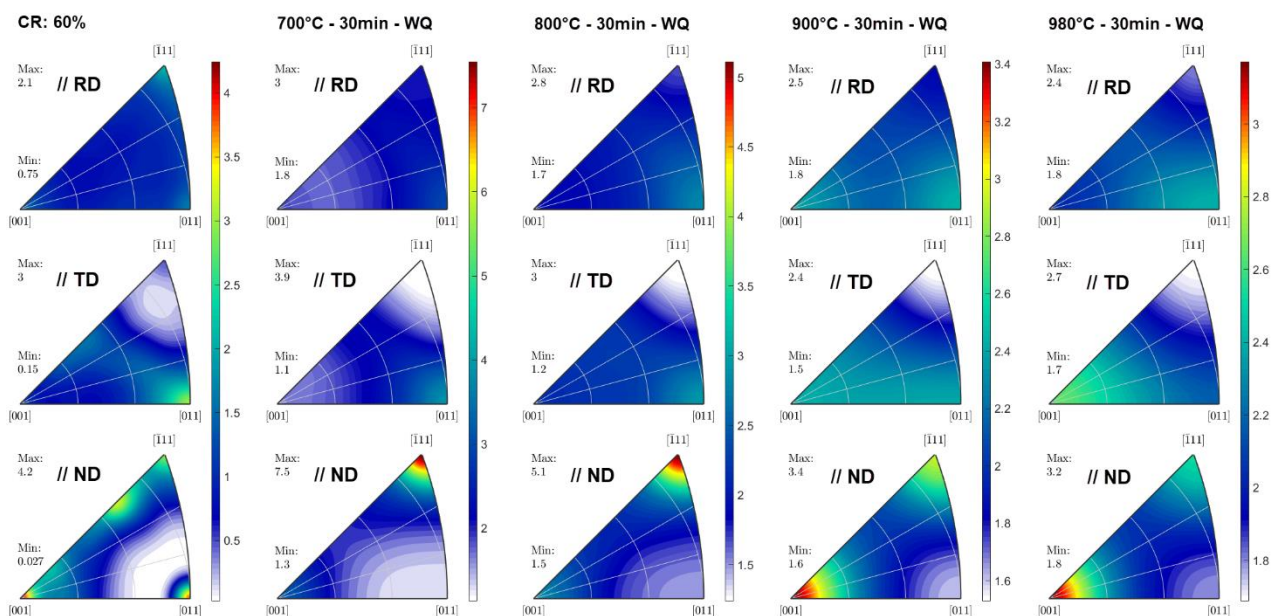


Fig. 1.2.3. Reprezentarea figurilor inverse de pol – IPF în raport cu direcțiile sistemului de axe al probei (RD, TD și ND) pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recristalizate la T – 30min – WQ (T = 700°C, 800°C, 900°C și 980°C).

Pe baza figurilor de pol (110), (200) și (211) au fost determinate figurile inverse de pol (IPF), cu ajutorul cărora se pot identifica acele direcții/orientări cristalografice care sunt paralele cu direcțiile axelor sistemului de referință al probelor (RD – TD – ND). În figura 1.2.3 se prezintă, comparativ, figurile inverse de pol (IPF) determinate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recristalizate la T – 30min –

WQ ($T = 700^{\circ}\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C). Analiza datelor arată că maximele de intensitate scad odată cu creșterea temperaturii de recrystalizare, pentru toate direcțiile / orientările cristalografice paralele cu axele RD, TD și ND, ca de exemplu în cazul orientării maxime $[\bar{1}11] // \text{ND}$, de la 7,5 mrd ($700^{\circ}\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$) la 2,5 mrd ($980^{\circ}\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$). De asemenea, se observă schimbări semnificative de orientare (tranziții de orientare) ce au loc în intervalul de temperatură $800^{\circ}\text{C} - 900^{\circ}\text{C}$, când are loc o tranziție a maximelor de orientare de la $[011] // \text{TD}$ către $[001] // \text{TD}$ și $[\bar{1}11] // \text{ND}$ către $[001] // \text{ND}$, fapt ce sugerează schimbări semnificative în fibrele și componentele individuale texturale dezvoltate. Datele calculate pentru valorile maximelor observate sunt prezentate în tabelul 1.2.2.

Tabelul 1.2.2. Intensitatea direcțiilor/orientărilor cristalografice paralele cu direcțiile sistemului de referință al probei (RD – TD – ND) (figura 1.2.3).

Stare structurală	Intensitate direcții cristalografice, [mrd]								
	// RD			// TD			// ND		
	[001]	[011]	$[\bar{1}11]$	[001]	[011]	$[\bar{1}11]$	[001]	[011]	$[\bar{1}11]$
CR $\epsilon_{\text{tot}} = 60\%$	1,5	1,6	2,1	1,1	3,0	0,5	4,2	3,9	2,9
$700^{\circ}\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	1,9	3,0	2,1	1,7	3,9	1,1	3,3	1,3	7,5
$800^{\circ}\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	1,9	2,8	1,7	2,2	3,0	1,2	2,9	1,5	5,1
$900^{\circ}\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	2,4	2,5	1,8	2,4	2,4	1,5	3,4	1,6	3,0
$980^{\circ}\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	2,0	2,4	1,8	2,7	2,2	1,7	3,2	1,8	2,5

