

Preparazione del composito Ti6Al4V+SiC fibre e sua evoluzione strutturale dopo trattamenti termici

C. Testani, R. Montanari, M. E. Tata, G. Valdrè

Un composito con matrice metallica in lega Ti6Al4V rinforzato con fibre di SiC unidirezionali è stato prodotto mediante compattazione isostatica a caldo (HIP). Misure di diffrazione dei raggi X eseguite a temperature crescenti fino a 600°C in atmosfera di argon ed a temperatura ambiente dopo il ciclo termico hanno permesso di monitorare l'evoluzione delle tensioni residue. Stress bi-assiali di tensione nel piano parallelo a quello contenente le fibre si sviluppano progressivamente man mano che la temperatura cresce e in parte rimangono dopo il raffreddamento. L'origine delle tensioni viene attribuita al vincolo costituito dalle fibre, che ostacola l'espansione del reticolo a seguito dell'assorbimento di azoto ed ossigeno. Questa interpretazione è supportata da osservazioni di microscopia a forza atomica (AFM), che mostrano una sostanziale integrità dell'interfaccia metallo-fibra dopo trattamento di 1 h a 600°C in aria.

Parole chiave:

INTRODUZIONE

Esiste una vasta letteratura (vedi p.e. [1-5]) sulle proprietà dei compositi con matrice metallica in lega di titanio, tuttavia l'evoluzione dello stato tensionale a seguito di riscaldamento non è stata sufficientemente studiata. Tale conoscenza è di fondamentale importanza per l'utilizzo dei compositi in condizioni di servizio dove si possono raggiungere temperature anche di 600°C, tipiche delle strutture dei motori aeronautici.

Questo lavoro presenta i risultati ottenuti su campioni con matrice in lega Ti6Al4V e rinforzo costituito da fibre di SiC unidirezionali.

Lo stato tensionale del materiale, preparato presso i laboratori CSM (Centro Sviluppo Materiali), è stato studiato mediante diffrazione dei raggi X eseguita sia a temperatura ambiente dopo i trattamenti termici sia direttamente in temperatura fino a 600°C.

Per confronto le stesse misure sono state ripetute sulla stessa lega non rinforzata.

Inoltre, essendoci problemi di instabilità dell'interfaccia fibra-matrice dal momento che avvengono reazioni complesse con cinetiche lente ma continue [6-9], questa è stata esa-

minata con osservazioni di microscopia a forza atomica (AFM), sia nelle condizioni originali che dopo esposizione di 1 ora in aria a 600°C.

PREPARAZIONE DEL COMPOSITO

Il composito, mostrato in sezione in fig.1 (destra), è stato preparato mediante compattazione isostatica a caldo in autoclave di lamierini metallici alternati con strati di fibre SCS-6 ($\Phi = 0.14$ mm).

La rappresentazione schematica della struttura di una fibra è riportata in fig.1 (sinistra).

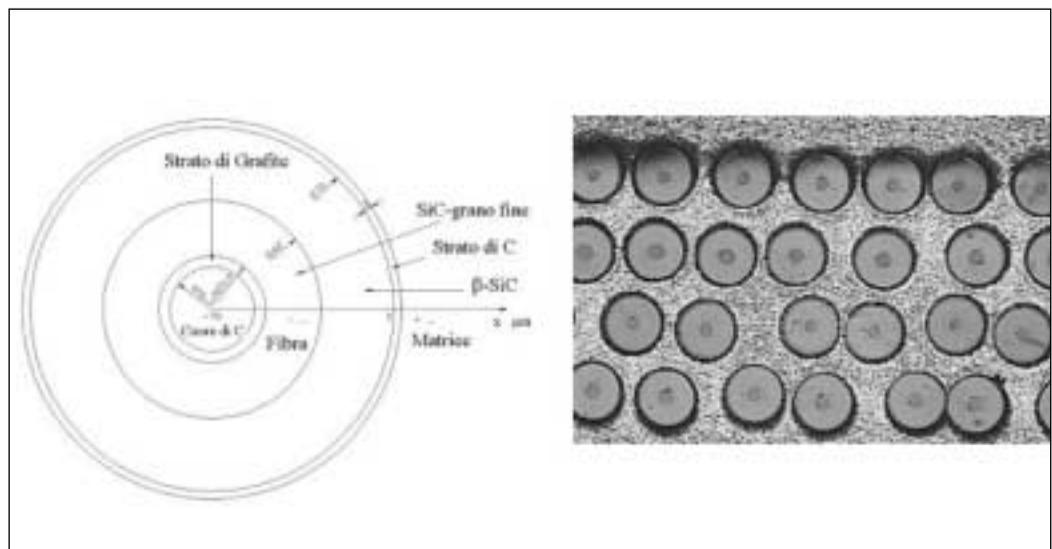
Dapprima si sono prodotte delle preforme costituite dalla sovrapposizione di 4 strati di fibre unidirezionali alternate a 5 lamierini di Ti6Al4V di cui i due esterni con spessore di 0.6 mm ed i tre interni con spessore 0.1 mm (fig.2).

Lo spessore indicativo dei tappeti di fibre è di 0.14 mm. Le dimensioni di ciascuno dei lamierini e dei tappeti di fibre utilizzati nell'impilaggio erano 450 x 200 mm².

Le preforme sono state poi posizionate all'interno degli stampi di acciaio AISI 304 necessari per eseguire la pressatura isostatica a caldo.

Fig. 1 – Schema della struttura di una fibra SCS-6 (sinistra). Sezione del composito (destra).

Fig. 1 – SCS-6 fiber structure (left). Composite cross-section (right).



