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 I / 2021

Investigarea mecanismelor de alunecare/maclare induse de procesarea prin deformare la rece în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Investigarea mecanismului de recristalizare în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe procesat la rece (partea I-a).

Decembrie 2021

CUPRINS

		Pag.
	Rezumatul Etapei I / 2021	0
1.	Activități derulate	1
1.1	Proiectarea și experimentarea tehnologiei de sinteză a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Obtinerea aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare turnată	1
	Alegerea compoziției chimice a aliajului din sistemul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.	1
	Proiectarea și experimentarea tehnologiei de laborator pentru sinteza aliajului din sistemul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.	2
	Obținerea aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare turnată.	3
1.2	Procesarea termomecanică preliminară a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Obținerea aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare procesată termomecanic preliminar. Schema de procesare termomecanică aplicată. Evoluția caracteristicilor microstructurale în timpul procesării termomecanice. Obținerea aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare procesată termomecanic preliminar.	4 4 5 8
1.3	Determinarea nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.	9
1.4	Determinarea influenței intensității deformării la rece asupra activării alunecării/maclării în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.	15
1.5	Determinarea influentei temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului ˈTi-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea I-a).	18
1.6	Determinarea influentei duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea I-a).	19
2.	. Diseminarea rezultatelor	20

Rezumatul Etapei I / 2021

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 I / 2021. Rezultatele științifice și tehnice obținute la execuția Etapei I / 2021 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:

- 1. Proiectarea și experimentarea tehnologiei de sinteză a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Obținerea aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe in stare turnată;
- 2. Procesarea termomecanica preliminara a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Obținerea aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe in stare procesata termomecanic preliminar;
- 3. Determinarea nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării in aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.;
- 4. Determinarea influentei intensității deformării la rece asupra activării alunecării/maclării in aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe;
- 5. Caracterizarea avansata a probelor procesate/deformate la rece;
- 6. Determinarea influentei temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea I-a);
- 7. Determinarea influentei duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea I-a);
- 8. Caracterizarea avansata a probelor procesate/recristalizate (partea I-a).

Au fost realizate integral activitățile referitoare la diseminarea rezultatelor științifice: o lucrare prezentată la o conferință științifică internațională în domeniul proiectului și două lucrări submise la reviste cotată ISI.

Obiectivele Etapei I / 2021

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 I a fost reprezentat de obținerea aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) (de tip β -Ti), de stabilire a rutei optime de procesare termomecanică a acestuia și de investigarea avansată a fenomenelor de alunecare/maclare care au loc la deformarea plastică, la rece, a acestui aliaj. De asemenea, în Etapa I s-au inițiat activitățile/obiectivele legate de investigarea avansată a fenomenelor care au loc la recristalizarea acestui aliaj (transa I).

Rezultat (conform Plan de realizare)	Grad de îndeplinire
Lingouri aliaj Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.	<i>100%</i> (RST – pct. 1.1)
Aliaj deformat la rece.	<i>100%</i> (RST – pct. 1.2)
Studiu privind nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării.	<i>100%</i> (RST – pct. 1.3)
Studiu privind influența intensității deformației asupra alunecării/maclării.	<i>100%</i> (RST – pct. 1.4)
Aliaj Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe recristalizat.	<i>100%</i> (RST – pct. 1.5; 1.6)
Studiu privind influența temperaturii de recristalizare asupra microstructurii (partea I-a)	<i>100%</i> (RST – pct. 1.5)
Studiu privind influenta duratei de recristalizare asupra microstructurii (partea I-a)	<i>100%</i> (RST – pct. 1.6)
Diseminarea rezultatelor: submisie articole științifice pentru publicare în reviste ISI; comunicări științifice la evenimente științifice internaționale.	<i>100%</i> (RST – pct. 2)

Rezultatele Etapei I / 2021

1. Activități derulate.

1.1. Proiectarea și experimentarea tehnologiei de sinteză a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Obținerea aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare turnată.

Alegerea compoziției chimice a aliajului din sistemul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Cercetările efectuate în ultimii ani, în domeniul aliajelor pe bază de titan, au arătat că fenomenele/mecanismele care au loc în timpul procesării termomecanice a acestora influențează semnificativ textura cristalografică dezvoltată în microstructura acestora și, implicit, proprietățile / comportamentul acestora. La momentul actual, aliajele de titan de tip beta (β -Ti) sunt folosite cu succes în o serie largă de aplicații, de la industria aerospațială la industria biomaterialelor. Prin intermediul parametrilor rutelor de procesare termomecanică aplicata acestor aliaje se poate influența semnificativ microstructura acestor aliaje (morfologia, structura fazică, dimensiunea de grăunte, tensiunile reziduale la nivelul microstructurii, dezvoltarea de fibre și componente texturale cristalografic, etc) și implicit comportamentul acestora (cum ar fi: caracteristicile mecanice, proprietățile de rezistență la coroziune, etc).





Studiile și analizele care au fundamentat proiectul de față au condus la alegerea sistemului de elemente pentru compoziția chimică a aliajului cercetat. S-a avut în vedere obținerea unui aliaj care să îndeplinească următoarele cerințe:

- structură fazică stabilă la temperatura ambiantă: β-Ti;
- inhibarea inducerii de faze metastabile: α' -Ti, α'' -Ti și ω -Ti;
- existența mecanismelor de deformare de tip: alunecare/maclare.

