

Evoluzione della relazione cristallografica tra la fase α e la fase β in una lega Ti-6Al-4V compressa a 800°C

M. Cabibbo, A. Fabrizi, A. di Salvia, G. Quercetti

La relazione reciproca tra le due fasi costituenti la lega Ti-6Al-4V, α HCP e β BBC, è tale da avere, che in letteratura è nota come relazione d'orientamento di Burgers. La coerenza delle due fasi è controllata da questa reciproca relazione cristallografica. La perdita di coerenza tra le fasi durante la deformazione può provenire da un non parallelismo tra i due piani cristallografici di confine. Il presente lavoro illustra una caratterizzazione TEM dell'evoluzione lamellare di coerenza all'interfacciale α HCP / β BBC in una lega bifasica Ti-6Al-4V sottoposta a compressione a caldo a 800°C e velocità di deformazione di 10-3 s-1 e livelli di tensione $\epsilon = 0.29$, 0.69, e 1.20. La perdita di coerenza avviene ad una deformazione $\epsilon \geq 0.40$, accompagnata da una accelerazione della sferoidizzazione dinamica della microstruttura lamellare.

Parole chiave:

Titanio e leghe - deformazioni plastiche - caratterizzazione materiali - microscopia elettronica - prove meccaniche

INTRODUZIONE

Le leghe di titanio sono utilizzate in un'ampia varietà di applicazioni, in virtù della loro bassa densità e alto rapporto resistenza-peso. Il settore tecnologico e industriale aeronautico è quello nel quale la lega di titanio bifasica Ti-6Al-4V è più utilizzata. La lega consiste in una fase bcc β ed una fase lamellare α hcp. La microstruttura della lega dipende fortemente dai trattamenti termo-meccanici. Ciò è dovuto principalmente al polimorfismo della lega, che da un primo reticolo esagonale compatto (fase α) si trasforma in un reticolo cubico a corpo centrato (fase β) al di sopra di 882°C. Gli elementi β stabilizzanti, quali Mo, V, Cr, Fe, estendono l'area di esistenza β fino a raggiungere la temperatura ambiente, originando una vasta classe di leghe ingegneristiche di titanio bifasiche [1-3]. In particolare, la lega Ti-6Al-4V ha una eccellente combinazione di resistenza e tenacità, oltre ad una eccellente resistenza alla corrosione.

La tipica struttura della lega bifasica Ti-6Al-4V è costituita da lamelle di fase α che tagliano la matrice della fase β . Le lamelle α formano serie di bande all'interno dei grani β , o alternativamente una struttura chiamata di Widmanstätten. La formazione delle due fasi α e β durante il raffreddamento soddisfa il requisito minimo di energia attraverso una relazione specifica di orientamento (OR) tra le due fasi. Il rapporto reciproco tra le due strutture cristallografiche,

α HCP e β BBC, è stato per prima individuato da Burgers (e da allora conosciuto come relazione di orientazione, OR, di Burgers [4,5]), ed è come segue: $\{0001\}\alpha \parallel \{110\}\beta$; $\{11-20\}\alpha \parallel \{111\}\beta$. Il verificarsi di tale OR può essere considerato come presupposto per la formazione di un confine dell'interfase coerente o semi-coerente, che può essere virtualmente trasparente allo scorrimento di dislocazioni. Per esempio, Ambard et al. [6] hanno mostrato che l'elemento minimo di struttura a bassa deformazione, è costituito da una colonia di lamelle α piuttosto che da una singola lamella α .

La microstruttura lamellare non sempre garantisce requisiti meccanici e/o tecnologici soddisfacenti, per tale motivo una morfologia a fase globulare è desiderabile. La microstruttura lamellare bifase delle leghe di titanio non si trasforma in una struttura in forma globulare durante un semplice trattamento di ricottura (contrariamente a quanto accade per la perlite negli acciai). Tuttavia, è stato riportato da Semiatin et al. [7] che l'effetto combinato della temperatura e deformazione plastica ($\epsilon \approx 2-2.5$) induce la formazione di una microstruttura omogenea globulare. I meccanismi di globulizzazione sono governati da processi di diffusione, pertanto la cinetica di sferoidizzazione delle lamelle α dipende fortemente dall'energia di confine dell'interfase α/β , che è bassa in una matrice non-deformata, dove generalmente l'orientazione dell'interfase α/β è quella di Burgers e i relative confine cristallografici sono semi-coerenti [5,8]. Pertanto, la sferoidizzazione delle lamelle può essere favorita da lavorazioni a caldo nella zona di esistenza della fase α - β , che induce la conversione del carattere inizialmente semi-coerente dei confini in uno stato ad energia superiore e relativa non-coerenza degli stessi confini di fase [9-11].

Ad oggi, pochi dati sono stati pubblicati riguardo le modifiche delle OR di Burgers, a seguito di deformazione plastica [10-14].

M. Cabibbo, A. di Salvia, G. Quercetti

Dipartimento di Ingegneria Industriale e Scienze Matematiche (DIISM),
Università Politecnica delle Marche, 60131 - Ancona, Italia
Emails: m.cabibbo@univpm.it; g.quercetti@univpm.it;
a.disalvia@univpm.it

A. Fabrizi

Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali,
Università degli studi di Padova, Stradella S. Nicola, 3, I-36100 Vicenza

Pertanto, l'obiettivo del presente lavoro è stato quello di valutare le deviazioni dalla OR di Burgers dell'interfaccia α/β in una lega Ti-6Al-4V, rispetto al processo di sferoidizzazione lamellare α durante deformazione a 800 °C.

METODO

Per ottenere una valutazione statistica significativa degli angoli di confine di interfase, sono stati osservati tre differenti dischetti TEM ed un minimo di 5 diverse zone per dischetto. Sono state effettuate almeno 10 misurazioni per regione, attraverso i piani $(0001)\alpha // (110)\beta$, per un totale di 150 misurazioni differenti per ciascuna condizione sperimentale. Per determinare gli angoli di deviazione ai confini di interfase α/β , in ogni zona investigata, sono state registrate SAEDP di ognuna delle interfaci presenti. A tale scopo, i dischetti TEM sono stati inclinati di modo da mostrare la relazione cristallografica $(0001)\alpha // (110)\beta$. Sono stati determinati gli angoli tra la fase esagonale α e la fase cubica β utilizzando una conversione matriciale per ridurre i 4-indici che descrivono l'orientazione di un reticolo esagonale in una notazione a 3-indici, di modo da poter determinare l'angolo di deviazione rispetto al reticolo cubico β . L'angolo di deviazione corrispondente è stato quindi calcolato usando una matrice di rotazione. Una descrizione schematica di questa trasformazione cristallografica è descritta di seguito: La notazione a 4-indici del reticolo esagonale: (u_e, v_e, t_e, w_e) può essere ridotta ad una notazione a 3-indici come: $(u'_e = (u_e - t_e)/3, v'_e = (v_e - t_e)/3, w'_e = w_e/3)$, con una conversione a matrice da 4-indici a 3-indici:

$$\begin{pmatrix} 1 & 1/2 & 0 \\ 0 & \sqrt{3}/2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

che dà un asse di zona della fase α : Z.A. =

$$\begin{pmatrix} 1 & 1/2 & 0 \\ 0 & \sqrt{3}/2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_e \\ v_e \\ w_e \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_e/a_c & a_e/a_c & c_e/a_c \end{pmatrix} =$$