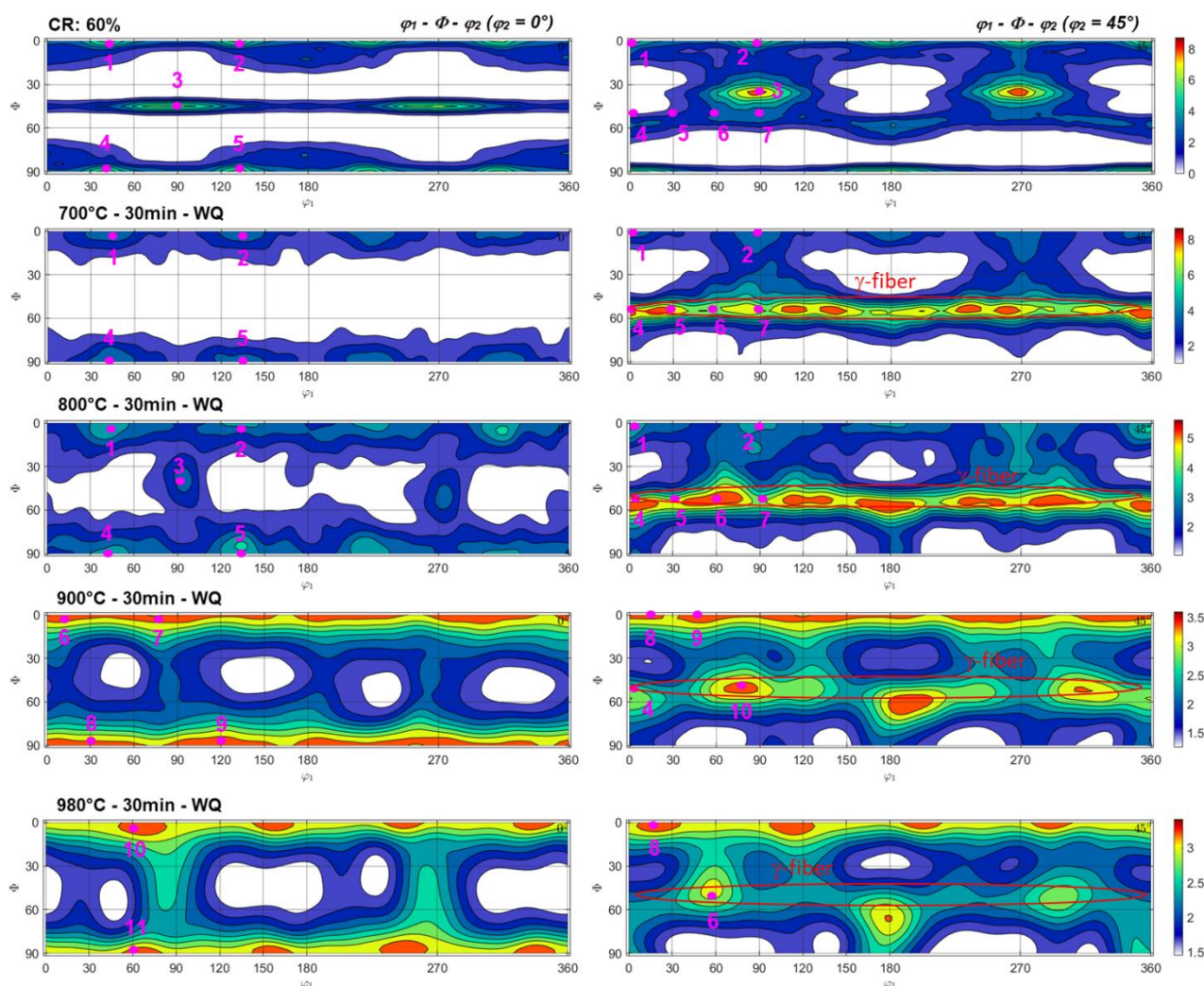


Fig. 1.2.4. Secțiunile ODF $\phi_2 = 0^{\circ}$ și $\phi_2 = 45^{\circ}$ pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probele recrystalizate la $T - 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^{\circ}\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C).

Pornind de la figurile de pol PF (110), PF (200) și PF (211) se poate determina funcția de distribuție a orientării, ODF (ODF – Orientation Distribution Function), care reprezintă cea mai convenabilă formă grafică de descriere a texturii cristalografice (a relației de orientare dintre sistemul de referință cristalografic și

- **Tranziția I-a:** are loc ca urmare a recrystalizării microstructurii deformate plastic, observându-se o tranziție de la familia de componente individuale $\{001\}\langle 110 \rangle$ către consolidarea componentelor familiilor $\{111\}\langle 112 \rangle$ și $\{111\}\langle 110 \rangle$, parte integrantă a fibrei γ . În cazul probelor recrystalizate la $T = 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$ și 800°C), din analiza secțiunilor ODF $\varphi_2 = 0^\circ$ și $\varphi_2 = 45^\circ$ (tabelul 1.2.3 și tabelul 1.2.4), se observă că principalele maxime de intensitate sunt prezente în cazul secțiunii $\varphi_2 = 45^\circ$ pentru componentele texturale cristalografice caracteristice fibrei γ , când se obține o intensitate maximă de aprox. 8,1 mrd, în cazul tratamentului efectuat la temperatura de 700°C și, respectiv, 5,3 mrd, în cazul tratamentului efectuat la temperatura de 800°C . De asemenea, se observă că intensitatea maximă scade odată cu creșterea temperaturii de tratament, ca urmare a creșterii dimensiunii medii de grăunte recrystalizat / a scăderii numărului mediu de grăunți per unitatea de suprafață;