C. Testani
Centro Sviluppo Materiali,
Castel Romano, Roma

R. Montanari, M. E. Tata
Dipartimento di Ingegneria Meccanica,
Università di Roma-Tor Vergata, Roma

G. Valdrè
Dipartimento di Scienze della Terra e
Geo-Ambientali, Università di Bologna,
Bologna

Memoria presentata
al 30° Convegno nazionale AIM,
Vicenza 17-19 novembre 2004

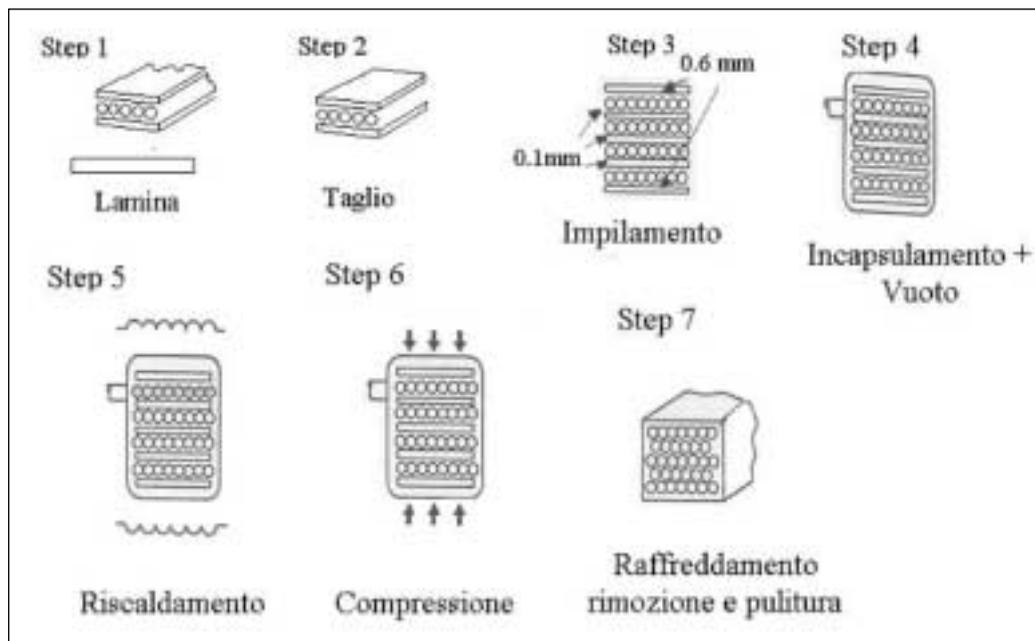


Fig. 2 - Schema della preparazione del composito.

Fig. 2 - Composite production route.

La superficie interna delle piastre così come quella dei coperchi è stata rivestita con nitrato di boro al fine di impedire saldatura per diffusione tra inserto composito e stampo e rendere possibile l'estrazione dei pannelli dopo compattazione.

Gli stampi sono stati poi saldati TIG e sottoposti a ciclo di sigillatura sotto vuoto (3×10^{-6} mbar).

Il ciclo HIP è stato realizzato mediante una pressa isostatica a caldo del tipo ASEA-QH21 del Centro Sviluppo Materiali SpA, che consente di poter controllare indipendentemente temperatura e pressione.

I parametri utilizzati nel processo sono $T_{max} = 890^{\circ}C$, $P_{max} = 1200$ bar, tempo di stasi = 30min.

La loro scelta è stata dettata da una attenta valutazione dei dati di letteratura e da esperienze dirette [9-14].

Dopo il ciclo di compattazione il contenitore di acciaio AISI 304 è stato rimosso per estrarre i pannelli di composito.

CARATTERIZZAZIONE DEL MATERIALE

Le misure di diffrazione dei raggi X in temperatura sono state eseguite mediante una camera Anton Paar HT-16 montata su un diffrattometro Philips. I campioni sono stati sistemati sull'elemento riscaldante costituito da una lamina di platino in cui scorre corrente elettrica (vedi fig.3). Il sistema prevede il controllo della temperatura mediante una termocoppia (T.C.1) saldata alla parte inferiore della lamina di platino.

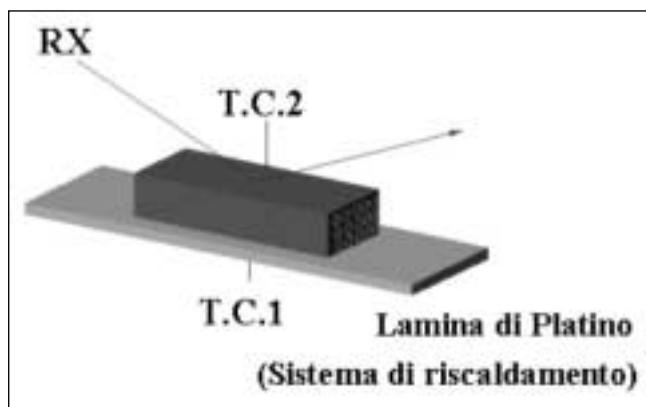


Fig. 3 - Rappresentazione schematica del sistema di riscaldamento del provino esaminato in temperatura.

Fig. 3 - Sketch of the X-ray camera heating system.

Dal momento che, anche nelle condizioni ideali di contatto tra lamina e campione, si instaura sempre un gradiente termico all'interno del campione, si sono considerate come temperature di riferimento per le misure non quelle indicate dalla termocoppia saldata sulla lamina, ma quelle indicate da una termocoppia (T.C.2) posizionata sulla superficie irraggiata dai raggi X, parallela alla disposizione delle fibre.

Le prove sono state eseguite in flusso di argon utilizzando la radiazione Mo-Ka ($\lambda = 0.71 \text{ \AA}$). Questa lunghezza d'onda non è normalmente impiegata per misure di stress residui a temperatura ambiente in quanto una radiazione di maggior lunghezza d'onda (p.e. Cr K-a) garantisce maggior precisione. Tuttavia si è optato in questo senso poiché la radiazione Mo-Ka permette di avere picchi di maggior intensità nelle prove in temperatura. La procedura seguita prevedeva:

- a- riscaldamento rapido dei campioni fino alla temperatura di interesse,
- b- permanenza a quella temperatura per circa 20 minuti per arrivare ad una stabilizzazione termica,
- c- acquisizione degli spettri di diffrazione.

Lo stesso campione veniva usato per misure successive a temperature via via crescenti con intervalli di $100^{\circ}C$ fino a $600^{\circ}C$. A tutte le temperature considerate, è stato registrato uno spettro generale nell'intervallo angolare 2θ $15-45^{\circ}$ con passi di misura di 0.05° e tempo di conteggio di 2 s per passo. Si sono inoltre registrati i profili di precisione dei picchi $\{100\}$, $\{002\}$, $\{101\}$, $\{102\}$, $\{110\}$ e $\{103\}$ con passo di misura di 0.005° e tempo di conteggio di 10 s per passo.

La posizione centrale dei picchi è stata valutata con un procedimento iterativo con misure successive su intervalli angolari sempre più piccoli e tempi di conteggio per passo sempre più lunghi fino a 100 s.

Per determinare la deformazione ϵ_{hkl} le stesse prove sono state ripetute su polveri della lega Ti6Al4V, supposte essere prive di tensioni interne. ϵ_{hkl} relativa ad una generica famiglia di piani $\{hkl\}$ è data da:

$$\epsilon_{hkl} = d - d_0 / d_0 \quad (1)$$

dove d e d_0 sono rispettivamente le distanze interplanari nel materiale con tensioni (composito) e nello stesso materiale privo di tensioni (polveri della lega Ti6Al4V).

Sono state eseguite inoltre misure di diffrazione a temperatura ambiente:

- a- sul composito dopo l'intero ciclo di misura in temperatura,
- b- su campioni riscaldati per 1 h a 100, 200, 300, 400, 500 e $600^{\circ}C$.