Z.A. α (u'_e, v'_e, w'_e) , e asse di zona della fase cubica β = Z.A. β (p_{ZA}, q_{ZA}, r_{ZA}) .

$$\theta = \frac{180}{\pi} \arccos \left[\frac{\left(\frac{p_e a_e w'_e}{a_c} + \frac{1}{2} \frac{q_e b_e v'_e}{a_c} + \frac{\sqrt{3}}{2} \frac{q_e b_e v'_e}{a_c} + \frac{r_e c_e w'_e}{a_c} \right)}{\sqrt{(p_e^2 + q_e^2 + r_e^2)} \sqrt{\left(\frac{a_e w'_e}{a_c} \right)^2 + \left(\frac{b_e v'_e}{a_c} \right)^2 + \left(\frac{c_e w'_e}{a_c} \right)^2}} \right]$$

Per quantificare la deviazione dalla OR di Burgers, sono stati seguiti due diversi metodi. Entrambi i metodi sono effettivamente basati sulla determinazione dell'angolo di scostamento rispetto alla relazione cristallografica $(0001)\alpha // (110)\beta$. Il primo metodo è basato sulla determinazione diretta del vettore normale al piano riflettente (secondo [17]). La procedura consiste nell'ottenere almeno due punti di diffrazione appartenenti a due diversi piani cristallografici, e quindi con diversi angoli goniometrici. Le possibili riflessioni semplici corrispondono al massimo di luminosità in campo scuro. Successivamente, viene generata una matrice d'orientamento che descrive ogni orientamento cristallino registrato. L'errore sperimentale associato

Fig. 1. a) Micrografia SEM della microstruttura nello stato iniziale non-deformato (lega trattata termicamente 15min/995°C, riscaldata 15min/1010°C, raffreddata in forno a 800°C, mantenuta 20 min, ed infine temprata in acqua). Le micrografie TEM, b) e c), mostrano la struttura delle lamelle α e un dettaglio dell'interfaccia α/β in cui sono visibili agglomerati di dislocazioni.

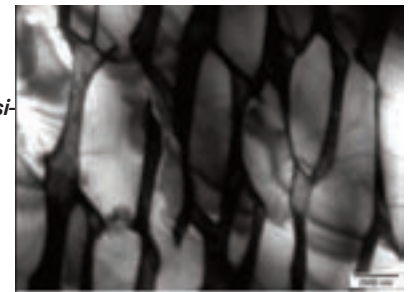
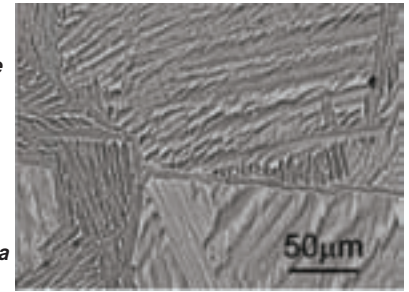
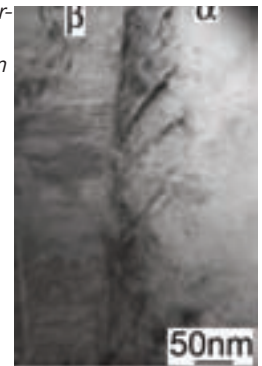


Fig. 1. a) SEM images showing the alloy microstructure at its undeformed status (the alloy was heat treated 15min at 995°C, furthermore heated 15min at 1010°C, followed by slow furnace cooling to 800°C, 20 min holding at this temperature, and finally water quenched). The TEM images, reported in b) and c), show the α lamellae and a higher-magnification detail of the α/β interface in which tangled dislocations are visible.



a questo metodo è di meno di 2 gradi di deviazione angolare. Il secondo metodo è basato sulla registrazione SAEDP per la determinazione dell'angolo tra l'OR cristallografica $(0001)\alpha // (100)\beta$ di riferimento e quella registrata dagli specifici bordi di interfase α/β . In questo caso, per ogni misura, ogni dischetto TEM è stato inclinato per mostrare la relazione cristallografica $(0001)\alpha // (100)\beta$ per poi registrare la deviazione angolare rispetto a questa OR cristallografica. Questi dati sono poi stati utilizzati quali valori di ingresso per la matrice di rotazione, utilizzando le notazioni di conversione e la matrice riportata in questo paragrafo. L'errore sperimentale associato a questo secondo metodo è di meno di 1 grado di deviazione angolare [15-19].

RISULTATI E DISCUSSIONE

MICROSTRUTTURA DELLA LEGA NON DEFORMATA

La microstruttura della lega trattata termicamente e temprata in acqua, consiste di colonie di fase α lamellari all'interno di grani di fase β (Fig. (1a)). Lo spessore lamellare medio è di 1.8 μm ; le dimensioni medie delle fasi α e β sono, rispettivamente, di 150 e 400 μm . Le indagini TEM della lega, nella condizione non deformata, hanno evidenziato una bassa densità di dislocazioni all'interno dei grani β e poche pareti di dislocazioni all'interno delle lamelle di fase α . Inoltre, la microstruttura della fase β è caratterizzata da una diffusa presenza di granuli di martensite di fase α (Fig. (1b)). Il contrasto di struttura osservato al TEM in corrispondenza delle interfacce in corrispondenza dell'interfase α/β , indica la presenza di agglomerati di

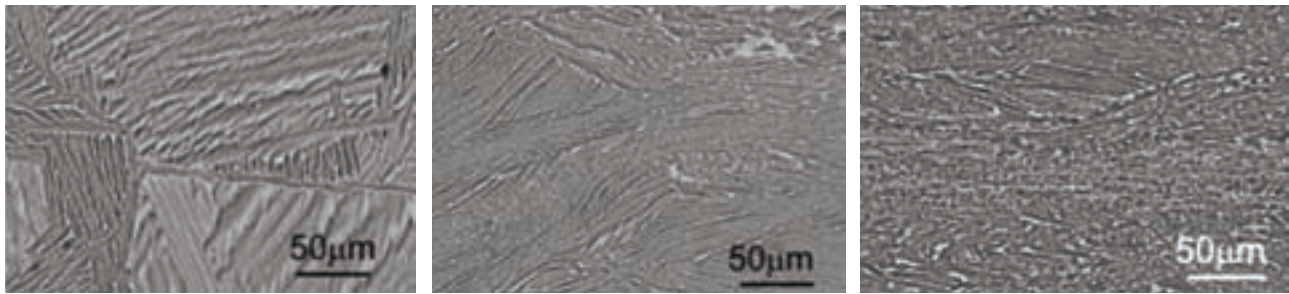


Fig. 2. Micrografie SEM di Ti-6Al-4V compressa a 800°C alla velocità di deformazione di 10⁻³ s⁻¹ e un deformazione vera media di a) 0.29, b) 0.69, e c) 1.20. L'asse di compressione è verticale dal basso verso l'alto. La fase α appare più scura, mentre la fase β è più chiara.