- **Tranziția a II-a:** are loc ca urmare a creșterii temperaturii de recrystalizare, observându-se o tranziție de la consolidarea componentelor familiilor $\{111\}\langle 112 \rangle$ și $\{111\}\langle 110 \rangle$, parte integrantă a fibrei γ , către componente individuale texturale, astfel se observă o consolidare a componentelor familiilor $\{001\}\langle 140 \rangle$ și $\{001\}\langle 120 \rangle$ - prezente în secțiunea ODF $\varphi_2 = 0^\circ$ (tabelul 1.2.3), precum și a componentelor familiilor $\{001\}\langle 120 \rangle$, $\{001\}\langle 100 \rangle$ și $\{111\}\langle 134 \rangle$ - prezente în secțiunea ODF $\varphi_2 = 45^\circ$ (tabelul 1.2.4), toate având o intensitate de aprox. 3,4 mrd - 3,5 mrd, ca urmare a creșterii temperaturii de recrystalizare peste valoarea de $850^\circ\text{C} - 875^\circ\text{C}$, când se observă o creștere mai accentuată a dimensiunii medii de grăunte recrystalizat / o scădere a numărului mediu de grăunți per unitatea de suprafață;

- **Tranziția a III-a:** are loc ca urmare a creșterii în continuare a temperaturii de recrystalizare, observându-se o tranziție de consolidare numai a componentelor texturale individuale aparținând familiei $\{001\}\langle 120 \rangle$ - prezente în secțiunile ODF $\varphi_2 = 0^\circ$ și ODF $\varphi_2 = 45^\circ$ (tabelul 1.2.3 și tabelul 1.2.4), având o intensitate de aprox. 3,4 mrd - 3,5 mrd, ca urmare a creșterii temperaturii de recrystalizare peste valoarea de $950^\circ\text{C} - 975^\circ\text{C}$, când se observă o creștere și mai accentuată a dimensiunii medii de grăunte recrystalizat / o scădere a numărului mediu de grăunți per unitatea de suprafață.

Analiza influenței temperaturii de recrystalizare asupra intensității texturii cristalografice (indicii de textură) arată că, în urma deformării plastice cu grade de deformare de până la 60%, se obțin microstructuri având caracteristici macro-texturale superioare celor obținute în urma recrystalizării la temperaturi cuprinse între 700°C și 980°C (tabelul 1.2.5). Se observă că, după procesul de deformare, se obține o microstructură cu un indice de textură de aprox. 2,248, indice care suferă schimbări semnificative în urma recrystalizării. Astfel, acesta are valoarea de aprox. 5,845 pentru $700^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$ și scade continuu odată cu creșterea temperaturii de recrystalizare până la aprox. 1,275 pentru $980^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$, această scădere fiind cauzată de creșterea continuă a dimensiunii medii de grăunte recrystalizat / de scăderea numărului mediu de grăunți per unitatea de suprafață, putându-se afirma că **pentru a obține un indice de textură ridicat este necesară efectuarea tratamentului termic la temperaturi cât mai apropiate de temperatura de recrystalizare**.

Tabelul 1.2.5. Evoluția indicelui de textură pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la $T = 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C).

Stare microstructurală	Procesare termomecanică aplicată				
	CR: $\epsilon_{\text{tot}} = 60\%$	$700^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	$800^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	$900^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$	$980^\circ\text{C}-30\text{min}-\text{WQ}$
Index textură	2,248	5,845	3,702	1,630	1,275

1.2.2. Determinarea influenței duratei de recrystalizare asupra macro-texturii

Analiza influenței duratei de recrystalizare asupra macro-texturii s-a efectuat având ca referențial (stare microstructurală inițială) proba deformată plastic la rece cu un grad total de deformare de 60%, pe care au fost efectuate tratamente termice de recrystalizare la temperatura de 850°C , cu durate variabile de tratament de la 2min la 30min, în pași de 2min și răcire în apă. În continuare, din motive de spațiu, se vor prezenta datele analizate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la $850^\circ\text{C} - t - \text{WQ}$ ($t = 2\text{min}$, 10min , 20min și 30min).

Probele procesate au fost analizate avansat XRD cu scopul de a determina parametrii cristalografici ai fazei β -Ti. Măsurătorile de difracție au fost executate în domeniul $2\theta = (30^\circ - 90^\circ)$, ($\text{CuK}\alpha$; $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). În figura 1.2.5 se prezintă aspectul difractogramelor măsurate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la $850^\circ\text{C} - t - \text{WQ}$ ($t = 2\text{min}$, 10min , 20min și 30min). Se observă că microstructura aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe este alcătuită dintr-o singură fază, și anume faza β -Ti. Difractogramele măsurate (figura 1.2.5) au fost procesate Rietveld pentru a se determina parametrii cristalografici ai fazei β -Ti. Astfel,

850°C cu durată de 2min și, respectiv, 4,1 mrd, în cazul tratamentului efectuat la temperatura de 850°C și durată de 30min. De asemenea, se observă că, în ceea ce privește componentele texturale individuale aparținând familiei $\{001\}\langle 110 \rangle$, intensitatea maximă este relativ constantă, de aprox. 3,7 mrd, pentru întreg intervalul analizat. Scăderea intensității maxime pentru componentele texturale identificate poate fi pusă pe seama creșterii dimensiunii medii de grăunte recristalizat / scăderii numărului mediu de grăunți per unitatea de suprafață ca urmare a creșterii duratei de tratament termic.