Sono state effettuate osservazioni con un microscopio AFM su due campioni di composito: uno tal quale, l'altro riscaldato 1 h a 600°C. L'obiettivo era studiare la struttura dell'interfaccia fibra-matrice. I campioni sono stati lucidati meccanicamente; quello riscaldato è stato lucidato prima del trattamento. Per le osservazioni e le misure topografiche è stato utilizzato un microscopio Multimode III della Digital Instruments (Santa Barbara, Ca). Le osservazioni sono state condotte in aria, in modo a contatto utilizzando punte in nitruro di silicio (Si₃N₄) e uno scanner piezoelettrico (x,y) da 150 µm x 150 µm. Le misure topografiche quantitative sono state ricavate dall'elaborazione dei dati attraverso il software Digital "Section Analysis" per l'analisi d'immagine.

RISULTATI

Gli spettri di diffrazione dei raggi X del composito, sia a temperatura ambiente che alle temperature di trattamento qui considerate, mostrano solo i picchi della fase α. Osservazioni sistematiche di microscopia ottica, tuttavia rivelano la presenza di alcune zone con fase β residua. Fig. 4 mostra i profili di precisione dei primi tre picchi di lega e composito misurati a temperature fino a 600°C. In entrambi i casi si può osservare come, per effetto della dilatazione termica del reticolo, la posizione centrale dei picchi si sposti verso angoli più bassi man mano che la temperatura cresce. Dalla posizione centrale dei picchi misurata alle varie temperature sono state calcolate le distanze interplanari d_{hkl} riportate in Tabella 1, utilizzate per calcolare i parametri a e c

della cella esagonale (fig.5). I valori del composito sono sempre inferiori ai corrispondenti valori della lega e la differenza aumenta al crescere della temperatura. L'effetto è più marcato per a che per c.

La fig. 6 mostra gli andamenti di ε_{hkl} calcolati mediante l'eq.(1) dai valori d_{hkl} in Tabella 1.

Al crescere della temperatura la deformazione cresce e presenta valori negativi. La sua entità non è la stessa per tutti i piani.

Finito il ciclo di misure a temperature crescenti e riportato il campione a temperatura ambiente, le prove sono state ripetute per valutare eventuali effetti residui.

La fig. 7 mostra una porzione dello spettro di diffrazione del composito e della lega prima e dopo il ciclo di misura in temperatura. Nel composito, dopo il ciclo di misura, i picchi risultano spostati verso angoli maggiori, contrariamente a quanto osservato per le polveri.

In Tabella 2 sono riportate le posizioni angolari dei picchi e le corrispondenti distanze interplanari nel composito di partenza e nel composito dopo l'intero ciclo di misura fino a 600 °C.

I parametri della cella elementare del composito sono a temperatura ambiente a=2.933 Å e c=4.680 Å, dopo il ciclo di misura a=2.909 Å e c=4.667 Å. I valori di a e c diminuiscono ed il rapporto c/a si modifica passando da 1.569 a 1.604.

In fig.8 sono mostrati i profili delle riflessioni {100}, {002} e {101} registrati a temperatura ambiente dopo trattamenti termici di 1 h alle temperature indicate. Anche in questo caso si vede chiaramente come i trattamenti termici comportino spostamenti dei picchi di diffrazione verso angoli maggiori. L'effetto aumenta al crescere della temperatura di trat-

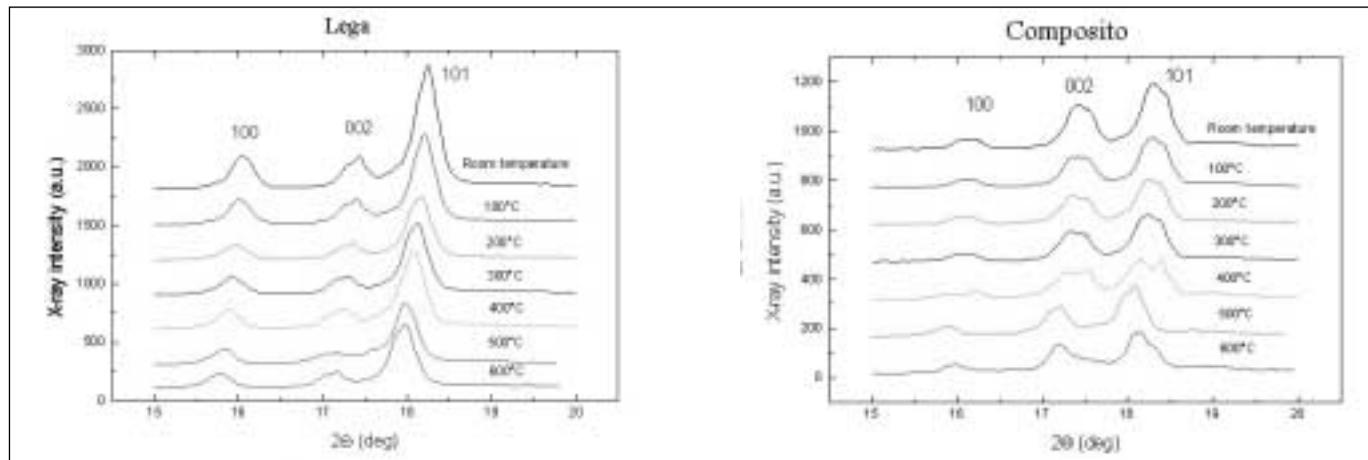


Fig. 4 – Profili di precisione dei primi tre picchi di lega e composito registrati a temperature crescenti.

Fig. 4 – Precision profiles of the first three diffraction peaks of alloy and composite, collected at increasing temperature.

Tabella 1 – Distanze interplanari dhkl (in Å) della lega Ti6Al4V e del composito alle varie temperature.

Table 1 – Interplanar spacings dhkl (Å) of Ti6Al4V alloy and composite at different temperatures.

hkl	T.Amb.	Lega Ti6Al4V						
		100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C	
100	2.5404	2.5452	2.5483	2.5523	2.5555	2.5587	2.5627	
002	2.3400	2.3450	2.3500	2.3561	2.3615	2.3656	2.3683	
101	2.2291	2.2339	2.2370	2.2406	2.2455	2.2504	2.2523	
102	1.7221	1.7235	1.7273	1.7303	1.7336	1.7354	1.7387	
110	1.4642	1.4663	1.4678	1.4699	1.4719	1.4735	1.4756	
103	1.3292	1.3298	1.3326	1.3353	1.3374	1.3408	1.3438	
hkl	T.Amb.	Composito						
		100°C	200°C	300°C	400°C	500°C	600°C	
100	2.5412	2.5452	2.5516	2.5603	2.5667	2.5739	2.5812	
002	2.3406	2.3446	2.3501	2.3561	2.3629	2.3666	2.3738	
101	2.2370	2.2412	2.2455	2.2510	2.2578	2.2658	2.2715	
102	1.7224	1.7242	1.7287	1.7326	1.7361	1.7394	1.7434	
110	1.4678	1.4696	1.4724	1.4761	1.4787	1.4808	1.4837	
103	1.3305	1.3322	1.3353	1.3385	1.3398	1.3426	1.3447	