Pe baza teoriei design-ului compozițional, s-a demonstrat că și în cazul compoziției chimice a aliajelor pe bază de titan, parametrii de control ai compoziției sunt: ordinul de legătură (*average bond order*) -Bo, și nivelul energetic al orbitalului-d (*average d-orbital energy level*) -Md (conform ecuației 1.1). A fost selectat sistemul de elemente Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe considerat ca fiind cel care corespunde în cea mai bună măsură scopului vizat prin proiect. Parametrii -Bo și -Md au fost aleși corespunzător poziției în diagrama compozițională prezentată în figura 1.1.2 și tabelul 1.1.1.

$$\overline{M_d} = \sum x_i (M_d)_i$$
$$\overline{B_o} = \sum x_i (B_o)_i$$

(1.1)

Tabel 1.1.1. Parametrii de design compozițional pentru aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%).

Ele	ement	Ti	Nb	Zr	Та	Sn	Fe
Compoziția	ı chimica (at.%)	66,60	20,69	8,43	1,77	1,08	1,43
$\overline{M_d}$	2,4598	2,447	2,424	2,934	2,531	2,100	0,969
$\overline{B_o}$	<u>B</u> _o 2,8776		3,099	3,086	3,144	2,283	2,651

Proiectarea și experimentarea tehnologiei de laborator pentru sinteza aliajului din sistemul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Analiza proprietăților fizico-chimice ale elementelor componente ale aliajului din sistemul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe, a interacțiunilor lor cu gazele (oxigen, azot, hidrogen) a scos în evidenta faptul ca unele dintre elementele componente ale aliajului (Ti, Zr) sunt metale foarte reactive care absorb ușor gaze din atmosfera

¹ M. Abdel-Hady, K. Hinoshita, M. Morinaga. *General approach to phase stability and elastic properties of β-type Tialloys using electronic parameters*, Scripta Materialia, 55 (2006) 477-480.

agregatului de topire, gaze care influențează sensibil microstructura și comportamentul aliajelor elaborate. *Metoda de elaborare optima* pentru aliajul din sistemul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe cercetat *este topirea în vid înalt* (10⁻⁴ - 10⁻⁵ mbar) *sau în atmosfera inertă* (argon), asigurând astfel un conținut foarte scăzut de impurități în microstructura aliajului elaborat.

Având în vedere destinația aliajului este necesar respectarea riguroasă a calității materialelor metalice utilizate în procesul de sinteză. Gradul de puritate al materiilor prime influențează conținutul impurităților în aliajul final, inclusiv al celor gazoase (azot, hidrogen) care trebuie să fie foarte strict limitate. În tabelul 1.1.2 se prezintă proveniența materiilor prime utilizate cât și gradul de puritate al acestora.

În cadrul experimentărilor privind sinteza aliajului în cuptorul cu creuzet rece s-au folosit următorii parametri tehnologici:

- masa şarja: 100 ~ 130 g;ndiametrul lingotieră de turnare: 20 mm;
- vid (primar și secundar): vid primar: 4 x 10⁻² mbar; vid secundar: 9 x 10⁻⁵ mbar;
- atmosfera de lucru inerta (argon): 0,3 bar.

Element	Ti	Nb	Zr	Та	Sn	Fe
Purity, min. %	99.6	99.9	99.5	99.9	99.6	99.98
www.sigmaaldrich.com	GF71176776	GF49338120	GF10742284	GF80066392	GF11140928	267945

Tabel 1.1.2. Puritatea materiilor prime utilizate la elaborarea aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Obținerea aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare turnată.

În cadrul experimentărilor privind sinteza aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%), în cuptorul cu creuzet rece, s-au obținut lingouri (prezentate în figura 1.1.5) cu următoarele caracteristici:

- masa lingoului: 100 ~ 130 g;
- diametrul lingoului turnat: ~ 20 mm;
- lungimea lingoului turnat: 30 ~ 60 mm.

Lingourile de aliaj Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) au fost supuse analizei EDS pentru a se determina compoziția chimică reală a acestora. Pe baza spectrogramei EDS a fost calculată compoziția chimică reală a lingourilor de aliaj Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%), care este prezentată în tabelul 1.1.3. Se poate observa că omogenitatea chimică a aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) este foarte mare, abaterile de la compoziția cerută find mici < 0.03 wt.%, fapt ce arată că sinteza aliajului în cuptorul cu creuzet rece, în levitație, este o metodă optimă de obținere a aliajelor pe bază de titan.



Fig. 1.1.5. Lingouri din aliaj Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) în stare turnată.

Tabelul 1.1.3. Compoziția chimică medie a aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%).

<u></u>					
Element	Nr. atomic	Masa, [% gr.]	Masa, [% at.]	Abs. error, [%]	Rel. error, [%]
Titan (Ti)	22	50,06	66,86	1,41	2,78
Niobiu (Nb)	41	29,71	20,45	0,76	2,72
Zirconiu (Zr)	40	11,87	8,32	0,31	2,83
Tantal (Ta)	73	4,97	1,76	0,13	3,02
Staniu (Sn)	50	2,08	1,12	0,10	3,96
Fier (Fe)	26	1,31	1,50	0,06	4,38
Total		100,00	100,00	-	-

1.2. Procesarea termomecanică preliminară a aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe. Obținerea aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare procesată termomecanic preliminar. *Schema de procesare termomecanică aplicată.*

Ciclul de procesare termomecanică (*TM*) preliminară aplicat aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) este prezentat în figura 1.2.1. Se observă că acesta cuprinde următoarele etape:

- aliajul obținut în urma sintezei în cuptorul de topire cu creuzet rece, în levitație, în starea microstructurală turnată (*as-received - AR*) a fost procesată termomecanic într-o prima etapa, prelucrat prin deformare la rece, prin laminare, cu un grad de deformare de 35% și tratată termic prin călire de punere în soluție (*solution treatment - ST*) la 920°C, pentru 20 min și răcit în apă. Scopul acestei prime etape de procesare termomecanică a fost acela de a distruge structura de turnare, rezultată în timpul procesului de sinteză (structură necorespunzătoare din punct de vedere microstructural), și de generare a unei noi structuri (*initial state - I*) care să poată fi procesată termomecanic ulterior cu un grad ridicat de intensitate;

- etapa a doua de procesare termomecanică, efectuată cu scopul de a obține o structură corespunzătoare din punct de vedere microstructural (morfologie, omogenitate microstructurală și chimică, dimensiune de grăunte, nivel al tensiunilor reziduale remanente, etc). În această etapă aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) este deformat plastic la rece, prin laminare, cu un grad de deformare de 50% (*starea structurală - CR*) și supus tratamentului termic de călire de punere în soluție. Tratamentul termic a fost executat la 850°C, cu durate de menținere de: 5 min (*starea structurală - ST1*), 10 min (*starea structurală - ST2*), 15 min (*starea structurală - ST4*) și răcire în apă.



Fig. 1.2.1. Schema etapelor ciclului de procesare termomecanică (TM) aplicat aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Evoluția caracteristicilor microstructurale în timpul procesării termomecanice.

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 1.2.2).



Fig. 1.2.2. Reprezentarea schematică a sistemului de referință al probelor deformate prin laminare, în funcție de direcțiile de procesare RD (rolling direction – direcția de laminare), ND (normal direction – direcția normală) și TD (transverse direction – direcția transversală).



Fig. 1.2.3. Evoluția microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în prima etapă a ciclului de procesare termomecanică (TM) aplicat; a – stare microstructurală turnată (as-received - AR); b – deformat plastic la rece 35% (cold-rolled - CR). ; b – deformat plastic la rece si tratat termic - stare microstructurală inițială (initial - I).

Pentru a doua etapă a ciclului de procesare termomecanică analiza microstructurală a pus în evidență



Fig. 1.2.4. Evoluția microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-5Fe investigată în planele definite de direcțiile RD-ND (a, b) și RD-TD (c, d), în urma procesării prin deformare plastica la rece, prin laminare, cu un grad de deformare de 50% (stare structurala CR) în etapa a doua a ciclului de procesare (TM).



Fig. 1.2.5. Evoluția microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe investigată în planul definit de direcțiile RD-TD, în urma procesării termice din etapa a doua ciclului de procesare (TM); a − ST1 : 850°C − 5min − WQ; b − ST2 : 850°C − 10min − WQ; c − ST3 : 850°C − 15min − WQ; d − ST1 : 850°C − 20min − WQ.

Pe baza analizei observațiilor microstructurale făcute pentru planele RD-TD și RD-ND, se poate afirma că în urma ciclului de procesare termomecanică se obține o microstructură monofazică (6-Ti) omogenă, cu grăunți poliedrici echiacși care au un grad de dispersie strâns, microstructură care răspunde cerințelor optime pentru a fi folosită în cercetările experimentale pentru punerea în evidență cu succes a fenomenelor/mecanismelor ce apar în timpul procesării termomecanice a aliajelor de tip 6-Ti și influența acestora asupra texturării cristalografice.

Obținerea aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare procesată termomecanic preliminar.

Deoarece se dorește, ca în cadrul experimentale pentru punerea în evidență a fenomenelor/mecanismelor ce apar în timpul procesării termomecanice a aliajelor de tip β -Ti și influența acestora asupra texturării cristalografice, să se pornească de la microstructură monofazică (β -Ti) și omogenă, cu grăunți poliedrici echiacși cu dimensiunea medie de 75-80µm și cu un grad de dispersie strâns, se va utiliza ca ruta de procesare termomecanică preliminară ruta prezentată în figura 1.2.8.



Fig. 1.2.8. Schema finală a etapelor ciclului de procesare termomecanică preliminar (TMP) aplicat.

În figura 1.2.9 se prezintă câteva imagini ale probelor din aliaj Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare procesată termomecanic preliminar (TMP). Reconstrucția 3D a microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe rezultată în urma procesării termomecanice preliminare (TMP) după schema finală de procesare (figura 1.2.8) este prezentată în figura 1.2.10.



Fig. 1.2.9. Imagini caracteristice cu probe din aliaj Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în stare procesată termomecanic preliminar (TMP).



Fig. 1.2.10. Reconstrucție 3D a microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe rezultată în urma procesării termomecanice (TMP).

1.3. Determinarea nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Pentru determinarea nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe, s-a recurs la testarea micro-mecanică prin teste de tracțiune. Probele folosite în cadrul testării micro-mecanice au fost procesate termomecanic preliminar (TMP) cu scopul de a obține o microstructură monofazică (β -Ti) și omogenă, cu grăunți poliedrici echiacși cu dimensiunea medie de 75-80 μ m și cu un grad de dispersie a dimensiunii strâns. După procesarea TMP, probele au fost prelucrate mecanic pentru a obține probe cu configurație geometrică tip *"dog-bone"*, secțiunea zonei calibrate de (l x b x h) 7.0 x 2.0 x 0.8 mm.