Tabelul 1.2.7. Intensitatea direcțiilor/orientărilor cristalografice paralele cu direcțiile sistemului de referință al probei (RD – TD – ND)(figura 1.2.7).

Stare structurală	Intensitate direcții cristalografice, [mrd]								
	// RD			// TD			// ND		
	[001]	[011]	$\bar{1}11$	[001]	[011]	$\bar{1}11$	[001]	[011]	$\bar{1}11$
CR $\epsilon_{tot} = 60\%$	1,5	1,6	2,1	1,1	3,0	0,5	4,2	3,9	2,9
850°C–2min–WQ	2,0	3,0	1,9	2,3	3,2	1,3	3,0	1,6	6,6
850°C–10min–WQ	2,0	2,8	1,7	2,2	2,9	1,3	3,2	1,5	4,7
850°C–20min–WQ	1,9	2,5	1,8	2,1	2,9	1,4	2,9	1,5	3,8
850°C–30min–WQ	2,0	2,6	1,9	2,3	2,5	1,5	3,1	1,6	3,6

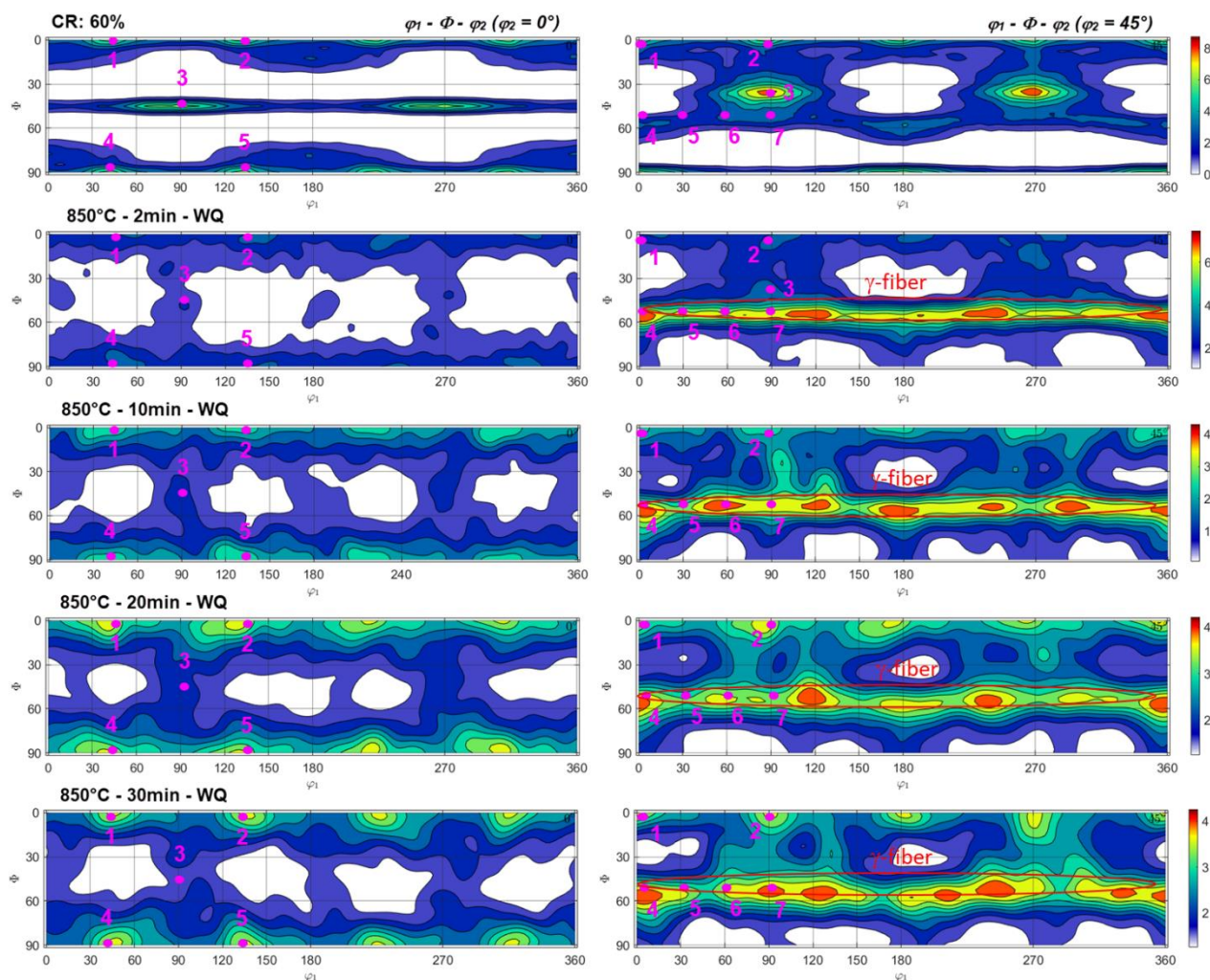


Fig. 1.2.8. Secțiunile ODF $\phi_2 = 0^\circ$ și $\phi_2 = 45^\circ$ pentru: probă deformată plastic la rece CR: 60% și probe recristalizate la 850°C – t – WQ (t = 2min, 10min, 20min și 30min).