Fig. 2. SEM images of the 800°C compressed Ti-6Al-4V alloy for a strain rate of 10⁻³ s⁻¹ and accumulated strains of: a) 0.29, b) 0.69, e c) 1.20. The compression axis is vertical bottom-up. The β phases are the brighter islands, in a darker α phase alloy structure.

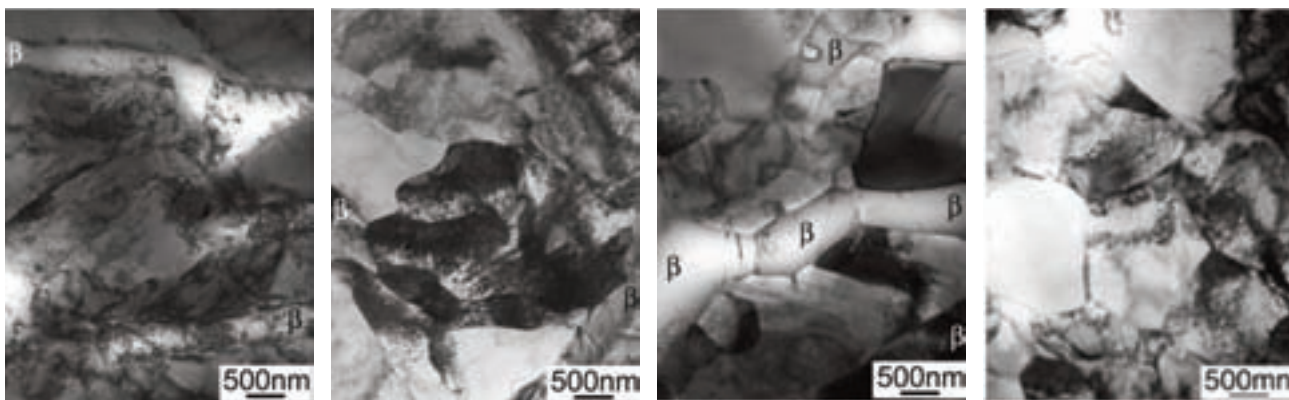


Fig. 3. Immagini TEM della microstruttura della lega Ti-6Al-4V dopo compressione a 800°C, per a) $\epsilon = 0.29$, b) $\epsilon = 0.69$, c) e d) $\epsilon = 1.2$. Asse di compressione: verticale dal basso verso l'alto.

Fig. 3. TEM images of the 800°C compressed Ti-6Al-4V at a) $\epsilon = 0.29$, b) $\epsilon = 0.69$, c) e d) $\epsilon = 1.2$. The compression axis is vertical bottom-up.

dislocazioni e un elevato livello di stress residuo, generato dal processo di laminazione a caldo (Fig. (1c)). In particolare, la Fig. (1c) mostra un fenomeno di rilassamento nella fase α in prossimità della interfaccia α/β. Lo stato di stress residuo nella fase β è pertanto attribuibile alla presenza diffusa delle particelle di rafforzamento della fase α che rispondono in maniera differente al trattamento di laminazione a caldo, rispetto al resto della matrice β all'interno della quale giacciono. D'altra parte, la distorsione reticolare nell'intorno dell'interfaccia di confine α/β, e gli agglomerati di dislocazioni osservati all'interno delle interfacce, difficilmente possono essere associati ad un confine coerente. La presenza delle frange di Moiré, in qualche regione dell'interfase, è associata infatti ad un accoppiamento cristallografico parziale, il che implica almeno un carattere semi-coerente dell'interfaccia α/β.

MODIFICHE MICROSTRUTTURALI DELLA LEGA A SEGUITO DELLA COMPRESSIONE A 800°C

L'evoluzione della microstruttura a seguito della compressione a 800°C è accompagnata da un allungamento dei grani β e dalla rotazione delle lamelle α nella direzione di flusso del metallo (Fig. 2). Il tasso di rotazione lamellare aumenta con la sollecitazione; dopo $\epsilon = 1.2$, quasi tutte le lamelle sono allineate lungo la direzione di flusso del metallo. Le lamelle α, inoltre, risultano fortemente frammentate. L'evoluzione microstrutturale della lega durante la deformazione è essenzialmente associata al processo di frammentazione delle lamelle α, che di fatto portano alla

sferoidizzazione delle lamelle stesse (Fig. 2 b,c) [7,11,20,21]. Ad una deformazione $\epsilon = 1.2$, la microstruttura è mista, e consiste di lamelle α e β orientate lungo la direzione di flusso del metallo e di particelle globulari α di $\sim 1.5 \mu\text{m}$ in diametro (Fig. 2c).

L'evoluzione microstrutturale durante la deformazione a 800°C è stata caratterizzata al TEM (Fig. (3)). Ad una deformazione di $\epsilon = 0.29$, alcune delle lamelle α e β sono risultate piegate (Fig. (3a)). La densità delle dislocazioni all'interno della fase α ha registrato un forte incremento rispetto alla condizione non-deformata. Inoltre, hanno cominciato a svilupparsi nella fase α, sub-grani di forma irregolare, oltre a confini di sottograno con ampi raggi di curvatura (bordi instabili). Al contrario, la fase β è caratterizzata da una matrice virtualmente libera da dislocazioni.

Ad una deformazione di $\epsilon = 0.69$ la quasi totalità delle lamelle α contiene sia confini a basso angolo che confini ad alto angolo (Fig. (3b)). La fase β appare a bande fortemente allungate, quasi nastriformi. I confini dell'interfaccia sono principalmente lineari, senza alcun segno di tensione interna significativa tra le due fasi adiacenti, il che potrebbe indicare perfetta corrispondenza cristallografica tra le due fasi e stabilità dei bordi stessi. Alla deformazione massima di $\epsilon = 1.2$, le lamelle α hanno subito parziale ricristallizzate con dimensioni medie di $1,3 \mu\text{m}$ (Fig. (3c,d)). Gli sferoidi di fase α presentano una bassa/moderata densità di dislocazioni e confini di fase leggermente curvi con un contrasto di bordo ben evidente (sintomo ancora una volta di bordi instabili); tuttavia, gli angoli diedrici alle giunzioni triple sono vicino all'equilibrio (cioè, quasi uguale a 120°). La

