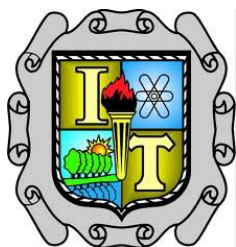


TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO INSTITUTO TECNOLÓGICO DE SALTILLO



TESIS

“DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DEL EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA INICIAL Y TEMPERATURA DE TRATAMIENTO TERMICO SOBRE LA MICROESTRUCTURA DE Ti-407”

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERA EN MATERIALES

PRESENTA:

Daniel Alejandro Méndez Martínez

No. Control 17051327

Asesor Interno:
Dr. Gerardo Altamirano Guerrero

Asesor Externo:
Dr. Armando Salinas Rodríguez

SALTILLO, COAHUILA

Noviembre del 2022



Dedicatoria

A:

Mi madre Lourdes Victoria Martínez Gómez

Por sus grandes consejos en cada uno de los momentos importantes de la carrera, sus valores y por ser mi motor e inspiración no solo durante la carrera sino en cada una de las diversas etapas de mi vida, pero sin duda alguna por sus acciones y muestras de afecto de un amor de madre.

Mi padre Ignacio Méndez Flores

Por los grandes sacrificios y ejemplo de un hombre trabajador y persistente que me ha inculcado desde que tengo uso de razón, así mismo por la voluntad de salir adelante y por todo su amor.

Mi hermano Jesús José Méndez Martínez

Por su paciencia y apoyo en momentos críticos de este largo pero maravilloso camino y por su confianza depositada en mí para impulsarme a ser mejor persona.

Mi madre Juanita Guadalupe Méndez Martínez

Por su apoyo durante cada proceso, actividad y proyectos que me permitieron tomar las mejores decisiones a lo largo del trayecto y por su inteligencia que me ha infundado.

Mi Tía Rosey Pérez

Por sus sabios consejos en el ámbito personal y laboral, sus valores de motivación y por el apoyo en todo momento que me permitió alcanzar el objetivo, además de su amor y cariño.

Todo este trabajo ha sido inspirado y llevado a cabo gracias a ellos.

AGRADECIMIENTOS

La siguiente tesis ha representado un gran esfuerzo, tiempo y sobre todo conocimientos, la cual no hubiera sido posible desarrollarla de manera adecuada y completa sin la cooperación y participación de las siguientes personas:

Primero y, antes que nada, dar un enorme agradecimiento a el **Dr. Armando Salinas Rodríguez** que me brindo la oportunidad de desarrollar un proyecto de investigación bajo su dirección, así mismo el permitirme el acceso y uso de las instalaciones y equipos del CINVESTAV, para de esta forma lograr que la presente investigación se llevara a cabo satisfactoriamente, además agradecer por el apoyo económico brindado durante mi estancia. A su vez agradezco enormemente al Ing. Teodoro Caballero quien me brindo su apoyo, tiempo y conocimientos de manera incondicional, permitiéndome adquirir una gran cantidad de experiencia en las áreas de metalografía y técnicas de caracterización.

Agradezco al CINVESTAV, esta institución de gran jerarquía, experiencia y calidad que me brindó todo el apoyo durante mi estancia.

Asimismo a mis compañeros Axel, Nadia, Brenda, Juan José, Mariana y Leonardo, que gracias a su apoyo, consejos y compañía me permitieron llegar a mi objetivo. Dedico este trabajo a su vez a Dios por haberme permitido llegar a este momento tan importante de culminación de mi carrera. La siguiente persona por agradecer es la M.C Dolores García de León quien me apoyo a lo largo de mis estudios.

Además me gustaría agradecerle a mi asesor de tesis, el **Dr. Gerardo Altamirano Guerrero** por trabajar de manera conjunta con el autor. Me gustaría resaltar la disponibilidad y el tiempo invertido, así mismo por sus consejos y por acompañarme a lo largo de este proyecto, aunado a esto por permitirme acercarme y recurrir a sus conocimientos y experiencia en un marco de profesionalismo, fundamental para desarrollar y llevar a cabo este trabajo.