Analiza influenței duratei de recristalizare asupra intensității texturii cristalografice (indicelui de textură) arată că, în urma deformării plastice cu grade de deformare de până la 60%, se obțin microstructuri având caracteristici macro-texturale superioare celor obținute în urma recristalizării la temperatura de 850°C cu durate cuprinse între 2min și 30min (tabelul 1.2.10). Se observă că indicii de textură suferă schimbări semnificative în urma recristalizării. Astfel, acesta are valoarea de aprox. 4,362, pentru 850°C–2min–WQ și

vedere atât specificul distribuției spațiale de orientare a direcțiilor cristalografice, cât și particularitățile sistemului cristalin cubic (aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe investigat prezentând o structură monofazică de tip β -Ti, caracterizată de o celulă cristalină elementară de tip CVC – cub cu volum centrat), pentru punerea în evidență a orientărilor spațiale s-a folosit codul de culoare prezentat în figura 1.3.1. Se observă că principalele axe cristalografice prezintă următoarele coduri de culoare: [001] – roșu, [011] – verde și $[\bar{1}11]$ – albastru.

Deoarece influența condițiilor de procesare / recrystalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe (Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe - %gr) a fost studiată atât din punct de vedere al influenței temperaturii de recrystalizare (în cadrul activităților proiectului din cadrul Etapei a II-a – 2022, activități referitoare la *Determinarea influenței temperaturii de recrystalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece*), cât și din punct de vedere al influenței duratei de recrystalizare (în cadrul activităților proiectului din cadrul Etapei a II-a – 2022, activități referitoare la *Determinarea influenței duratei de recrystalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece*), analiza micro-texturii se va prezenta distinct pentru aceste condiții de procesare / recrystalizare.



Fig. 1.3.1. Reprezentarea codului de culoare pentru figurile inverse de pol – IPF în raport cu axa Z a sistemului de axe cristalografice.

1.3.1. Determinarea influenței temperaturii de recrystalizare asupra micro-texturii

Analiza influenței temperaturii de recrystalizare asupra micro-texturii s-a efectuat având ca referențial (stare microstructurală inițială) proba deformată plastic la rece cu un grad total de deformare de 60%, probă pe care au fost efectuate tratamente termice de recrystalizare la temperaturi cuprinse între 700°C și 980°C, în pași de 20°C, cu o durată fixă de menținere la temperatură, de 30min, și răcire în apă. În continuare, din motive de spațiu, se vor prezenta datele analizate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probele recrystalizate la $T - 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}, 800^\circ\text{C}, 900^\circ\text{C}$ și 980°C).

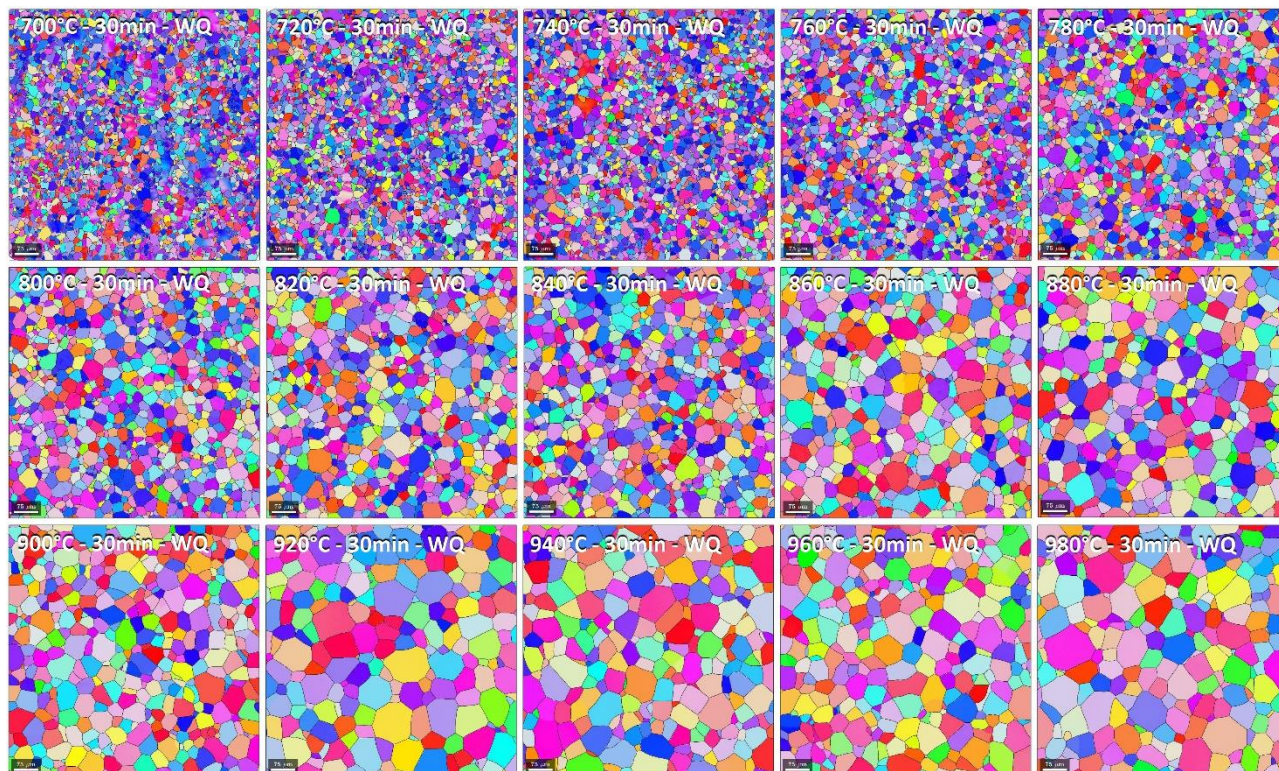


Fig. 1.3.2. Imagini SEM-EBSD de tip IPF-Z (Inverse Pole Figure – Z axis) prezentând microstructura probelor recrystalizate la $T - 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C} - 980^\circ\text{C}$).