struttura della fase β è divisa in sottogranuli separati da confini trasversali ad alto angolo di disorientazione. Alcune regioni della fase β hanno evidenziato la presenza di particelle β quasi globulari. Una parte significativa delle due fasi, α e β , evolve per effetto di ricristallizzazione dinamica continua (CDRX), strutture evolutive, queste, tipiche delle leghe monofasiche [22]. In tali casi, la microstruttura della lega evolve di modo da formare pareti di dislocazioni e sottogranuli. Con l'accumulo della deformazione plastica, la disorientazione media dei confini a basso angolo aumenta a causa dell'assorbimento di dislocazioni reticolari. Nella fase finale si forma una struttura granulare ben definita. Tuttavia, nel caso di leghe di titanio bifasiche, con una microstruttura lamellare iniziale, la ricristallizzazione all'interno di ciascuna fase è solo il primo passo verso la sferoidizzazione. Uno degli effetti della CDRX è la formazione dei punti tripli instabili all'interfase di confine α/α o β/β . L'equilibrio tra le varie forze di tensione superficiale alla giunzione dell'interfase tripla porta ad un flusso diffusivo alla superficie d'interfase e la formazione di una parziale separazione (scollamento) dei confini α/β (il cosiddetto meccanismo di separazione del confine di fase). Il fenomeno di parziale scollamento del bordo di fase, che si verifica da entrambi i lati di una lamella α , porta a separare ed isolare frammenti di fase α [7,20,21,23]. Nello specifico, la CDRX sembra svolgere un ruolo importante per la frammentazione di entrambe le fasi. Dal momento che la diffusività lungo l'interfase dipende fortemente dall'energia dei confini di fase [24], la cinetica del processo di sferoidizzazione aumenta quando l'interfase di confine perde la sua coerenza. Sulla base dei risultati sperimentali e teorici, questo approccio è stato seguito per lo studio dell'evoluzione dall'OR di Burgers dei confini all'interfaccia α/β , con la deformazione plastica imposta. I risultati di questa analisi sono oggetto del successivo paragrafo del presente lavoro.

EVOLUZIONE DELL'OR DI BURGERS CON LA COMPRESSIONE A 800°C

Un confine d'interfase coerente è definito come un confine tra due fasi in cui i piani di una fase si trasformano in piani dell'altra fase con continuità (reticoli congiunti). La coniugazione dei reticoli delle due fasi (supponendo la spaziatura interatomica di tali fasi sempre diversa) può essere raggiunta mediante deformazione elastica [6,11]. L'aumento del disallineamento tra i reticoli di fase, ovviamente, aumenta l'energia del confine d'interfase e, a partire da un certo stadio, non possono essere accomodati solamente da deformazione elastica. In tali casi, altri due meccanismi di adattamento sono stati proposti: (i) da serie dislocazioni mutualmente perpendicolari che giacciono nel piano del confine [25,26] o (ii) da bande allungate di fasi α o β [27-29]. Pertanto, se i parametri reticolari di entrambe le fasi sono vicini tra loro e le zone coerenti di confine sono abbastanza lunghe, il confine di interfase può essere considerato come semi-coerente. Una diminuzione nella lunghezza delle zone coerenti, dovuta a mancata corrispondenza tra i reticoli cristallini delle due fasi, porta ad una diminuzione del livello di coerenza e un aumento nell'energia di confine. Così, l'energia di confine può essere considerata come un criterio di coerenza: più alti livelli di energia corrispondono ad una minore coerenza del confine di interfase [10].

Le relazioni cristallografiche delle due fasi, α e β , nelle leghe di titanio, sono ben definite [30-34]. Sulla base dei dati reperibili in letteratura [31], per citarne uno, la relazione tra i piani e le direzioni delle fasi α e β è la seguente:

1. Secondo l'OR di Burgers, la faccia laterale della lamella α è formata da piani $(0001)_\alpha \parallel (110)_\beta$ e le direzioni dei reticoli α e β sono correlate come: $[\bar{1}100]_\alpha \parallel [\bar{1}12]_\beta$ e $[1\bar{1}20]_\alpha \parallel [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta$.

2. La superficie più larga della lamella α ha un piano di giacenza irrazionale, prossimo a $(11\bar{1}540)_\alpha \parallel (11\bar{1}\bar{1}13)_\beta$. Questo piano di giacenza risulta dall'arrangiamento uniforme della struttura a spigolo che procede lungo la direzione $\sim[335]\beta$ con terrazzamenti $(\bar{1}100)_\alpha \parallel (\bar{1}12)_\beta$ [30-32]

3. La sezione lungo la direzione di crescita è circa $(197\bar{2}60)_\alpha \parallel (335)_\beta$.

La stima dell'energia delle interfacce a gradini è stata fatta da Van derMerwe e suoi collaboratori in diversi lavori pubblicati [25,29,35-37]. L'approccio di Van derMerwe è stato ripreso per questa stessa lega di titanio da Zhrebstov et al. [10] ed applicato al caso specifico dell'interfaccia α/β . Zhrebstov et al. [10] hanno trovato che l'energia dell'interfase semi-coerente $E_z = E_{x_s} + E_{y_s} = 0.051 \text{ J/m}^2$, dove, E_{x_s} e E_{y_s} sono, rispettivamente, l'energia di un confine d'interfase a gradini, lungo le due direzioni ortogonali, x e y , ed è l'energia del disallineamento planare attribuita a una sequenza di convenzionali dislocazioni di misfit nella direzione perpendicolare alla direzione di crescita. Per quanto riguarda l'evoluzione del confine dell'interfase inizialmente semi-coerente durante la deformazione, diverse analisi precedenti (per esempio in [32]) hanno mostrato che i bordi di interfase semi-coerente di confine α/β vengono attraversati da dislocazioni mosse da scorrimento viscoso, rendendo così il comportamento delle colonie $\alpha + \beta$ simili a grani, almeno nelle prime fasi della deformazione. Tuttavia, a causa dell'interazione tra confini e dislocazioni, durante la deformazione, aumenta l'energia di interfase dei bordi di interfase (e contemporaneamente se ne deteriora la coerenza). In effetti, la faccia larga della lamella α (formata dalla agglomerazione uniforme dei bordi strutturali, i quali procedono lungo la direzione $\sim[335]\beta$ con terrazzamenti lungo la direzione cristallografica $(\bar{1}100)_\alpha \parallel (\bar{1}12)_\beta$ ha la più bassa energia [10] e, di conseguenza, la superficie più grande di confine è quella che evolve più velocemente sotto l'effetto della deformazione imposta. Ogni cambiamento cristallografico del confine di interfase α/β durante la deformazione, è associata alla formazione di bande di dislocazioni lungo il piano di confine, con conseguente aumento di energia e perdita di coerenza lungo tale piano cristallografico specifico.

Pertanto, l'incremento dell'energia di interfase, per piccoli livelli di deformazione, può essere determinato mediante la relazione che descrive l'energia dei bordi a basso angolo di disorientazione in una lega monofasica. L'energia a bordo grano in funzione dell'angolo di disorientazione è stata determinata da Van derMerwe [25] e Read e Shockley [35], e può essere espressa come, Eq. (1):

$$E_d = \frac{\mu b \theta}{4\pi(1-\nu)} \left(\ln \frac{\chi}{2\pi\theta} + 1 \right) \quad (1)$$

dove b è il vettore di Burgers, θ è la disorientazione media delle dislocazioni del bordo di interfase (in radianti), $\chi = b/r_0$ è un parametro relativo al nucleo delle dislocazioni, r_0 è la dimensione laterale del fascio delle dislocazioni che costituiscono il bordo di interfase, il cui valore è generalmente nell'intervallo 1 - 3 nm [36-38]. Nel presente lavoro, questo parametro è stato assunto pari a 1.5 nm.