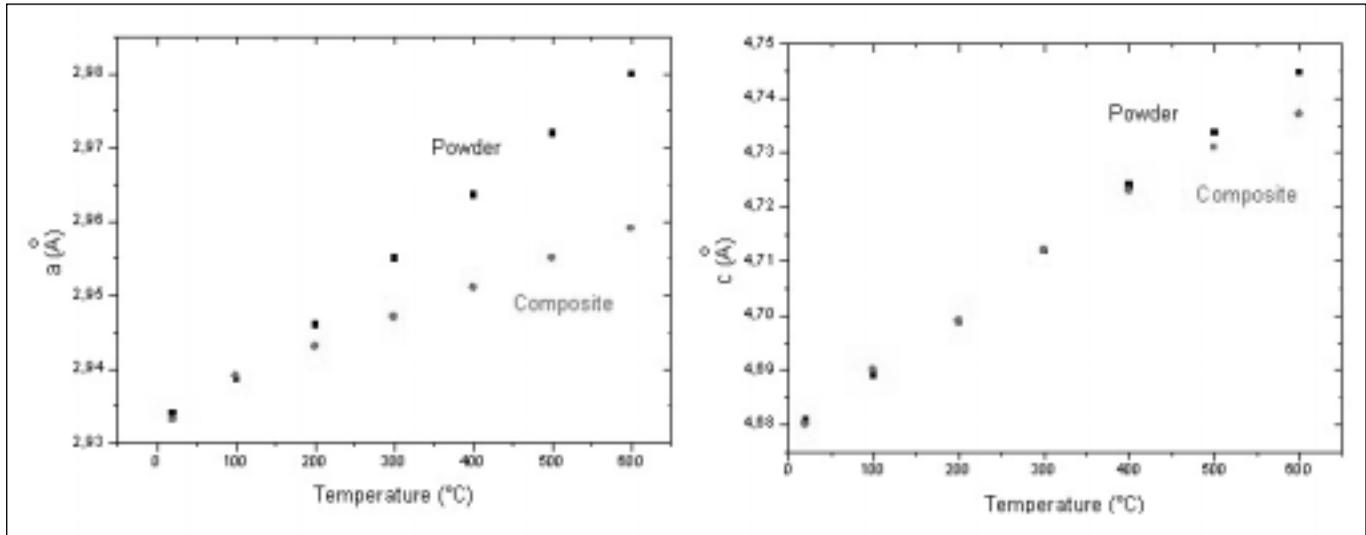


Fig. 5 – Andamento dei parametri di cella a e c in funzione della temperatura per lega e composito.

Fig. 5 – Trends of a and c cell parameters vs. temperature of alloy and composite.

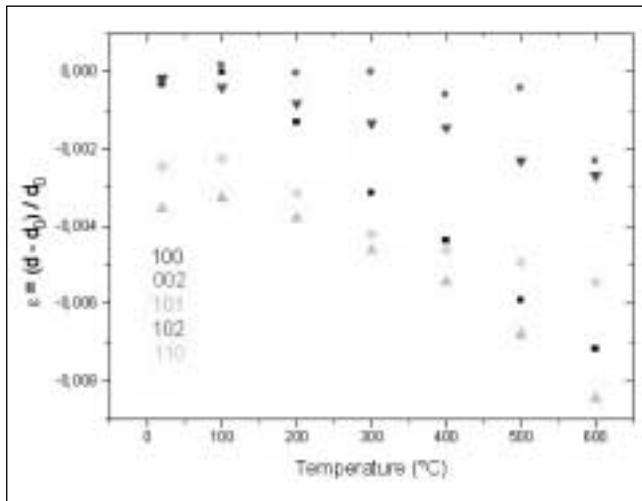


Fig. 6 – La deformazione ehkl relativa ai piani {100}, {002}, {101}, {102} e {110} del composito è riportata in funzione della temperatura.

Fig. 6 – Strain ehkl of {100}, {002}, {101}, {102} e {110} planes of composite vs. temperature.

hkl	2θ ^I	2θ ^F	d _{hkl} ^I	d _{hkl} ^F
100	16.050	16.185	2.5404	2.5193
002	17.435	17.485	2.3400	2.3333
101	18.310	18.405	2.2291	2.2176
102	23.770	23.865	1.7221	1.7153
110	28.035	28.165	1.4642	1.4575
103	30.950	31.005	1.3292	1.3269

Tabella 2 – Posizioni angolari dei picchi e distanze interplanari nel composito di partenza (I) e dopo l'intero ciclo di misura fino a 600 °C (F).

Table 2 – Angular peak positions and interplanar spacings of composite in as-prepared condition (I) and after the thermal cycle up to 600°C (F).

tamento, così come la diminuzione della larghezza delle righe di diffrazione, ad indicare un recupero del materiale con parziale eliminazione di difetti reticolari, in particolare dislocazioni introdotte nel processo di produzione.

Le micrografie AFM ed i profili che da esse sono stati determinati mostrano importanti differenze tra il campione tal