Daniel Alejandro Méndez Martínez

Noviembre 2022

Índice

1.Introducción.....	1
2.Objetivos.....	3
2.1 Objetivo general.....	3
2.2 Objetivos específicos	3
3.Marco teórico.....	4
3.1 Titanio	4
3.2 Métodos de obtención aleaciones de Ti	4
3.2.1 Método Kroll.....	5
3.2.2 Lingotes.....	8
3.2.3 Procesado primario.....	9
3.3 Propiedades del titanio.....	11
3.4 Efecto de los elementos de aleación	12
3.4.1 Estabilizadores de la fase α	13
3.4.2 Estabilizadores de la fase β	13
3.4.3 Neutros	14
3.5 Clasificación de las aleaciones de Titanio	14
3.5.1 Aleaciones α	15
3.5.2 Aleaciones β	16
3.5.3 Aleaciones $\alpha+\beta$	17
3.6 Diagrama de equilibrio Ti-V	18
3.6.1 Generalidades	19
3.6.2 Efecto del contenido de O en el sistema binario Ti-V	20
3.6.3 Diagramas de fases Ti-O, Ti-Al y Ti-V	21

3.7 Transformaciones de fase	22
3.8 Aleaciones Comunes.....	26
3.8.1 Ti6Al-4V	26
3.8.2 Aleación Ti-407	27
3.8.3 Comparación de las aleaciones Ti.....	27
3.9 Aplicaciones.....	29
3.10 Tratamientos térmicos.....	30
3.10.1 Recocido completo.....	30
3.10.2 Recocido de relevado de esfuerzos	31
3.10.3 Tratamientos de Solución y Envejecimiento.....	31
3.10.4 Doble recocido	32
3.10.5 Recocido isotérmico.....	32
3.10.6 Templado.....	32
3.11 Microestructuras	34
3.11.1 Microestructura equiaxial.....	34
3.11.2 Microestructura martensítica.....	36
3.11.3 Microestructura laminar o Widmanstätten.....	36
3.11.4 Microestructura bimodal	37
3.12 Reactivos de ataque.....	37
4. Metodología Experimental	39
4.1.1 Caracterización microestructural	42
4.1.2 Microdureza Vickers.....	44
4.2 Difracción de Rayos X.....	45
5. Resultados y Discusión.....	46
5.1 Estimación de β -Transus a través del diagrama de fases Ti-V	46

5.2 Microestructuras Iniciales de Aleaciones Ti-407	48
5.2.1 Microestructura en estado de pulido	48
5.2.2 Efecto de la velocidad de enfriamiento después de un tratamiento térmico de solución (TTS)	49
5.2.2.1 Microestructura Inicial: TTS: 940°C-2 Horas. Enfriamiento en Horno	50
5.2.2.2 Microestructura Inicial: 940°C-2Horas. Temple en Agua.....	52
5.3 Efecto de la temperatura de recalentamiento entre 750 y 910°C seguido por temple sobre la microestructura de la aleación Ti-407	54
5.3.1 Caracterización por microscopía de luz reflejada. Estado de Pulido	54
5.3.2 Caracterización por microscopía de luz reflejada. Enfriamiento Lento.....	55
5.3.3 Caracterización por microscopía de luz reflejada. Enfriamiento Rápido.....	59
5.4 Difracción de Rayos X.....	62
5.5 Microscopía Electrónica de Barrido	67
5.5.1 Imágenes de electrones retrodispersados (BSE)	67
5.5.2 Difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD).....	70
5.5.3 Mapas de orientación	70
5.5.4 Mapas de fases	72
5.6 Microdureza Vickers.....	76
6.Conclusiones.....	81
6.1 Estimación de β -Transus por medio del diagrama Ti-V.....	81
6.2 Caracterización por microscopía de luz reflejada.	81
6.3 Difracción de Rayos X.....	82
6.4 Microscopía Electrónica de Barrido	82
6.5 Microdureza Vickers.....	82
7.Referencias bibliográficas	84

Lista de Tablas

Tabla 3.1 Aleaciones comerciales y sus propiedades.....	26
Tabla 3.2 Composiciones nominales y propiedades físicas de Timetal 407 y aleaciones comunes de referencia.....	27
Tabla 4.1 Tratamientos de recalentamiento (Fig. 4.3b) aplicados a las muestras sometidas a los tratamientos térmicos de solución (Fig. 4.3a). W- Temple en agua, H- Enfriamiento lento.....	41
Tabla 4.2 Reactivo utilizado para ataque metalográfico.....	43
Tabla 5.1 Cantidades relativas de las fases Alfa y Beta en función de la temperatura.....	46
Tabla 5.2 Información de los picos de difracción obtenidos.....	62
Tabla 5.3 Valores de Microdureza Vickers.....	76