Prima etapă a determinării nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării a presupus obținerea diagramei tensiune-deformație, diagramă prezentată în figura 1.3.1.

Pe baza acestei diagrame s-au determinat caracteristicile mecanice ale aliajului Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) procesat TMP, caracteristici prezentate în tabelul 1.3.1. Se poate observa că nivelul tensiunii maxime suportate de către aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) este situat la aprox. 956 MPa, iar nivelul tensiunii limitei de curgere este situat la aprox. 697 MPa. De asemenea, se observă ca aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) în stare procesata TMP posedă o ductilitate semnificativă, alungirea la rupere a acestui fiind situată la aprox. 15%. Aspectul macroscopic tipic al probelor supuse testării micro-mecanice este prezentat în figura 1.3.2, unde se poate observa prezența zonei "gâtuite" a probei, situate la jumătatea zonei calibrate, rezultată în urma testării în apropierea limitei maxime de rezistență a aliajului investigat.

A doua etapă a determinării nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării a presupus investigarea evoluției microstructurale în timpul solicitării micro-mecanice, prin încărcări ale tensiunii de solicitare la nivele prescrise și observarea / identificarea schimbărilor microstructurale induse de tensiunea de solicitare. Analiza pentru determinarea nivelului critic al tensiunii de solicitare la rece pentru activarea alunecării/maclării a fost efectuată în planul definit de direcțiile RD – TD (rolling direction – directia de laminare și transverse direction – direcția transversală) – figura 1.3.2.





aliaj Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe procesat (TMP).

Fig. 1.3.1. Diagrama tensiune-deformație pentru Fig. 1.3.2. Aspectul macroscopic al probelor supuse testării micromecanice, cu evidențierea zonei de "gâtuire".

Tabelul 1.3.1. Caracteristicile mecanice pentru aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%) procesat (TMI

Microstructural state	Ultimate tensile	0.2 Yield strength, σ _{0.2}	Elongation to	Elastic modulus, E
	strength, σ _{υτs} [MPa]	[MPa]	fracture, ε _f [%]	[GPa]
Stare TMP	956,6	697,9	15,1	58,8

Având în vedere designul compozițional al aliajului investigat, aliaj pentru care parametrii -Bo și -Md au fost aleși corespunzător poziției în diagrama compozițională prezentată în figura 1.1.2 și tabelul 1.1.4, se poate observa că există o delimitare / domeniu de variație foarte strâns între mecanismele de deformare prin alunecare și/sau maclare, ca urmare este de așteptat ca principalul mecanism de deformare să fie reprezentat de către mecanismul de maclare.



Fig. 1.3.3. Evoluția schimbărilor microstructurale induse în timpul testării micro-mecanice, pentru aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în domeniul de solicitare OMPa -800MPa.

Evoluția schimbărilor microstructurale induse în timpul testării micro-mecanice, pentru aliaj Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%), în domeniul de solicitare 0MPa – 800MPa este prezentată în figura 1.3.3. Din

analiza imaginilor microstructurale se poate observa că în domeniul de solicitare investigat nu se observă apariția unor zone în care să se observe apariția mecanismelor de deformare/acomodare a solicitării prin alunecare/maclare, dar, acest lucru nu înseamnă ca la nivelul nanostructurii mecanismele de alunecare și maclare nu sunt prezente.

Evoluția schimbărilor microstructurale, la nivel micrometric, induse în timpul testării micromecanice, pentru aliaj Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%), în domeniul de solicitare 900MPa – 956MPa este prezentată în figura 1.3.4. Din analiza imaginilor microstructurale se poate observa că la aprox. 900MPa (echivalent ~1% deformație remanentă) se identifică primele zone în care se pot observa semne ale apariției mecanismului de deformare/acomodare a solicitării prin alunecare/maclare. De asemenea, se poate observa că mecanismul de deformare / acomodare a solicitării prin alunecare/maclare are o rată ridicată de dezvoltare, astfel încât, chiar pentru creșteri mici ale tensiunii de solicitare se poate observa o dezvoltare "exponențială" a zonelor deformate, la 956MPa (echivalent ~5% deformație remanentă) aproape toți grăunții prezentând zone deformate prin alunecare/maclare.



Fig. 1.3.4. Evoluția schimbărilor microstructurale induse în timpul testării micro-mecanice, pentru aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe în domeniul de solicitare 900MPa – 956MPa.

Maclarea poate fi definită cristalografic prin intermediul planului de maclare K (planul de simetrie în oglindă dintre maclă și grăuntele în care se dezvoltă macla) și de direcția de forfecare/maclare η . Maclele de deformare au, în general, o morfologie leticulară, cu lungimea leticulei în lungul direcției de forfecare/maclare η și grosimea leticulei în planului de maclare K (figura 1.3.5). Prin analiza unghiurilor și axelor de dezorientare cristalografică este posibilă identificarea sistemelor de maclare (*twinning*) active. În figura 1.3.5 se prezintă schematic relația de orientare cristalografică pentru sistemele de maclare {332}<113> și {112}<111>. Se observă că unghiul de dezorientare specific are valoarea de ~50.3° pentru sistemul {332}<113> și de 60° pentru sistemul {112}<111>.