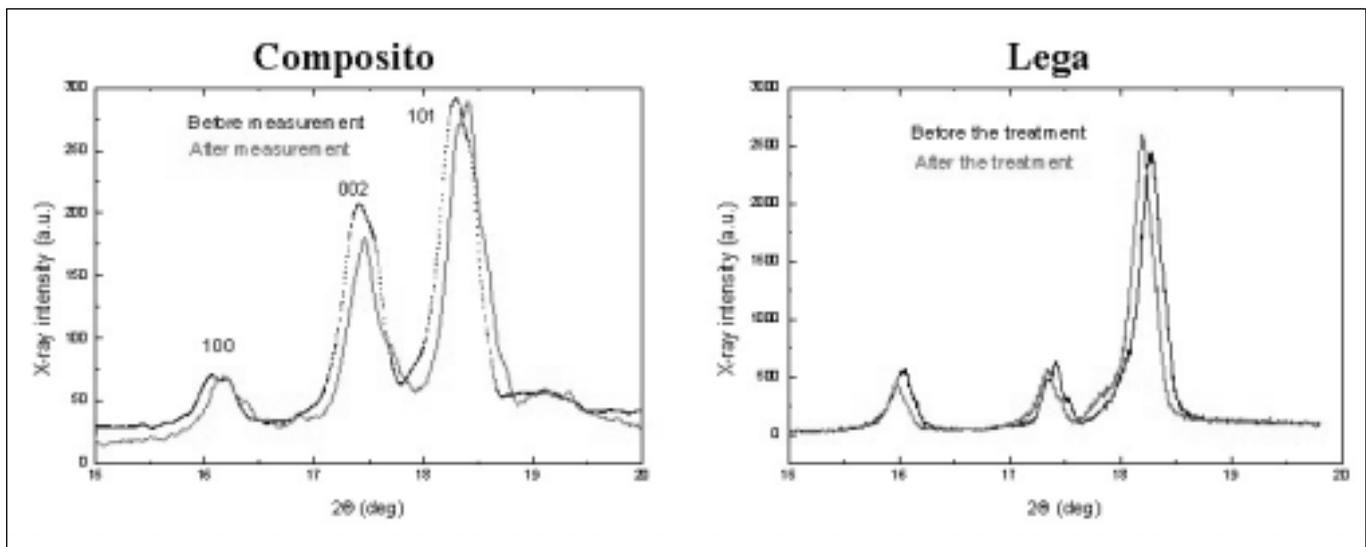


Fig. 7 – Composito e lega: confronto tra una parte dello spettro prima e dopo il ciclo di misura in temperatura.

Fig. 7 – Composite and alloy: comparison between spectra before and after the thermal cycle.

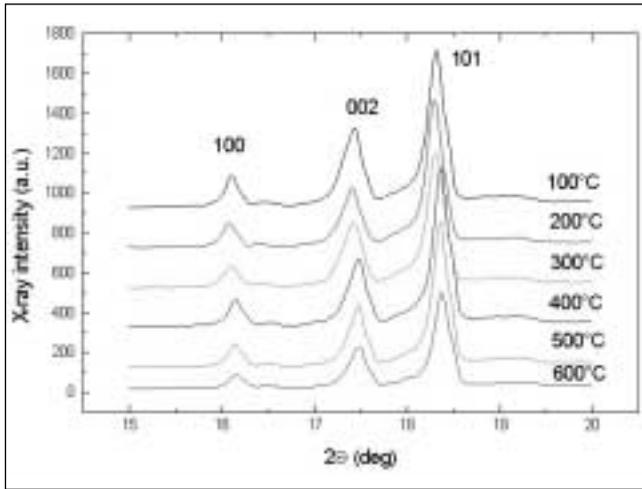
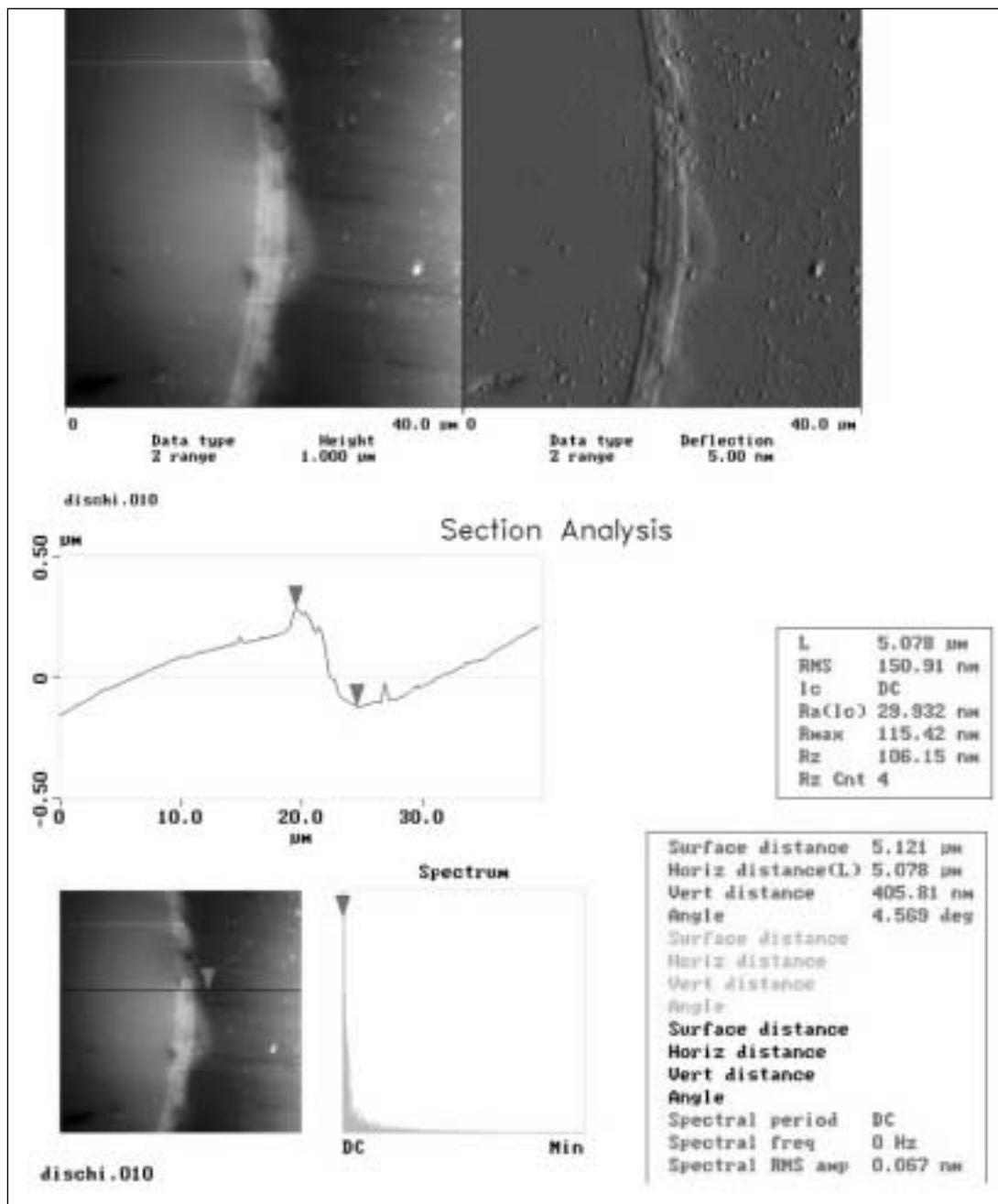


Fig. 8 – Spettri del composito dopo trattamenti di 1 h alle temperature indicate.

Fig. 8 – XRD spectra of composite after heat treatments of 1h at the reported temperatures.

Fig. 9 – Campione tal quale- Micrografia AFM (sinistra-alto) e rielaborazione della stessa immagine con derivata (destra-alto). In basso è mostrato il profilo Z misurato lungo il segmento evidenziato nella micrografia. I marker indicano punti corrispondenti nella micrografia e nel tracciato del profilo. Il dislivello, indicato come "vert distance" in tabella, tra i due punti evidenziati dai marker (sul coating di carbonio e sul corpo centrale della fibra in SiC) è 405.81 nm.