Si può presumere che la deviazione dall'OR di Burgers all'interfaccia α/β , durante la deformazione è il risultato della formazione di bande di dislocazioni nel piano del confine. Quindi, l'angolo di disorientazione può essere espresso da, Eq. (2):

$$\theta = K\varepsilon \quad (2)$$

dove K è una costante dipendente dalle specifiche condizioni di deformazione, e stima il valore di misorientation delle dislocazioni durante la deformazione imposta. Per le leghe bifasiche K descrive la deviazione dall'OR di Burgers a seguito della deformazione plastica.

Combinando le equazioni (1) e (2), E_d può essere espressa come, Eq. (3):

$$E_d = \frac{\mu b K \varepsilon}{1 - \nu} \left(\ln \frac{\tau}{2\pi K \varepsilon} + 1 \right) \quad (3)$$

Il coefficiente K può variare in un ampio intervallo. Nel caso di deformazione a freddo di rame commercialmente puro [39] e di acciaio inossidabile [40], $K \sim 0.1$; nel caso di laminazione a caldo di acciai inossidabili, un incremento della temperatura di deformazione porta ad incrementi di K fino a 0.21 [41], e persino fino a 0.7, a seguito di deformazione super-plastica di leghe di alluminio [42]. Sperimentalmente, ogni deviazione dall'OR di Burgers all'interfaccia α/β è stata quantitativamente valutata misurando l'angolo esistente fra i vettori normali ai piani cristallografici $(0001)_\alpha$ e $(110)_\beta$, che, secondo la relazione di orientazione di Burgers, deve essere parallelo per interfacce pienamente coerenti.

La Fig. (4) mostra un esempio di determinazione di orientazione cristallografica, ottenute al TEM mediante SAEDP, tra le fasi α e β , per $\varepsilon = 0.29$, e $\varepsilon = 1.20$. A causa della natura eterogenea

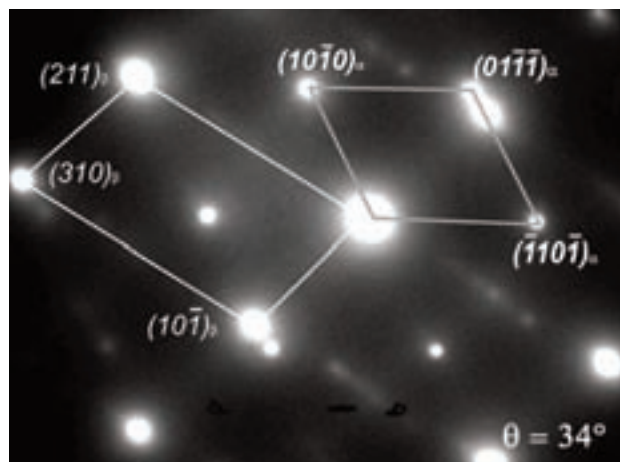


Fig. 4. a) TEM SAEDP all'interfaccia α/β nelle condizioni a) $\varepsilon = 0.29$, e b) $\varepsilon = 1.20$.

Fig. 4. a) Representative TEM SAEDP recorded at α/β interface: a) $\varepsilon = 0.29$, e b) $\varepsilon = 1.20$.

della deformazione, zone diverse della lega sono state di fatto sottoposte ad una diversa quantità di flusso plastico, che pertanto è responsabile della generazione di una diversa deviazione angolare e un conseguente ampliamento dell'errore sperimentale associato alle misure medie di deviazione angolare dei bordi di interfase α/β .

La modesta deviazione dall'OR di Burgers, nella lega non-deformata (valore medio di $(7 \pm 4)^\circ$) può essere associato ad uno stato di non-equilibrio della microstruttura. In realtà, la tempra in acqua ha indotto uno stato metastabile della matrice β e la

Angoli medi di disorientazione, θ , all'interfaccia α/β rispetto l'OR di Burgers:															$\langle \theta \rangle$	$\langle \theta \rangle$			
$(0001)_\alpha^{HCP} \parallel (110)_\beta^{BCC}$															o	o			
															media	tutti			
	$\langle \theta \rangle$ per regione (dischetto 1)					$\langle \theta \rangle$ per regione (dischetto 2)					$\langle \theta \rangle$ per regione (dischetto 3)								
non-def.	4.5	7.4	3.8	8.1	10.4	5.8	7.3	11.8	2.5	9.3	7.9	8.4	7.3	9.3	8.8	6.8	7.3	8.3	7±4
800°C / $\varepsilon = 0.29$	6.8	11.8	14.7	16.1	17.5	11.4	8.9	7.9	15.7	16.9	14.4	15.8	14.2	16.3	12.5	13.4	12.2	14.6	
800°C / $\varepsilon = 0.69$	19.5	23.9	26.2	28.5	22.6	26.8	27.5	24.2	20.5	29.4	31.5	34.7	24.1	22.7	21.9	24.1	25.7	27	26±8
800°C / $\varepsilon = 1.20$	18.4	22.5	26.8	39.7	44.7	27.3	38.5	47.6	41.2	23.6	34.8	22.6	41.8	37.3	33.6	30.4	35.6	34	

Tabella 1. Angolo di deviazione media dell'interfaccia α/β dall'OR di Burgers: $(0001)_\alpha^{HCP}$ e $(110)_\beta^{BCC}$ relativi alla condizione della lega non-deformata, compressa a 800°C/ $\varepsilon = 0.29$, $\varepsilon = 0.69$, e $\varepsilon = 1.20$.

I dati si riferiscono a tutte le 5 differenti regioni TEM investigate in ciascuno dei tre dischetti TEM. L'ultima colonna riporta i valori di deviazione angolare media considerando tutte le regioni ispezionate al TEM.

Table 1. Angular deviation of the α/β interface with respect to the Burgers OR: $(0001)_\alpha^{HCP}$ e $(110)_\beta^{BCC}$, in the experimental conditions of compression at 800°C/ $\varepsilon = 0.29$, $\varepsilon = 0.69$, $\varepsilon = 1.20$. Data reported in this table refer to all the 5 different TEM specimen regions that were inspected in each of the 3 TEM-disks prepared and characterized. Last table column lists the mean angular deviation of all the 15 different inspected regions per every experimental condition.

formazione di fasi di martensite all'interno dei grani β , come mostrato nella Fig. (1b). Entrambi questi fattori sono responsabili della distorsione del reticolo β e, di conseguenza, della deviazione angolare all'interfaccia α/β . In altri casi, un raffreddamento della lega più lento e da una temperatura inferiore (600°C), e quindi da una regione monofase β , non hanno indotto alcuno scostamento significativo dall'OR di Burgers (si veda Mironov et al. [12]).

Inoltre, parte di questa piccola deviazione cristallografica dall'OR di Burgers può essere attribuita alla preparazione delle lamine TEM, che potrebbe introdurre sforzi locali, con conseguente introduzione di piccole deviazioni nel rapporto di orientazione alle interfacce α/β .

La Tabella 1 riporta i risultati ottenuti mediante SAEDP e analisi quantitativa secondo le relazioni di cui alle Eq. (2) e (3). La tabella mostra che, ad $\epsilon = 0.29$, almeno la metà della popolazione dell'angolo di deviazione dei confinidi di interfaccia è ad alto angolo (ovvero $\theta > 15^\circ$). Inoltre, per $\epsilon = 0.69$, la quasi totalità delle disorientazioni a bordo di interfase è ad alto angolo. Al livello di deformazione massimo raggiunto, $\epsilon = 1.20$, la distribuzione angolare delle interfacce è decisamente più dispersa, ma con carattere decisamente ad alto angolo (molte con $\theta > 30^\circ$).