Fig. 1.3.5. Reprezentarea schematică a sistemului de maclare {332}<113> (în planul atomic (110)) și {112}<111> (în planul (111)). O metodă rapidă de identificare a limitelor de grăunți maclați este reprezentată de analiza CLS (*Coincident Site Lattice*), care furnizează date cu privire la relația de orientarea spațială cristalografică a limitei de grăunte dintre două domenii cristaline coerente adiacente. S-a demonstrat că pentru materialele cu sistem cristalin de tip CVC (cub cu volum centrat) limita de grăunte caracteristică sistemului de maclare $\{332\}<113>$ este de tip $\Sigma11$, fiind caracterizată de un unghi de rotație de \sim 50.3° în jurul axei [110], în timp ce pentru sistemului de maclare $\{112\}<111>$ este de tip $\Sigma3$, fiind caracterizată de un unghi de rotație de un unghi de rotație de \sim 60° în jurul axei [111]. Mecanismul de acomodare a deformației prin maclare $\{332\}<113>$ poate fi considerat ca o succesiune de alunecări parțiale pe planul de forfecare $\{110\}$ (figura 1.3.5), în direcția de forfecare/maclare <113>, raportat la planului de maclare $\{332\}$ (figura 1.3.6).



Pentru investigarea / identificarea sistemelor de alunecare / maclare observate în timpul testării micro-mecanice (figura 1.3.7-a) s-a analizat profilul de dezorientare al relației masă de bază (*matrix*) – maclă (*twin*) (figura 1.3.7-b). Se poate observa că un că valoarea dezorientării dintre masa de bază și maclă este de aprox. 50°, fapt ce sugerează că macla dezvoltată aparține sistemului de maclare {332}<113>. Pentru confirmarea acestei asumpții s-a analizat dispersia direcțiilor cristalografice [332], [113] și [110] în funcție de direcțiile sistemului de referință a probei (RD-TD-ND) (figura 1.3.7-c). Se poate observa că pentru toate relațiile de orientare [331], [113] și [113] există o singura axă comună (figura 1.3.7-c), fapt ce susține apartenența sistemului de maclare observat la sistemul {332}<113>.



Fig. 1.3.7. Imagine suprapusă SEM-SE – SEM-EBSD pentru zona analizată / observat la ~ 900MPa (~1% deformație remanentă) (figura 1.3.5) – a; Profilul de dezorientare în zona analizată – b; Figurile de poli (332), (113) și (110) pentru zona analizată – c.

Pentru zona analizată, relația de orientare cristalografică grăunte – maclă este prezentată sub forma componentelor unghiulare $\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$ (în sistemul Bunge) în tabelul 1.3.2 și sub formă grafică în figura 1.3.8.

Tabel 1.3.2. Parametrii de orientare spațială, în sistemul de coordonate Bunge ($\varphi_1 - \Phi - \varphi_2$), pentru relația grăunte (matrix) – maclă (twin) (figura 1.3.7).

Punct analiză	1 grăunte (<i>matrix M</i>)	2 maclă (<i>twin T</i>)	3 grăunte (<i>matrix T</i>)
Euler φ ₁ [°]	311,2	219,7	310,5
Euler Φ[°]	40,8	43,1	40,6
Euler φ ₂ [°]	41,4	177,5	42,5

Analiza spațială a orientării relației grăunte – maclă (figura 1.3.8) confirmă observațiile rezultate în urma analizei figurilor de poli aferente axelor comune [332], [113] și [110] (figura 1.3.7-c) cu privire la orientarea acestora în raport cu sistemului de referință a probei (RD-TD-ND).

De asemnea, se observă că o dată cu creșterea tensiunii de solicitare, în același grăunte, se pot dezvolta macle secundare (figura 1.3.9). Astfel, la 956MPa (echivalent ~5% deformație remanentă) (figura

1.3.4) aproape toți grăunții prezintă zone maclate, uni dintre aceștia chiar zone cu macle primare și secundare. Analiza acestor grăunți arată că atât maclele primare (*twin variant* 1 - T1) cât și maclele secundare (*twin variant* 2 - T2) aparțin aceluiași sistem de maclare {332}<113>.



Fig. 1.3.8. Analiza profilului de dezorientare cristalografică pentru relația grăunte – maclă (figura 1.3.7-b și tabelul 1.3.2) în raport cu sistemul cristalografic de referință (Cx [100]; Cy [010]; Cz [001]) și sistemului de referință a probei (Sx [RD]; Sy [TD]; Sz [ND]).

Prin combinarea analizei CLS (*Coincident Site Lattice*) cu analizele GROD (*Grain Reference Orientation Deviation -* analiza deviației de orientare de la orientarea medie la nivel de grăunte) și KAM (*Kernel Average Misorientation -* analiza dezorientării locale la nivel de grăunte) se pot trage concluzii rapide cu privire la acomodarea solicitării/deformației prin mecanismele de alunecare și/sau maclare. Astfel, pentru nivelul de solicitare de 956MPa (echivalent ~5% deformație remanentă) (figura 1.3.4) se observă că maclele dezvoltate la nivelul grăuntelui sunt de tip {332}<113>, fiind caracterizate de limite grăunte-maclă de tip Σ 11 (figura 1.3.11-a), acomodând ce-a mai mare parte a solicitării (la nivelul maclelor parametrii GROD și KAM fiind minimi – figura 1.3.11-c și 1.3.11-d). De asemenea, se observă că zone din grăunte care acomodează deformarea prin alunecare (generare, deplasare și blocare de dislocații) (caracterizate de parametrul KAM maxim - figura 1.3.11-d) sunt situate spre periferia grăuntelui, acestea fiind minime ca dezvoltare.