Fig. 9 – As-prepared sample- AFM micrography (top left) and the same image processed by derivative (top right). On the bottom the Z-profile, measured along the marked line, is shown. Markers indicate corresponding points of micrography and profile. The height (vert distance) between the marked points (on the carbon coating and on SiC fiber core) is 405.81 nm.



quale, solo lucidato meccanicamente, (fig.9) ed il campione poi trattato per 1 h a 600°C (fig.10).

La pulitura meccanica, eseguita con carte abrasive prima e poi con paste contenenti particelle di diamante a granulometria progressivamente più fine, non produce una superficie perfettamente planare. In virtù della sua grande risoluzione, la microscopia AFM mostra che la superficie, che appare piatta se osservata col microscopio ottico o col SEM, presenta in realtà delle irregolarità. Core e coating in carbonio della fibra risultano essere su livelli più bassi se confrontati con la parte in SiC della fibra oppure con la matrice metallica. Inoltre, la parte in SiC della fibra mostra un profilo a "schiena d' asino". La struttura complessa della fibra implica variazioni di caratteristiche meccaniche locali sia all'interno della fibra che all'interfaccia con la matrice e questo comporta un'abrasione differenziata durante la pulitura meccanica.

Ad eccezione di qualche rara posizione, i dislivelli tra core in carbonio e corpo centrale in SiC della fibra, tra questa ed il coating in carbonio sono in genere compresi in un intervallo tra 0.2 e 0.4 μm (fig.9).

Dopo il trattamento termico di 1 h a 600°C in aria troviamo

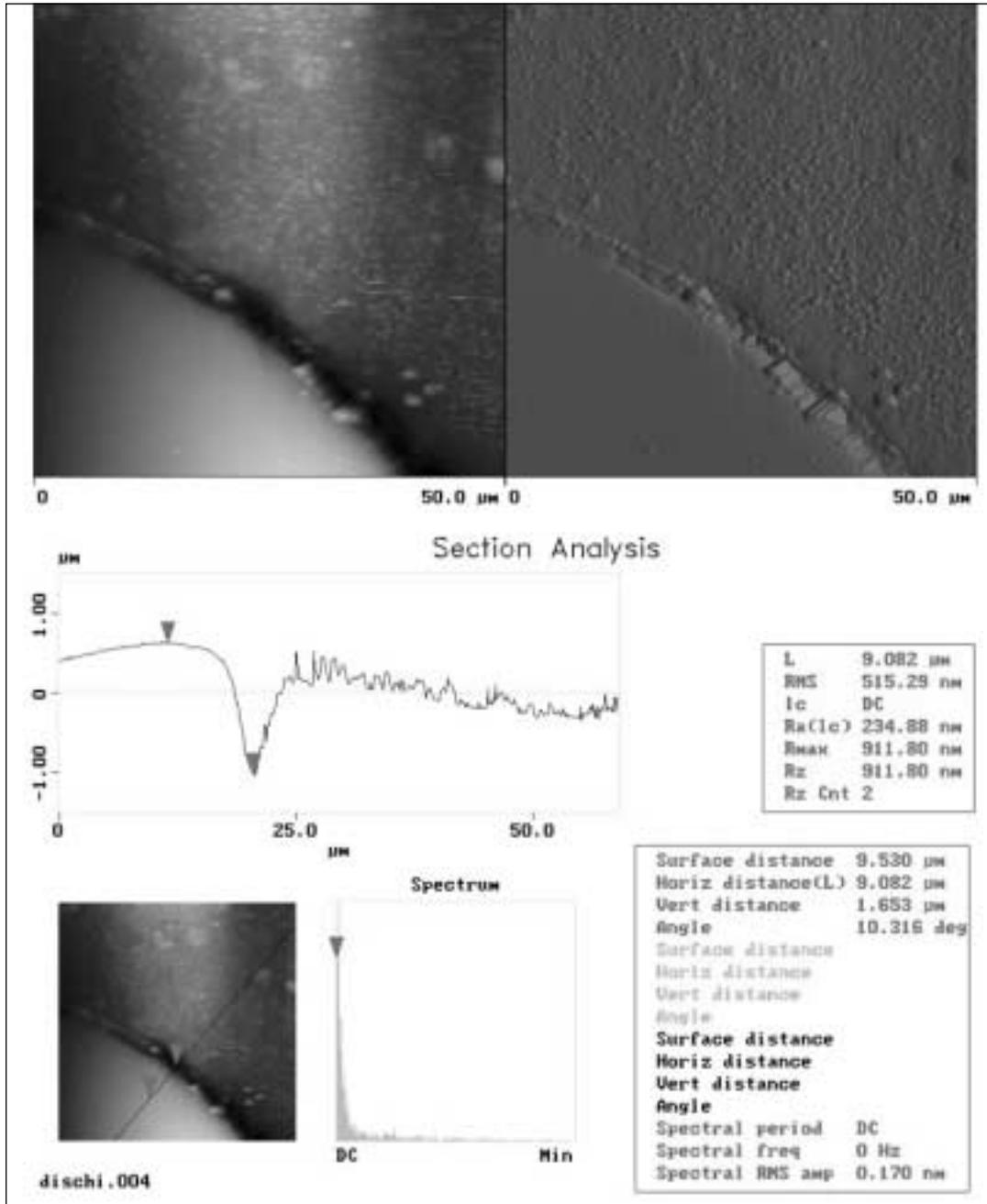


Fig. 10 – Campione trattato 1 h a 600°C- Micrografia AFM (sinistra-alto) e rielaborazione della stessa immagine con derivata (destra-alto). In basso è mostrato il profilo Z misurato lungo il segmento evidenziato nella micrografia. I marker indicano punti corrispondenti nella micrografia e nel tracciato del profilo.

Fig. 10 – Sample treated 1h at 600°C- AFM micrography (top left) and the same image processed by derivative (top right). On the bottom the Z-profile, measured along the marked line, is shown. Markers indicate corresponding points of micrography and profile.

dislivelli normalmente superiori a 1.5 mm ad indicare che la struttura fibra-matrice ha subito un degrado. In particolare il carbonio di core e coating della fibra, a temperature maggiori di 500°C reagisce con l'ossigeno formando sostanze gassose come CO e CO₂. La scomparsa del carbonio del coating determina la formazione di un solco intorno alla fibra. Anche la parte centrale della fibra subisce un processo di erosione. Fig.10 mostra inoltre i cristalli di ossido che si formano sulla matrice metallica a seguito del trattamento termico e che appaiono come piccole macchie di colore più chiaro.

DISCUSSIONE E CONCLUSIONI

Un dato importante che emerge dai risultati ottenuti è che il reticolo della lega Ti6Al4V subisce delle deformazioni permanenti quando il materiale è sottoposto a trattamenti termici in atmosfera di argon (fig.7). L'espansione del reticolo è tanto maggiore quanto più alta è la temperatura di trattamento (fig.5).