La Fig. (5) riporta un grafico della media di deviazione d'interfaccia $(0001)\alpha \parallel (110)\beta$ con la deformazione. La deviazione è stata determinata interpolando i dati riportati per la pendenza media, minima e massima, K. Si è riscontrato che il valore di deviazione è $(0.38 \pm 0.04)^\circ$ (migliore interpolazione lineare dei dati). Tuttavia, i dati potrebbero essere meglio interpolati mediante una curva di crescita ad S (Fig. (5)). In questo caso, tre differenti valori di deviazione possono essere individuati. Ai livelli di deformazione bassi ($\epsilon < 0.29$) l'angolo medio di deviazione dall'OR di Burgers, aumenta progressivamente per raggiungere il valore massimo coincidente con il valore ottenuto mediante interpolazione lineare, $K = 0.38$ ($\epsilon = 0.29$). Alle deformazioni intermedie ($0.29 < \epsilon < 0.69$) il valore di deviazione può essere considerato lineare e quasi il doppio del valore di deviazione del campo di deformazione precedente. La terza parte della curva di crescita sigmoidale, può essere descritta come un livellamento progressivamente regolare del tasso di deviazione angolare, che è così molto basso intorno alla deformazione massima di $\epsilon = 1.20$.

Per quantificare la velocità di deviazione dall'OR di Burgers è stato utilizzato il valore medio $K = 0,38$ e sostituito nell'Eq. (2). Pertanto, la dipendenza dall'energia di confine dell'interfase è stata determinata e riportata in funzione della deformazione plastica (Fig. (6a)). L'energia di confine di interfase cresce rapidamente nelle prime fasi della deformazione, raggiungendo il valore massimo ad una deformazione $\epsilon \approx 0,6$ (corrispondente al ~45% di riduzione dell'altezza). Questo valore, come mostrato in Fig. (6a), può essere considerato un limite di saturazione e quindi, si prevede che un'ulteriore deformazione non induca alcun incremento significativo della deviazione angolare media all'interfaccia α/β . Ciò significa che, anche se le interfacce sono coerenti e semi-coerenti nella condizione iniziale (lega non-deformata) mutano velocemente in non-coerenti con la deformazione plastica imposta.

La Fig. 6(b) mostra il processo di sferoidizzazione delle lamelle α quantificato da misurazioni microstrutturali al SEM. Si vede chiaramente, che il tasso di sferoidizzazione aumenta notevolmente dopo $\epsilon = 0.69$, quando le interfacce diventano non coerenti. Sulla base di questi risultati, si può affermare che le interfacce α/β sono coerenti o semi-coerenti nella condizione iniziale, per poi trasformarsi in non-coerente, già dopo una deformazione di

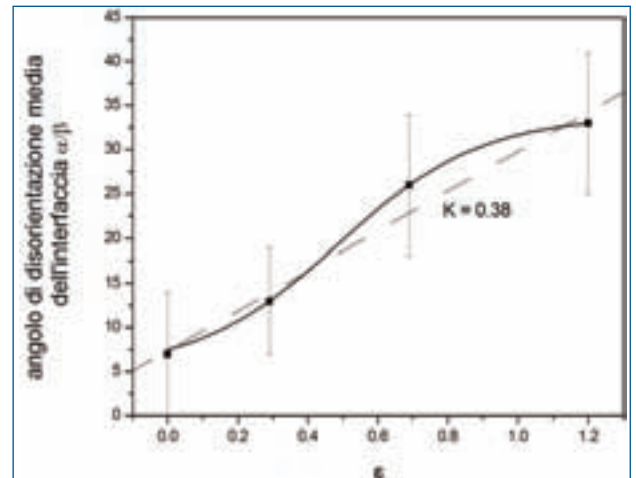


Fig. 5. Pendenza K (Eq.(2)) con interpolazione lineare ($= 0,38 \pm 0,04^\circ$), e andamento di K mediante una interpolazione di crescita angolare sigmoidale.

Fig. 5. mean α/β interface misorientation as a function of strain; linear interpolation (dotted line) whose slope $K = (0,38 \pm 0,04)^\circ$; sigmoid-like interpolation showing saturation of misorientation rise with strain.

$\epsilon \geq 0,4$ ($\theta > 15^\circ$). La transizione da semi-coerenza a totale non-coerenza si verifica per una riduzione di spessore di 40-45%, che è in buon accordo con altri studi precedentemente pubblicati [10-12]. Questo valore di transizione può essere considerato un limite di saturazione e quindi, ulteriore deformazione non induce alcun incremento significativo della deviazione angolare di interfaccia α/β rispetto all'OR di Burgers.

L'energia di interfase raggiunge livelli tipici di interfase non-coerente per $\epsilon = 0.49-0.51$, che corrisponde al valore di scostamento massimo di deviazione d'interfase dall'OR di Burgers, come mostrato in Fig. (5) utilizzando una funzione di interpolazione sigmoidale.

Inoltre, lo stato deformativo microstrutturale nelle fasi iniziali di deformazione è piuttosto uniforme all'interno di ogni colonia di fase α . Tuttavia, poiché i sistemi di scorrimento nella fase α vengono attivati a deformazioni crescenti, le dislocazioni residue vengono accumulate in corrispondenza dell'interfaccia, contribuendo così alla perdita di coerenza e scostamento dall'OR di Burgers.

La perdita di coerenza di fatto ostacola l'attivazione del movimento di scorrimento delle dislocazioni in corrispondenza delle interfacce non-coerenti α/β , generando così processi di deformazione differenziata tra la fase α e la fase β . Questo aspetto microstrutturale è responsabile dell'accelerazione del processo di sferoidizzazione di entrambe le fasi, α e β . Inoltre, le diverse proprietà plastiche delle fasi α e β possono portare a deformazioni eterogenee tra le due fasi, con il risultato netto che la semi-coerenza si perde rapidamente nell'intervallo di riduzione d'altezza da 25 a 50 % ($\epsilon = 0.29 - 0.69$). La deformazione favorisce la formazione di confini trasversali all'interno delle lamelle α , ed aumenta anche la deviazione angolare tra segmenti di una stessa lamella a seguito di accumulo di dislocazioni all'interfaccia α/β , che quindi porta a una spiccata sferoidizzazione della fase α , prima, e della fase β , poi (ovvero con l'aumento della deformazione) (Fig. (6a)).