În figura 1.3.2 se prezintă imaginile SEM-EBSD de tip IPF-Z pentru probele procesate prin deformare plastică (cu un grad de deformare total de 60%) și recrystalizate la temperaturi cuprinse între 700°C și 980°C,

cu un indice de textură de aprox. 2,494, indice care suferă scăderi semnificative în urma recrystalizării, de la aprox. 1,707 (700°C–30min–WQ) și până la aprox. 1,108 (980°C–30min–WQ).

Tabelul 1.3.3. Intensitatea componentelor texturale majore observate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la $T = 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C) (figura 1.3.5).

Stare structurală	Intensitate componentă texturală, $(\varphi_1 - \Phi - \varphi_2) - \{hkl\} \langle uvw \rangle$, [mrd]										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
φ_1 , [°]	90	210	330	0	120	240	360	60	180	300	180
Φ , [°]	55	55	55	55	55	55	55	55	55	55	65
φ_2 , [°]	45										
(hkl)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(332)
[uvw]	[112]	[121]	[211]	[110]	[101]	[011]	[110]	[011]	[110]	[101]	[110]
CR $\epsilon_{\text{tot}} = 60\%$	7,1	6,9	7,0	3,7	3,7	3,7	3,7	3,9	3,9	3,9	0,1
700°C–30min–WQ	3,5	3,1	3,6	4,1	4,4	4,4	5,1	3,6	4,0	3,6	1,1
800°C–30min–WQ	1,8	1,6	1,8	2,8	2,8	2,4	3,0	3,3	3,1	2,8	1,6
900°C–30min–WQ	1,2	1,2	1,2	1,3	1,3	1,2	1,3	1,5	1,4	1,5	2,0
980°C–30min–WQ	0,9	1,0	0,9	0,9	0,9	0,8	0,8	1,5	1,3	1,5	2,0

Tabelul 1.3.4. Evoluția indicelui de textură pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la $T = 30\text{min} - \text{WQ}$ ($T = 700^\circ\text{C}$, 800°C , 900°C și 980°C).

Stare microstructurală	Procesare termomecanică aplicată				
	CR: $\epsilon_{\text{tot}} = 60\%$	700°C–30min–WQ	800°C–30min–WQ	900°C–30min–WQ	980°C–30min–WQ
Index textură	2,494	1,707	1,343	1,119	1,108

1.3.2. Determinarea influenței duratei de recrystalizare asupra micro-texturii

Analiza influenței duratei de recrystalizare asupra macro-texturii s-a efectuat având ca referențial (stare microstructurală inițială) proba deformată plastic la rece cu un grad total de deformare de 60%, pe care au fost efectuate tratamente termice de recrystalizare la temperatura de 850°C, cu durate variabile de tratament, de la 2min la 30min în pași de 2min și răcire în apă. În continuare, din motive de spațiu, se vor prezenta datele analizate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la 850°C – $t - \text{WQ}$ ($t = 2\text{min}$, 10min , 20min și 30min).