A temperatura ambiente $a_0=2.934 \text{ \AA}$ e $c_0=4.681 \text{ \AA}$. Quando la temperatura cresce entrambi i parametri aumentano in

modo lineare; gli andamenti di a e c sono descritti dalle equazioni:

$$a = a_0 + \alpha \cdot \Delta T \tag{2}$$

$$c = c_0 + \beta \cdot \Delta T \tag{3}$$

con $\alpha=8 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ e $\beta=1.1 \times 10^{-4} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$. I valori dei coefficienti di espansione sono di circa un ordine di grandezza maggiori rispetto a quelli, $\alpha=1.04 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ e $\beta=1.45 \times 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, ottenuti da Malinov, Sha & Guo [14] operando in condizioni di vuoto (2.5×10^{-3} mbar). Questa differenza è chiaramente da attribuire alla diversa atmosfera, più ricca di ossigeno ed azoto nel nostro caso. La solubilità di azoto ed ossigeno nella lega cresce al crescere della temperatura pertanto la concentrazione di questi gas nel reticolo aumenta durante i trattamenti termici ed una certa quantità residua rimane anche dopo il raffreddamento a temperatura ambiente. Questo fenomeno avviene anche nella matrice del composito, tuttavia il reticolo subisce una minore espansione durante il riscaldamento (fig.5). Dopo raffreddamento a temperatura ambiente il reticolo si trova in uno stato di compressione ri-

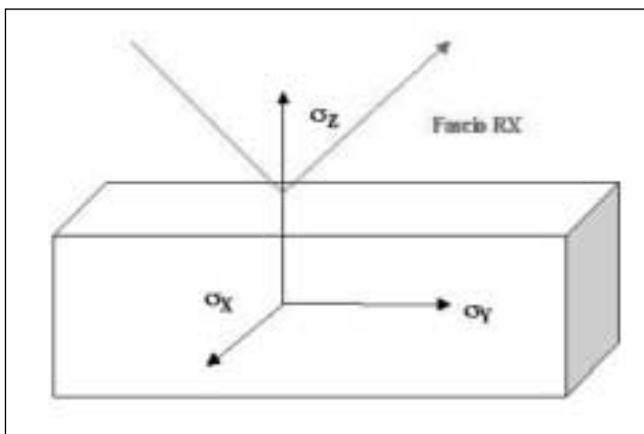


Fig. 11 – I piani che danno luogo a diffrazione sono quelli paralleli al piano X-Y quindi le distanze interplanari che si misurano sono quelle lungo l'asse Z.

Fig. 11 – Crystalline planes giving rise to diffraction are parallel to the X-Y plane thus the measured interplanar spacings are those along the z axis.

petto alle condizioni iniziali: fig.7 mostra uno spostamento dei picchi verso angoli maggiori quindi distanze interplanari minori. Al contrario di quanto riscontrato nella lega (dilatazione residua) in questo caso si riscontra uno stato di compressione residua.

Come evidenziato da fig.8, uno stato di compressione è presente anche nei campioni di composito trattati per 1 h a 100, 200, 300, 400, 500 e 600°C.

La questione che si pone è: perché il composito ha un comportamento opposto rispetto a quello della lega?

Per un solido perfettamente elastico, isotropo ed omogeneo, sottoposto ad un sistema di stress normali σ_x , σ_y e σ_z lungo i tre assi principali X, Y e Z, la teoria dell'elasticità prevede che la deformazione lungo l'asse Z possa essere espressa come:

$$\epsilon_z = 1/E [\sigma_z - \nu(\sigma_x + \sigma_y)] \quad (4)$$

dove E è il modulo elastico e ν il rapporto di Poisson. Dal momento che $\sigma_z = 0$, l'eq.(4) diventa

$$\epsilon_z = -\nu/E (\sigma_x + \sigma_y) \quad (5)$$

Pertanto ϵ_z , cioè la deformazione misurata con i raggi X nella configurazione sperimentale adottata (fig.11), è dovuta a tensioni residue agenti nel piano X-Y. Eq.(5) ci dice inoltre che, essendo ϵ_z di segno negativo (compressione), il termine $(\sigma_x + \sigma_y)$ ha segno positivo (trazione). Anche se non sono state fatte misure specifiche per determinare i valori delle tensioni σ_x (normale alle fibre) e σ_y (parallela alle fibre), questo dato ci permette di spiegare, perlomeno in termini qualitativi, il diverso comportamento di composito e lega.

Nella lega l'espansione del reticolo a seguito dell'aumento di temperatura presenta due componenti: una è dovuta alla dilatazione termica, l'altra è dovuta all'assorbimento di azoto ed ossigeno. La prima componente si annulla una volta che il metallo viene raffreddato a temperatura ambiente, la seconda si annullerebbe se i gas assorbiti ad alta temperatura fossero rilasciati completamente. Tuttavia, una parte degli atomi di azoto e ossigeno rimangono intrappolati nel reticolo e questo comporta un effetto di espansione residua.

Nel caso del composito l'espansione del metallo trova un vincolo costituito dalle fibre, collegate alla matrice da un'interfaccia che, come mostrato dalle osservazioni AFM, sostanzialmente non viene compromessa dal riscaldamento, perlomeno nelle condizioni della nostra sperimentazione. Le fibre di SiC hanno un coefficiente di espansione termica

($4.1 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ [15]) decisamente inferiore a quello della matrice metallica ($9.7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ [16]); questo fatto comporta l'insorgere di tensioni crescenti al crescere della temperatura. Il fatto che nei diversi piani cristallini $\{hkl\}$ si osservino deformazioni di diversa entità dipende da come sono orientati i grani rispetto alle fibre, cioè dalla tessitura. Dal momento che l'assorbimento di gas porta ad una espansione anisotropa del reticolo con un cambiamento del rapporto c/a, le tensioni nei vari piani cristallini $\{hkl\}$ dipendono dall'orientazione dei grani rispetto alle fibre. In particolare, sorgeranno tensioni maggiori quando le direzioni cristalline dove si dovrebbero avere i maggiori allungamenti sono parallele alle fibre.