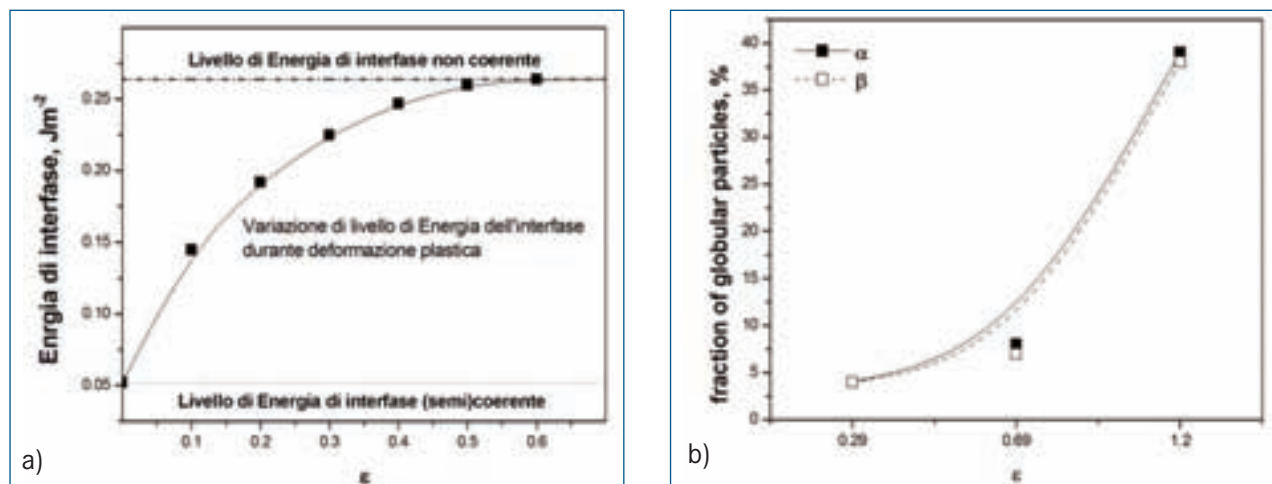


Fig. 6. a) Energia dei confini di interfase α/β , e b) frazione di globularizzazione in funzione della compressione a $800^{\circ}C$.

Fig. 6. a) α/β interface boundary energy evolution with strain, b) α/β lamellae globularization fraction as a function of the compressive strain

CONCLUSIONI

Il presente lavoro illustra una caratterizzazione microstrutturale dello stato di coerenza all'interfaccia α/β in una lega Ti-6Al-4V sottoposta a compressione a $800^{\circ}C/10^{-3}s^{-1}$ e deformazione vera di $\epsilon = 0.29, 0.69$, e 1.20 . Le deviazioni dall'orientazione cristallografica di Burgers: $\{0001\}_{\alpha} \parallel \{110\}_{\beta}$ e $\{11\bar{2}0\}_{\alpha} \parallel \{111\}_{\beta}$ sono state valutate con analisi al TEM mediante SAEDP. Si è trovato che la coerenza dell'interfase α/β viene persa per deformazioni $\epsilon \geq 0.40$. Ad una deformazione di $\epsilon = 0.29$, le interfacce sono prevalentemente semi-coerenti e almeno la metà della popolazione della deviazione angolare dall'orientazione di Burgers ha un carattere di bordo ad alto angolo. Ad $\epsilon = 0.69$, le interfacce sono essenzialmente non-coerenti e la quasi totalità degli angoli di deviazione hanno disorientazione ben al di sopra dei 15° (confini ad alto angolo). L'energia di confine d'interfase aumenta rapidamente nelle fasi iniziali di deformazione, raggiungendo il valore massimo ad una deformazione $\epsilon \approx 0.5$, dove viene raggiunto un limite di saturazione. La perdita di coerenza è associata ad una intensificazione del processo di sferoidizzazione dinamica della microstruttura lamellare (sia della fase α che della fase β).

RINGRAZIAMENTI

Gli autori desiderano ringraziare il Sig. Ciccarelli per il suo prezioso supporto nella preparazione dei campioni di compressione.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

[1] DONACHIE Jr MJ., Titanium: A technical guide, ASM International, Metals Park, OH 44073, USA, 1989.
 [2] BIELER TR, Trevino RM, Zeng L., Alloys: Titanium, encyclopedia of condensed matter physics, Elsevier, 2005.
 [3] LÜTJERING G., Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha+\beta$) titanium alloys. Mater Sci Eng A 1998;243:32-45.
 [4] McHARGUE CJ., The crystallography of the titanium transformation. Acta Cryst 1953;6:529-40.
 [5] DAHMEN U., Orientation relationships in precipitation systems. Acta Metall 1982;30:63-73.
 [6] AMBARD A, GUETAZ L, LOUCHET F, GUICHARD D., Role of interphases in the deformation mechanisms of an α/β titanium

alloy at 20 K. Mater Sci Eng A 2001;319-321:404-8.

[7] SEMIATIN SL, SEETHSRAMAN V, WEISS I., Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure. Mater Sci Eng A 1999;263:257-71.

[8] Furuwara T, Takagi S, Watanabe H, Maki T., Crystallography of grain boundary α precipitates in a β titanium alloy. Metall Mater Trans 1996;A27:1635-46.

[9] MAZURSKI MI, SALISHCHEV GA., Effect of interface anisotropy on the thermal stability and transformation of lamellar structures. Phys Stat Sol B 1995;188:653-8.

[10] ZHEREBTSOV S, SALISHCHEV G, SEMIATIN SL., Loss of coherency of the alpha/beta interface boundary in titanium alloys during deformation. Phil Mag Lett 2010;90:903-14.

[11] ZHEREBTSOV S, MIRONOV S, MURZINOVA M, SALISHCHEV S, SEMIATIN SL., Mechanical behaviour and microstructure evolution of severely deformed two-phase titanium alloys. Mater Sci Forum 2008;584-586:771-6.

[12] MIRONOV S, MURZINOVA M, ZHEREBTSOV S, SALISHCHEV GA, SEMIATIN SL., Microstructure evolution during warm working of Ti-6Al-4V with a colony- α microstructure. Acta Mater 2009;57:2470-81.

[13] DING R, GUO ZX., Microstructural evolution of a Ti-6Al-4V alloy during β -phase processing: experimental and simulative investigations. Mater Sci Eng A 2004;365:172-9.

[14] ZENG L, BIELER TR., Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic texture of α , α' , α'' and β phases in Ti-6Al-4V wire. Mater Sci Eng A 2005;392:403-14.

[15] WILLIAMS DB, CARTER CB., Transmission electron microscopy, Diffraction II, Kluwer academic, Plenum Press, 233 Spring Str., New York, NY 10013-1578, USA, 1996.

[16] CABIBBO M, ZHEREBTSOV S, MIRONOV S, SALISHCHEV G., Loss of coherency and interphase α/β angular deviation from the Burgers orientation relationship in a Ti-6Al-4V alloy compressed at $800^{\circ}C$. J Mater Sci; Published on-line 11 Sept 2012; DOI 10.1007/s10853-012-6842-z.

[17] VALIEV RZ, VERGAZOV AN, GERTSMAN VY., Crystallographic analysis of intercrystalline boundaries in the practice of electron microscopy, Nauka Pub., Moscow, 1991, 232.

[18] CZYRSKA-FILEMONOWICZ A, BUFFAT PA., Characterisation of phases in nanostructured, multilayered titanium alloys by analytical and high-resolution electron microscopy. Micron 2009;40:15-21.

[19] CABIBBO M, BLUM W, EVANGELISTA E, KASSNER ME, MEYERS MA., Transmission electron microscopy study of strain-induced low- and high-angle boundary development in equal-channel angular-pressed commercially pure aluminum. Metall Mater Trans 2008;39A:181-9.