Fig. 1.3.11. Imagine SEM-EBSD de tip IPF-Z (Inverse Pole Figure to Z axis) (a); limitele de grăunte de tip CSL (Coincident Site Lattice) Σ3 (unghi de rotație de ~60° în jurul axei [111]) – marcate cu albastru și Σ11 (unghi de rotație de ~50.3° în jurul axei [110]) – marcate cu roșu; imagine SEM-EBSD de tip GROD (Grain Reference Orientation Deviation) (c); imagine SEM-EBSD de tip KAM (Kernel Average Misorientation) (d); pentru zona analizată / observat la ~ 956MPa (~5% deformație remanentă).



Fig. 1.3.12. Imagine SEM-EBSD de tip IPF-Z de detaliu (figura 1.3.12) cu figurarea direcției de maclare <113> (marcate cu săgeată roșie) și a planului de maclare {332} (marcat cu verde) (a); Figurile de poli (332) și (113) pentru zona analizată (b); distribuția GROD (c); distribuția KAM pentru zona analizată (d).

O analiză detaliată a interiorului unui grăunte maclat (figura 1.3.12) arată că maclele dezvoltate aparțin sistemului/familiei {332}<113> (figura 1.3.12-b), existând o singură axă comună pentru grăunte –

maclă raportat la direcțiile/axele [332] și [113]. De asemenea, se observă că la nivelul maclelor parametrii GROD și KAM au valoarea minimă, arătând că acestea au rol de acomodare a solicitării. Daca se analizează parametrul SF (*Schmid factor*) pentru orientările specifice sistemului de maclare {332}<113> (tabelul 1.3.4) și ținând cont de faptul că direcția de solicitare este paralelă cu axa probei RD, se pot determina varianții activi ai sistemului de maclare. Pe baza valorilor parametrului SF se poate afirma că la nivelul grăuntelui analizat maclele dezvoltate (primare și/sau secundare) aparțin variantului ($23\overline{3}$)[$3\overline{11}$] (SF = 0,481), deoarece acesta are valoarea pozitivă maximă (solicitarea fiind de tracțiune).

Sistem	(2233)	(233)	(233)	(233)	(323)	(323)	(332)	(332)	(323)	(332)	(332)	(323)
{332}<113>	[311]	[311]	[311]	[311]	[1	[131]	[113]	[113]	[131]	[113]	[113]	[131]
SF	0,197	-0,285	-0,425	0,481	0,125	0,071	-0,030	0,224	-0,324	0,304	-0,074	-0,234

Tabel 1.3.4. Valorile parametrului SF (Schmid factor) pentru sistemul de maclare {332}<113> (figura 1.3.13).

1.4. Determinarea influenței intensității deformării la rece asupra activării alunecării/maclării în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe.

Pentru determinarea nivelului critic al intensității deformării la rece asupra activării alunecării/maclării în aliajul Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe, s-a recurs la o serie de deformări plastice la rece, prin laminare (figura 1.2.2), cu grade totale de deformare progresive de la 1% la 30%, conform schemei prezentate în tabelul 1.4.1. Analiza pentru determinarea influenței intensității deformării la rece pentru activarea alunecării/maclării a fost efectuată în planul definit de direcțiile RD – TD (figura 1.2.2).

Tabel 1.4.1. Parametrii deformării la rece pentru punerea în evidență a influenței intensității deformării la rece asupra activării alunecării/maclării în aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%).

Gradul total de deformare, $arepsilon$ (%)	1	3	5	10	15	20	25	30
Înălțime inițială probă, H₀ [mm]	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
Înălțime finală probă, H1 [mm]	1,98	1,94	1,90	1,80	1,70	1,60	1,50	1,40
Reducere aplicată, ∆h [mm]	0,02	0,06	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60



Fig. 1.4.1. Imagini SEM-EBSD (de tip Grain Boundary) pentru microstructura probelor deformate plastic cu grad total de deformare plastică la rece (CR) de $\varepsilon = 1\%$ (a); $\varepsilon = 3\%$ (b); $\varepsilon = 5\%$ (c); $\varepsilon = 10\%$ (d); $\varepsilon = 15\%$ (e); $\varepsilon = 20\%$ (f); $\varepsilon = 25\%$ (g); $\varepsilon = 30\%$ (h); cu limitele de grăunte de tip CSL (Coincident Site Lattice) $\Sigma3$ (unghi de rotație de ~60° în jurul axei [111]) – marcate cu albastru și $\Sigma11$ (unghi de rotație de ~50.3° în jurul axei [110]) – marcate cu roșu.

Analiza CLS (*Coincident Site Lattice*) a microstructurii probelor deformate plastic la rece prin laminare (figura 1.4.1) pentru limitele de grăunte de tip Σ 11 (caracteristică sistemului de maclare {332}<113>) și de tip Σ 3 (caracteristică sistemului de maclare {112}<111>), arată că maclarea în sistem {332}<113> este prezentă chiar de la un grad total de deformare de ε = 1% (figura 1.4.1-a). La un grad total de deformare de ε = 3% se

identifică primii grăunți în care sunt prezente macle primare și secundare aparținând aceluiași sistem de maclare {332}<113> (figura 1.4.1-b), iar la ε = 5% aproape în toți grăunții microstructurii fiind prezente macle (figura 1.4.1-c) cu limite de tip Σ 11.