I risultati di questo lavoro preliminare portano a concludere che per rendere minimi gli stati tensionali, che insorgono inevitabilmente nel composito quando viene riscaldato in un'atmosfera contenente azoto ed ossigeno, è decisivo controllare la tessitura, in particolare quella dei due lamierini esterni (spessore 0.6 mm). Ulteriori prove per determinare le tensioni nel piano X-Y nelle 2 direzioni principali (parallela e normale rispetto alla direzione delle fibre) e misurare la tessitura potranno fornire indicazioni precise a riguardo.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

- 1) S. NOURBAKHS and H. MARGOLIN, Proc. TMS annual meeting in Anaheim, CA, U.S.A., "Metal and Ceramic Matrix Composites", 75, (1990) p75.
- 2) M. A. MITTICK, Proc. TMS annual meeting in Anaheim, CA, U.S.A., "Metal and Ceramic Matrix Composites", 605, (1990) p605.
- 3) S. C. JHA, High Performance Composites for the 1990s, ed. by S. K. Das, C. P. Ballard and F. Maribar, TMS, Warrendale, PA, 459 (1991) p459.
- 4) "Structural Materials Handbook", European Space Agency, 2 (section XI), (1994).
- 5) T.W.CLYNE, "3.7.12. Metal Matrix Composites: Matrices and Processing", in "Encyclopaedia of Materials: Science and Technology", §3.7"Composites: MMC, CMC, PMC", A Mortensen ed., Elsevier, (2001) p12
- 6) D. UPADHYAYA ET AL., Recent Advances in Titanium Metal Matrix composites, ed. by F. H. Froes and J. Storer, TMS, Warrendale, PA, 139 (1995) p139.
- 7) C. TESTANI, M. DI STEFANO, M.MARCHETTI AND A. FERRAIUOLO, Proc. ECCM-8, Napoli, Italy, 6-8 June 2 (1998) p 350.
- 8) J. K. TIEN AND M. W. KOPP, Proc. TMS annual meeting in Anaheim, CA, U.S.A., "Metal and Ceramic Matrix Composites", (1990) p443.
- 9) G. DAS, Proc. TMS annual meeting in Anaheim, CA, U.S.A., "Metal and Ceramic Matrix Composites", (1990) p413.
- 10) S. V. NAIR, J. K. TIEN AND R. C. BATES, International Metals Reviews, 30, (1985) p275.
- 11) P. R. SMITH AND F. H. FROES, J. of Met, 19, (1984).
- 12) P.D. NICOLAU, S.L. SEMIATIN ET AL., Scripta Met. Et Mat, 32, (1995) p57.
- 13) H. D. HANES, D. A. SEIFERT AND C.R. WATTS, "Hot Isostatic Pressing", Battelle Press, Columbus, OH, (1979) p16.
- 14) MALINOV, SHA & GUO, SRS Annual Reports (2000-2001).
- 15) J.M. DONACHIE, Titanium and Titanium Alloys, A technical guide, ASM, (2001) p63.
- 16) Int. Reports on Advanced Technologies, TEchTrends, Innovation 128, (1990) p54.

PRODUCTION OF TiAl4V + SiC FIBERS COMPOSITE AND ITS STRUCTURAL EVOLUTION AFTER HEAT TREATMENTS

Keywords:

A composite of Ti6Al4V alloy reinforced with unidirectional SCS-6 SiC fibers has been fabricated by Hot Isostatic Pressing (HIP) at CSM (Centro Sviluppo Materiali).

Fig.1 shows the inner structure of a SCS-6 fiber (left) and the composite cross-section (right). The stages of the preparation route are illustrated in fig.2: 1- preparation of the multilayered structure (5 layers of Ti6Al4V, 4 layers of SiC); 2- material cutting in its final shape (200 x 450 mm²); 3- material allocation in the mould, which is then evacuated (3×10^{-6} mbar); 4- heating ($T_{max}=890^{\circ}\text{C}$); 5- pressure application ($P_{max}=1200$ bar) for 30 minutes; 6- cooling down to room temperature; 7- composite extraction from the mould. The material has been studied by X-ray diffraction (XRD) and Atomic Force Microscopy (AFM).

XRD patterns of the composite and of the matrix alloy (powder) have been recorded at different temperatures up to 600°C in argon atmosphere and at room temperature after the thermal cycle for investigating the material structural evolution. Moreover, XRD spectra of composite and alloy were recorded at room temperature after heat treatments of 1 hour at 100, 200, 300, 400, 500 and 600°C.

The experiments have been performed by employing a high-temperature X-ray camera. A sketch of its heating system is shown in fig.3. Overall spectra ($5^{\circ} \div 45^{\circ}$ angular range, steps of 0.05° and counting time of 2s/step) and precision peak profiles of the {100}, {002}, {101}, {102}, {110} and {103} reflections (steps of 0.005° and 10s/step) were collected using Mo-K α radiation ($\lambda=0.071$ nm). The central peak positions have been determined by an iterative procedure. The strain (ϵ_{hkl}) affecting {hkl} planes was obtained by eq.(1), where d and d_0 are the interplanar spacings of the composite and of a stress free sample (Ti6Al4V powder) respectively.

Fig.4 shows precision profiles of the first three diffraction peaks of matrix alloy and composite, collected at increasing temperatures up to 600°C. In both cases the peaks shift to lower angles as temperature increases; interplanar spacings are reported in table 1. Fig 5 shows the hexagonal cell parameters (a, c) vs temperature of composite and powder.

Composite values are smaller than the powder ones for every temperature.

The ϵ_{hkl} trends vs. temperature are plotted in fig.6: higher the temperature higher the strain, the values are negative and different for each set of planes.

Fig. 7 compares the spectra of composite and powder before and after the thermal cycle. The composite peaks result shifted towards higher angles whereas those of the powder in the opposite way. Angular peak positions and interplanar spacings of composite in as-prepared condition (I) and after thermal cycle up to 600°C (F) are reported in table 2.

The XRD spectra of composite after heat treatments of 1 hour at different temperatures are shown in fig.8: the peak positions progressively shift towards higher angles by increasing the treatment temperature.

Metal-fiber interface in the as-prepared material and after heating of 1 hour at 600°C in air has been investigated by AFM (see micrographs in figg. 9 and 10). The AFM observations show that the interface is not seriously damaged by the treatment in air.

The increase of cell parameters during heating in composite and alloy is due both to thermal expansion and gas absorption. After cooling the increase of a and c observed in the alloy with respect the original values is due to trapping of gas, in particular nitrogen and oxygen, in the lattice: gas solubility increases at higher temperature and a residual part remains in the lattice after cooling.

On the contrary, composite lattice was found compressed after cooling: X-ray diffraction peaks shift towards higher angles. The composite exhibits the same behaviour after heating of 1 hour at temperatures ranging from 100 to 600°C.

Being $\sigma_z=0$, the compression along z -axis, giving the strain ϵ_z measured by XRD, is due to a biaxial state of tensile stresses in the plane of the sample surface (see fig.11). The origin of residual stresses of different sign in alloy and composite is connected to the role played by the fibers, which constrain the lattice expansion following gas absorption. This explanation is supported by AFM showing the integrity of metal-fiber interface also after the heat treatment at 600°C in air.

Another result is that different strains affect different sets of crystalline planes of the composite. Therefore, to minimize the residual state of stress following heat treatments in atmosphere containing N_2 and O_2 , texture control seems of the utmost importance.