[20] SEMIATIN SL, FURRER DU., Modeling of microstructure evolution during the thermomechanical processing of titanium alloys. In: Semiatin SL, Furrer DU, editors, ASM Handbook, 22. Fundamentals of Modeling for Metals Pro-

cessing. Materials Park, OH, ASM International, 2009.

[21] ZHERBTSOV S, MURZINOVA M, SALISHCHEV G, SEMIATIN SL., Spheroidization of the lamellar microstructure in Ti-6Al-4V alloy during warm deformation and annealing. *Acta Mater* 2011;51:4138-50.

[22] HUMPHREYS F, HATHERLY M., Recrystallization and related annealing phenomena, 2nd. ed., Elsevier, Oxford, UK, 2004.

[23] MULLINS WW., Theory of thermal grooving. *J Appl Phys* 1957;28:333-51.

[24] HERZIG C, MISHIN Y., Grain boundary diffusion in metals. In: Heitjans P, Karger J, editors, *Diffusion in condensed matter*. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2005.

[25] VAN DER MERWE JH. On the stresses and energies associated with intercrystalline boundaries. *Proc Phys Soc A* 1950;63:616-37.

[26] LIEBMANN WK, MILLER EA., Preparation, phase-boundary energies, and thermoelectric properties of InSb-Sb eutectic alloys with ordered microstructures. *J Appl Phys* 1963;34:2653-62.

[27] HALL MG, AARONSON HI, KINSMAN KR., The structure of nearly coherent fcc:bcc boundaries in a Cu-Cr alloy. *Surf Sci* 1972;31:257-74.

[28] RIGSBEE JM, AARONSON HI., A computer modeling study of partially coherent f.c.c.:b.c.c. boundaries. *Acta Metall* 1979;27:351-63.

[29] VAN DER MERWE JH, SHIFLET GJ, STOOP PM., Structural ledges in interphase boundaries. *Metall Mater Trans* 1991;22A:1165-75.

[30] FURUHARA T, LEE HJ, MENON ESK, AARONSON HI., Interphase boundary structures associated with diffusional phase transformations in Ti-base alloys. *Metall Mater Trans* 1990;21A:1627-43.

[31] FURUHARA T, OGAWA T, MAKI T., Atomic structure of interphase boundary of an α precipitate plate in a β Ti-Cr alloy. *Phil Mag Lett* 1995;72:175-83.

[32] SURI S, VISWANATHAN GB, NEERAJ T, Hou D-H, Mills MJ., Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-

colony crystals of an α/β titanium alloy. *Acta Mater* 1999;47:1019-34.

[33] BHATTACHARYA D, VISWANATHAN GB, DENKENBERGER R, FURRER D, FRASER HL., The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy. *Acta Mater* 2003;51:4679-91.

[34] FURUHARA T, TAKAGI S, WATANABE H, MAKI T., Crystallography of grain boundary α precipitates in a β titanium alloy. *Metall Mater Trans* 1996;27A:1635-46.

[35] READ WT, SHOCKLEY W., Dislocation models of crystal grain boundaries. *Phys Rev* 1950;78:275-89.

[36] MICHLER J, VON KAENEL Y, STIEGLER J, BLANK E., Complementary application of electron microscopy and micro-Raman spectroscopy for microstructure, stress, and bonding defect investigation of heteroepitaxial chemical vapor deposited diamond films. *J Appl Phys* 1998;83:187-97.

[37] HIRTH JP, LOTHE J., Theory of dislocations, second ed., Wiley, New York, 1982.

[38] BELYAKOV A, GAO W, MIURA H, SAKAI T., Microstructure evolution in ferritic stainless steels during large strain deformation. *Metall Mater Trans* 1998;29A:2957-68.

[39] BELYAKOV A, SAKAI T, MIURA H, TSUZAKI K., Grain refinement in copper under large strain deformation. *Phil Mag A* 2001;81:2629-43.

[40] BELYAKOV A, KIMURA Y, TSUZAKI K., On Structural mechanism of continuous recrystallization in ferritic stainless steel after large strain processing. *Mater Sci Forum* 2006;503-504:323-8.

[41] TSUZAKI K, HUANG X, MAKI T., Mechanism of dynamic continuous recrystallization during superplastic deformation in a microduplex stainless steel. *Acta Mater* 1996;44:4491-9.

[42] LIU Q, HUANG X, YAO M, YANG J., On deformation-induced continuous recrystallization in a superplastic Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy. *Acta Metall Mater* 1992;40:1753-62.

On the crystallographic relationship between α and β phases of a Ti-6Al-4V compressed 800°C

Keyword: *Ti-6Al-4V, compression hot-deformation, alfa-beta spheroidization; TEM.*

The mutual relationship between phases in two phase titanium alloys, α HCP and β BCC, is such to have: $\{0001\}\alpha \parallel \{110\}\beta$ e $\{11-20\}\alpha \parallel \{111\}\beta$, which in literature are known as Burgers orientation relationships (OR). The coherency of the two phases is controlled by this crystallographic mutual relationship. Loss of coherency between phases during deformation can originate from a non parallelism between the two boundary crystallographic planes. The present work focuses on lamellar α HCP / β BCC interface coherency evolution in a Ti-6Al-4V alloy subjected to hot compression at 800°C. Strain rate was 10⁻³ s⁻¹ and deformation was carried out to average true strains $\epsilon = 0.29, 0.69, \text{ and } 1.20$. Loss of coherency was found at strains $\epsilon \geq 0.40$. For these strains, the lamellar $\alpha + \beta$ microstructure also evolved toward spheroidization. The loss of interface coherency was thus associated with an acceleration of the lamellar microstructure dynamic spheroidization which not only regarded the α phase, but, eventually, also the β phase (i.e. at $\epsilon > 0.69$).

To date, quite little data have been published on the titanium α - β alloys OR modifications during deformation. Thus, the aim of the present work was to evaluate deviations from the α / β Burgers OR in a Ti-6Al-4V alloy with respect to α lamellae spheroidization process during deformation at 800°C.

The extent of bending / shearing was found to be relevant in either the vicinity of colony boundaries, due to deformation incompatibility, and in colonies that are approximately parallel to the compression axis. The alloy microstructure evolution during deformation was essentially associated with α platelet pinch-off / fragmentation process, which, in turns, resulted in spheroidization of the remaining lamellae.

In the case of two-phase titanium alloys with a lamellar microstructure, continuous dynamic recrystallization (CDRX) within each phase is only the first step toward spheroidization. One of the effects of CDRX is the formation of unstable triple points formed at the interphase and α -to- α or β -to- β boundaries. Equilibrium between the various surface tension forces at the interphase triple junctions leads to a diffusive flux to the interphase surface and groove formation along the α -to- α boundary (the so-called boundary splitting mechanism). In the present case CDRX appeared to play a relevant role in the fragmentation process of both phases.

Since diffusivity along inter-phases strongly depends on the energy of the interface boundaries, the kinetics of spheroidization process should increase when interphase boundaries lose their coherency. In this paper, this assumption was considered to describe and follow the lamellae spheroidization processes with strain.