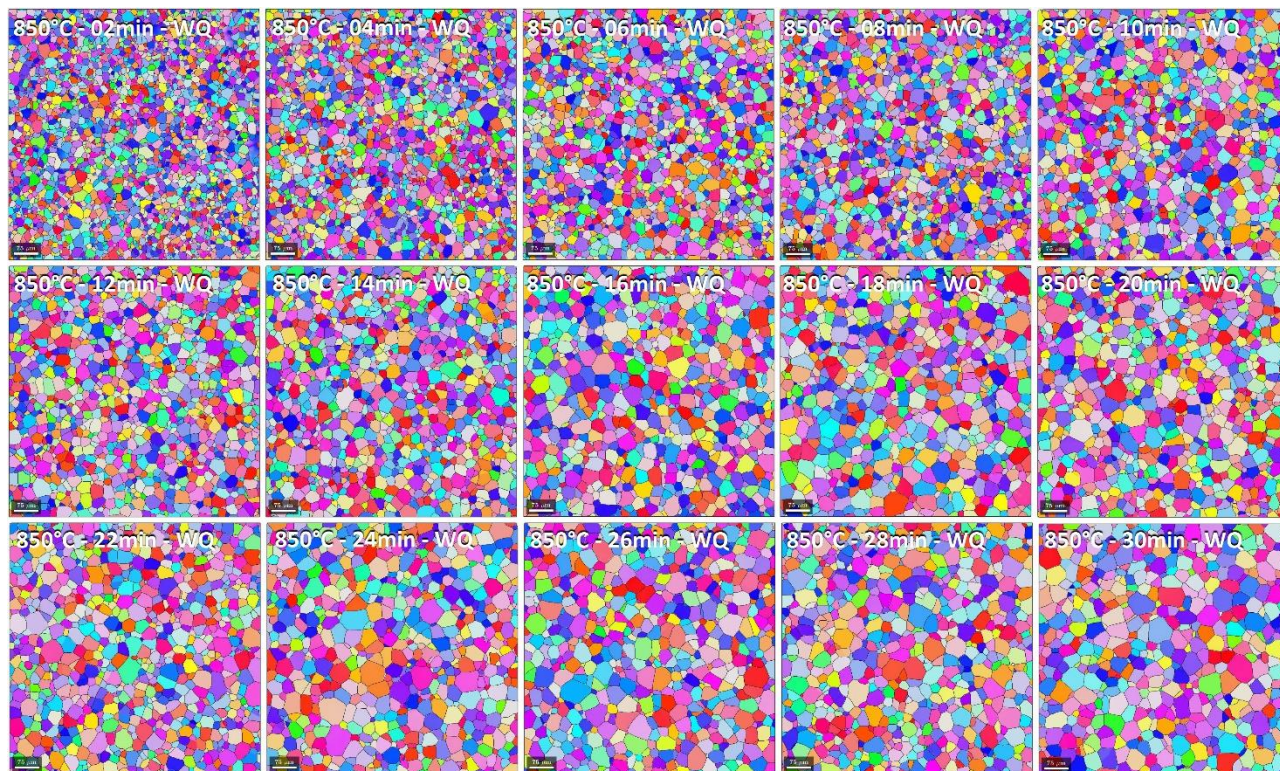


Fig. 1.3.6. Imagini SEM-EBSD de tip IPF-Z (Inverse Pole Figure – Z axis) prezentând microstructura probelor recrystalizate la 850°C – $t - \text{WQ}$ ($t = 2\text{min} - 30\text{min}$).

acestei, rezultând numai componente texturale individuale cu intensitate maximă aparținând aceleiași familii de componente texturale $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, cum ar fi: $\{111\}\langle 112 \rangle$ și $\{111\}\langle 110 \rangle$. Se observă că maximele de intensitate sunt prezente în cazul familiei de componente texturale $\{111\}\langle 110 \rangle$, care prezintă o intensitate maximă descrescătoare, de la aprox. 3,7 mrd ($850^{\circ}\text{C} - 2\text{min} - \text{WQ}$) și până la aprox. 2,2 mrd ($850^{\circ}\text{C} - 30\text{min} - \text{WQ}$) (tabelul 1.3.7).