Începând cu un grad total de deformare de ε = 10% (figura 1.4.1-d) se remarcă apariția unui fenomen de fragmentare a grăunților care prezintă o relație de orientare spațială, în raport cu direcția de solicitare, mai puțin favorabilă acomodării solicită prin alunecare/maclare (figura 1.4.1-d – 1.4.1-h). O altă observație care poate fi făcută este aceea că pentru grade totale de deformare mai mari de 10%-15% (figura 1.4.1-e -1.4.1-h) este posibilă dezvoltarea de macle aparținând altor sisteme de maclare, cum ar fi în sistemul {112}<111>, din cauza nivelului ridicat de solicitare și al cresterii deviației de orientare induse de aceasta.

Maclele induse de deformarea plastică prin laminare (la rece) aparțin cu precădere sistemului {332}<113>, fiind posibil de activat toți cei 12 varianți în funcție de relația de orientarea spațială dintre grăunte și direcția de aplicare a efortului de solicitare. De exemplu, pentru un grad total de deformare de ε = 1% (figura 1.4.3 și tabelul 1.4.2) un variant activ al sistemului de maclare {332}<113> este reprezentat de $(2\overline{3}\overline{3})[\overline{3}\overline{1}\overline{1}]$ pentru care este înregistrată valoare ce-a mai mare a parametrului SF (Schmid factor) = -0.487 (solicitarea fiind de compresiune). Odată cu cresterea gradului de deformare total aplicat, în acelasi grăunte pot exista varianți diferiți (primari și/sau secundari) aparținând aceluiași sistem de maclare {332}<113>, astfel, la un grad total de deformare de ε = 3% (figura 1.4.4 și tabelul 1.4.3) este detectată prezența variantului primar $(\overline{3}23)[1\overline{3}1]$ caracterizat de parametrul SF = -0.460 și a variantului secundar $(\overline{2}3\overline{3})[\overline{3}1]$ caracterizat de parametrul SF = -0.451.



Fig. 1.4.3. Imagine IPF-Z caracteristică pentru o zonă maclată în proba deformată plastic ε = 1% (variantul activ T -(233)[311])(a); Figurile de poli (332) și (113) (b); distribuția GROD (c); distribuția KAM pentru zona analizată (d).



Fig. 1.4.4. Imagine IPF-Z caracteristică pentru o zonă maclată în proba deformată plastic $\varepsilon = 3\%$ (varianții activi T1 -(323)[131] și T2 - (233)[311]) (a); Figurile de poli (332) și (113) (b); distribuția GROD (c); distribuția KAM pentru zona analizată (d).

Tuber 1.4.2. Vulonie parametrulai SF (Schinia Jactor) pentru sistemur de maciare (552)<1157 (jigura 1.4.5).												
Sistem	(2233)	(233)	(233)	(233)	(323)	(323)	(332)	(332)	(323)	(332)	(332)	(323)
{332}<113>	[311]	[311]	[311]	[311]	[1131]	[131]	[11]	[113]	[131]	[113]	[113]	[131]
SF	-0,234	0,050	-0,487	-0,349	0,047	0,319	0,154	0,112	-0,217	-0,264	0,422	0,001

Tabel 1.4.3. Valorile parametrului SF (Schmid factor) pentru sistemul de maclare {332}<113> (figura 1.4.4).												
Sistem	(2233)	(233)	(233)	(233)	(323)	(323)	(332)	(332)	(323)	(332)	(332)	(323)
{332}<113>	[311]	[311]	[311]	[311]	[1131]	[131]	[113]	[113]	[131]	[113]	[113]	[131]
SF	-0,451	0,012	-0,127	0,044	-0,116	0,009	0,239	-0,225	-0,460	0,231	0,391	0,021

Pentru grade totale mari de deformare ($\epsilon > 20\%$) pe baza analizei relației de orientare spațială a grăuntelui și direcției de aplicare a efortului de solicitare, cât și a analizei KAM, s-au putut determina sistemele de alunecare active la nivelul grăuntelui analizat. Este demonstrat că analiza KAM poate fi utilizată

ca un instrument pentru vizualizarea zonelor deformate prin alunecare (acumulări de dislocații) la nivelul grăunților. Astfel, pentru grăuntele analizat în figura 1.4.7 s-a determinat că pe lângă maclare (în sistem {332}<113>) acesta acomodează solicitarea și prin alunecare, fiind identificați doi varianți activi posibili. Primul, aparținând sistemului de alunecare {110}<111>, prin variantul ($\overline{1}01$)[$\overline{1}1\overline{1}$], iar cel de-al doilea, aparținând sistemului de alunecare {211}<11>, prin variantul ($\overline{2}11$)[$\overline{1}11$].



Fig. 1.4.7. Imagine IPF-Z caracteristică pentru un grăunte puternic deformat (ε > 20%) (a); distribuția GROD (b); distribuția KAM pentru zona analizată (c).

1.5. Determinarea influentei temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea I-a).

Pentru determinarea influenței temperaturii de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece, s-a recurs la o serie de tratamente termice de recristalizare efectuate pe probe de aliaj procesat TPM și deformat în prealabil la rece, prin laminare, cu un grad total de deformare de 60%.

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 (subpunctul 1.2), 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 recristalizare va rezulta o microstructura omogenă cu un număr cât mai mare de grăunți nou recristalizați. Temperatura tratamentului de recristalizare 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. Parametrii tratamentului termic sunt prezentați global în tabelul 1.5.1. Pe parcursul anului 2021 au fost investigate probele 1 - 5 (partea I-a) (tabelul 1.5.1) iar restul probelor vor fi investigate pe parcursul anului 2022 (partea a II-a).