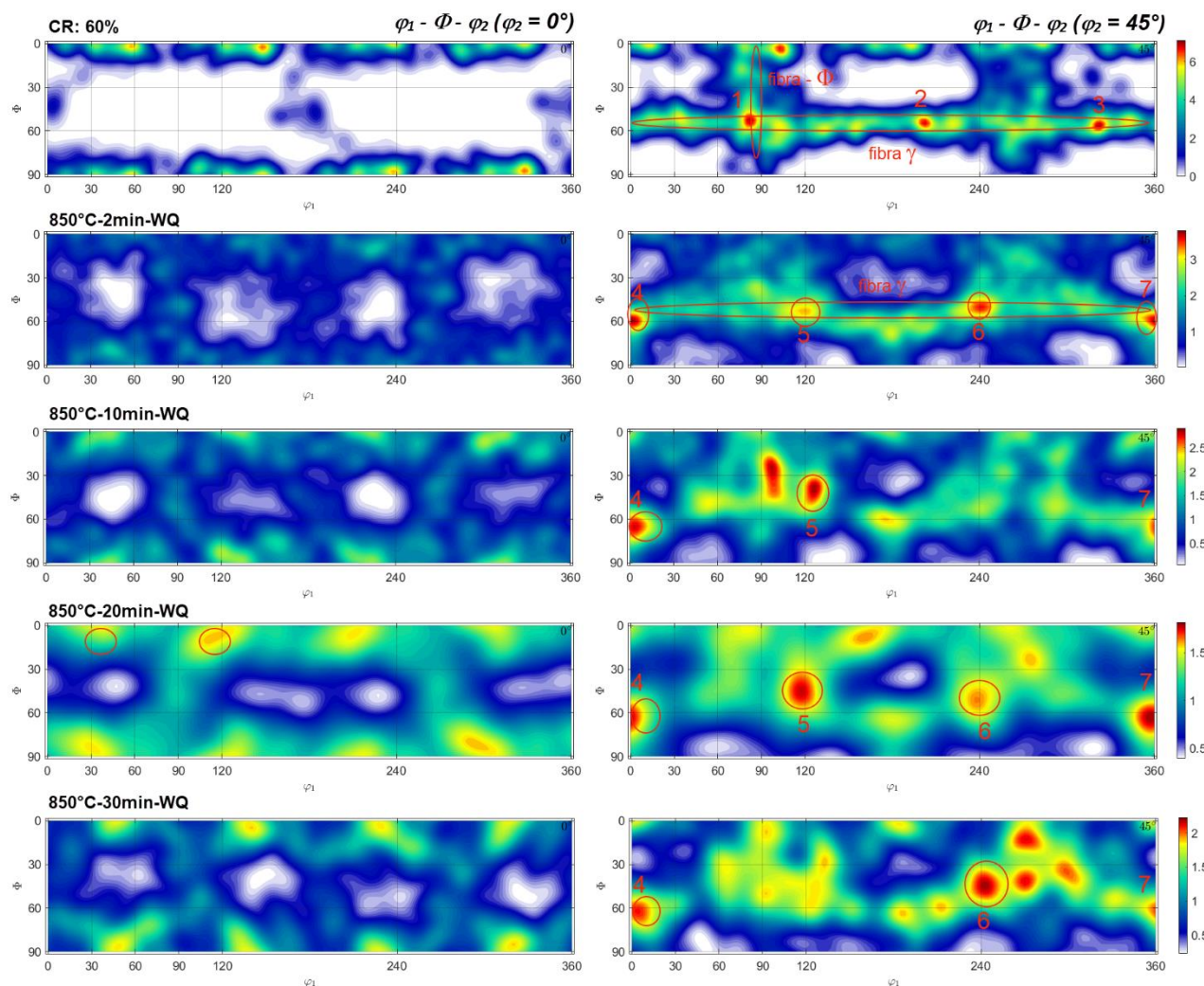


Fig. 1.3.9. Secțiunile ODF $\varphi_2 = 0^{\circ}$ și $\varphi_2 = 45^{\circ}$ pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recristalizate la $850^{\circ}\text{C} - t - \text{WQ}$ ($t = 2\text{min}, 10\text{min}, 20\text{min}$ și 30min).

Tabelul 1.3.7. Intensitatea componentelor texturale majore observate pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recristalizate la $850^{\circ}\text{C} - t - \text{WQ}$ ($t = 2\text{min}, 10\text{min}, 20\text{min}$ și 30min) (figura 1.3.9).

Stare structurală	Intensitate componentă texturală, $(\varphi_1 - \Phi - \varphi_2) - \{hkl\}\langle uvw \rangle$, [mrd]						
	1	2	3	4	5	6	7
φ_1 , [°]	90	210	330	0	120	240	360
Φ , [°]	55	55	55	55	55	55	55
φ_2 , [°]	45						
(hkl)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)	(111)
[uvw]	$[\bar{1}\bar{1}2]$	$[\bar{1}2\bar{1}]$	$[2\bar{1}\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$	$[\bar{1}01]$	$[01\bar{1}]$	$[\bar{1}\bar{1}0]$
CR $\epsilon_{\text{tot}} = 60\%$	7,1	6,9	7,0	3,7	3,7	3,7	3,7
$850^{\circ}\text{C} - 2\text{min} - \text{WQ}$	2,4	2,1	2,1	3,7	3,3	3,6	3,6
$850^{\circ}\text{C} - 10\text{min} - \text{WQ}$	1,9	1,8	1,8	2,8	2,6	2,1	2,7
$850^{\circ}\text{C} - 20\text{min} - \text{WQ}$	1,2	1,1	1,2	1,8	1,8	1,7	1,8
$850^{\circ}\text{C} - 30\text{min} - \text{WQ}$	1,8	1,7	1,7	2,1	1,9	2,2	2,1

Analiza influenței duratei de recristalizare asupra intensității texturii cristalografice (indicelui de textură) arată că, în urma deformării plastice cu grade de deformare de până la 60%, se obțin microstructuri

având caracteristici micro-texturale superioare celor obținute în urma recrystalizării la temperatura de 850°C și cu durate cuprinse între 2min și 30min (tabelul 1.3.8). Se observă că, după procesul de deformare, se obține o microstructură cu un indice de textură de aprox. 2,494, indice care suferă scăderi semnificative în urma recrystalizării, de la aprox. 1,389 (850°C–2min–WQ), până la aprox. 1,202 (850°C–30min–WQ).

Tabelul 1.3.8. Evoluția indicelui de textură pentru: proba deformată plastic la rece CR: 60% și probe recrystalizate la 850°C – t – WQ (t = 2min, 10min, 20min și 30min).

Stare microstructurală	Procesare termomecanică aplicată				
	CR: $\epsilon_{tot} = 60\%$	850°C–2min–WQ	850°C–10min–WQ	850°C–20min–WQ	850°C–30min–WQ
Index textură	2,494	1,389	1,261	1,215	1,202

II. Diseminarea rezultatelor

Cercetările experimentale efectuate pe parcursul anului 2023 au condus la următoarea diseminare a rezultatelor științifice obținute:

1. prezentarea rezultatelor științifice la conferințe internaționale:

- V.D. Cojocaru, A. Dan, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru. *Solution treatment temperature influence on microstructural and mechanical properties of a cold-rolled Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*;
- V.D. Cojocaru, A. Dan, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, M.B. Galbinas, E.M. Cojocaru. *Microstructure, texture and mechanical properties evolution during solution treatment of a Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; 17th European Congress and Exhibition on Advanced Materials and Processes - FEMS EUROMAT 2023, 03 – 07.09.2023, Frankfurt am Main, Germania.

1. submitie articole științifice spre publicare în reviste cotate/indexate ISI:

- V.D. Cojocaru, A. Dan, N. Serban, N. Zarnescu-Ivan, E.M. Cojocaru, B.M. Galbinas. *Effect of cold-rolling deformation on the microstructural and mechanical properties of a biocompatible Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; submit la revist MATERIALS (FI 2022 – 3,4);
- V.D. Cojocaru, N. Serban, E.M. Cojocaru, N. Zarnescu-Ivan, B.M. Galbinas. *Effect of solution treatment on the microstructural and mechanical properties of a biocompatible Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe alloy*; submit la revist MATERIALS (FI 2022 – 3,4);

Director proiect,
Vasile Dănuț COJOCARU