Ducks	4	1	1		_	(7	0	0	40	4.4	40	40	4.4	4 -
ecristalizare asupra microstructurii aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%).															
Tabel 1.5.1. Paramet	trii tra	tament	ului te	ermic d	e recri	staliza	re pen	tru pui	nerea îi	n evide	ență a	influen	ței ter	nperat	urii de

Proba	1	2	3	4	5	0	/	ð	9	10	11	12	13	14	15
Temperatura de recristalizare, T (°)	700	720	740	760	780	800	820	840	860	880	900	920	940	960	980
Max. GROD: 9.84°	a ^{Max}	. GROD:	7.41°	b	Max. G	ROD: 9.8	34°	c	ax. GRO	D: 3.26°	c	Max.	GROD: 2	.64°	e



Fig. 1.5.1. Imagini SEM-EBSD de tip GB (Grain Boundary) cu distribuția de tip GROD (Grain Reference Orientation Deviation) pentru microstructura probelor recristalizate 30 min la: 700°C (a), 720°C (b), 740° (c), 760°C (d) și 780°C (e).

Aplicarea tratamentului termic de recristalizare la temperaturi de tratament cuprinse între 700°C și 780°C (cu durată de menținere constantă de 30min) și răcire în apă, are ca efect recristalizarea completă a microstructurii inițiale, microstructura generată fiind reprezentată de o singură faze (β -Ti), cu grăunți poliedrici echiacși (figura 1.5.1-a – 1.5.1-e). Analiza GROD a microstructurii în planul definit de direcțiile RD și TD (figura 1.5.1-a – 1.5.1-e) arată o dispersie maximă între aprox. 10° și 3° față de medie, indicând faptul că la nivelul microstructurii câmpul de tensiune/deformare reziduală scade o dată cu creșterea temperaturii tratamentului termic de recristalizare. Analiza texturală preliminară a microstructurii rezultate în urma aplicării tratamentului termic de recristalizare arată o puternică tendință de orientare preferențială a

grăunților recristalizați în raport cu direcțiile sistemului de referință al probei, indicând faptul că tratamentul termic de recristalizare induce un proces de texturare cristalografică. Astfel, pentru tratamentul termic de recristalizare efectuat la 700°C se constată existența unei fracții importante de grăunți având orientarea cristalografică <111> paralelă cu axa Z (figura 1.5.3-a). Această orientare preferențială a grăunților recristalizați este confirmată și de analiza figurilor de poli, care prezintă dispersia axelor cristalografice <110> (figura 1.5.3-b), <200> (figura 1.5.3-c) și <211> (figura 1.5.3-d) în raport cu direcțiile sistemului de referință al probei, unde se observă aceeași tendință de orientare preferențială.



Fig. 1.5.3. Imagine SEM-EBSD de tip IPF-Z (a), figura de poli (110) (b), figura de poli (200) (c) și figura de poli (211) (d) pentru microstructura recristalizată la temperatura de 700°C și durata de menținere de 30min.

1.6. Determinarea influentei duratei de menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece (partea I-a).

Pentru determinarea influenței duratei tratamentului de recristalizare asupra microstructurii aliajului Ti-Nb-Zr-Ta-Sn-Fe deformat la rece, s-a recurs la o serie de tratamente termice de recristalizare efectuate pe probe de aliaj procesat TPM și deformat în prealabil la rece, prin laminare, cu un grad total de deformare de 60%. Temperatura de recristalizare a fost stabilită pentru toate tratamentele, la 850°C. Durata tratamentului a variat în intervalul 2min - 30min, în trepte de 2min. Parametrii tratamentului termic sunt prezentați global în tabelul 1.5.2. Pe parcursul anului 2021 au fost investigate probele 1 - 5 (partea I-a) (tabelul 1.6.1) iar restul probelor vor fi investigate pe parcursul anului 2022 (partea a II-a).

Tabel 1.6.1. Parametrii tratame	entului termic de recristalizare	, pentru punerea în eviden	ță a influenței	duratei de							
menținere la recristalizare asupra microstructurii aliajul Ti-30Nb-12Zr-5Ta-2Sn-1.25Fe (wt.%).											

Proba	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Durata de menținere, t (min)	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	30

Aplicarea tratamentului termic de recristalizare la temperatura de tratament de 850°C cu durată de menținere cuprinsă între 2min și 10min și răcire în apă, are ca efect recristalizarea completă a microstructurii inițiale, microstructura generată fiind reprezentată de o singură faze (β -Ti), cu grăunți poliedrici echiacși (figura 1.6.1-a – 1.6.1-e). Analiza GROD a microstructurii în planul definit de direcțiile RD și TD (figura 1.6.1-a – 1.6.1-e) arată o dispersie maximă între aprox. 7° și 3° față de medie, indicând faptul că la nivelul microstructurii câmpul de tensiune/deformare reziduală scade o dată cu creșterea duratei tratamentului termic de recristalizare.



Fig. 1.6.1. Imagini SEM-EBSD de tip GB (Grain Boundary) cu distribuția de tip GROD (Grain Reference Orientation Deviation) pentru microstructura probelor recristalizate la 850°C: 2min (a), 4min (b), 6min (c), 8min (d) și 10min (e).