Lista de figuras

Fig.3.1. Esquema del proceso Kroll para la obtención de titanio en forma metálica.....	5
Fig. 3.2 Titanio Esponja.....	6
Fig 3.3 Diagrama de flujo del proceso ITP/Armstrong para la obtención de titanio elemental o directamente la aleación Ti-6Al-4V.....	7
Fig. 3.4 Esquema del proceso electrolítico Cambridge/FFC.....	8
Fig. 3.5 Esquema de un horno de arco al vacío.....	9
Fig. 3.6 Tratamientos termomecánicos en el procesado convencional del titanio.....	10
Fig.3.7 Etapas de procesamiento convencional de productos de Ti y sus aleaciones.....	10
Fig. 3.8 Valores medios de las propiedades físicas del titanio en comparación a las de aluminio y hierro.....	11
Fig.3.9 Efecto de los elementos de aleación en función del estabilizador de la fase alfa.....	13
Fig.3.10 Efecto de los elementos de aleación en función del estabilizador de la fase Beta....	13

Fig. 3.11 Efecto de los elementos de aleación neutros.....	14
Fig.3.12 Diagrama de equilibrio de la fase Alpha estabilizada.....	15
Fig. 3.13 Diagrama de Fase Ti-Al.....	16
Fig.3.14 Diagrama de equilibrio eutectoide Ti-V.....	18
Fig. 3.15 Diagrama de equilibrio de tipo Isomorfo Ti-V.....	18
Fig. 3.16 Tipos de Diagramas de fase Ti-V.....	19
Fig. 3.17 Cálculos del efecto del contenido de O en el sistema Ti-V.....	21
Fig. 3.18 Diagramas de fases: A) Ti-O, B) Ti-Al y C) Ti-V.....	21
Fig.3.19 Estructura cristalina del Titanio. a) fase α . Hexagonal Compacta (HCP), b) fase β : Cúbica centrada en el cuerpo (BCC).....	22
Fig. 3.20 Esquema de la formación de la microestructura Widmanstätten en la aleación Ti– 6Al–4V.....	25
Fig. 3.21 Gráfico comparativo de las propiedades UTS en aleaciones de Ti.....	28
Fig.3.22 Micrografías de escala de laboratorio Ti64 (izquierda) y Ti-407 (derecha).....	29
Fig. 3.23 Resumen de las fases obtenibles tras distintos tratamientos térmicos de las aleaciones de titanio.....	33
Fig.3.24 Microestructura equiaxial.....	34
Fig. 3.25 Diagrama de equilibrio experimental tipo isomorfo Ti-V.....	35
Fig.3.26 Microestructura martensítica.....	36
Fig.3.27 Microestructura laminar.....	36
Fig.3.28 Microestructura Bimodal.....	37
Fig.3.29 Microestructura obtenida de ataque por inmersión. Utilizando el reactivo Kroll.....	38

Fig.4.1 Metodología empleada en el presente estudio. MO; Microscopía óptica; MEB: Microscopía Electrónica de Barrido, SE: electrones secundarios, BSE: electrones retrodispersados, EBSD: difracción de electrones dispersados frontalmente; EDXS: espectrometría por dispersión de energía de rayos-X, DRX: difracción de rayos-X.....	40
Fig.4.2 Muestras de la aleación experimental.....	41
Fig. 4.3 Representación esquemática de los tratamiento térmicos aplicados a las muestras.	
A) Primer tratamiento.....	42
B) Segundo tratamiento.....	42
Fig. 4.4 Equipo para caracterización. a) Olympus , modelo Vanox AHMT3.b) Microscopio óptico marca Keyence, modelo VHX 6000 digital) c) Microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL30 ESEM.....	43
Fig. 4.5 Diagrama Ti-V elaborado en el software de Excel.....	44
Fig. 4.6 Microdurómetro TUKON 300.....	45
Fig. 4.7 Difractómetro de rayos-X marca PANalytical modelo EMPYREAN.....	45
Fig. 5.1 Estimación gráfica de β -transus ($\alpha+\beta$) $\rightarrow$ β	47
Fig. 5.2 Micrografías en estado de pulido a 1000X. A) Enfriamiento lento B) Enfriamiento rápido.....	48
Fig. 5.3 Efecto del enfriamiento rápido en la microestructura en las fases. Beta transforma a Alfa. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	49
Fig. 5.4 Microestructura inicial: TTS: 940 °C por 2 horas: Placas Widmanstätten de fase α con morfología de “tejido de cesto” (“basketweave”) en una matriz de fase β	50
Fig. 5.5 Zoom de micrografía 1000X. EH.....	51
Fig. 5.6 Microestructura inicial: 940°C-2 horas + Temple en agua.....	52
Fig. 5.7 Zoom de micrografía 1000X. TA.....	53
Fig. 5.8 Microestructuras estado de pulido de las 18 muestras. W- Templadas. H- Enfriamiento lento.....	54

Fig. 5.9 Diagrama Ti-V isomorfos experimental señalando los puntos descritos.....	55
Fig. 5.10 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento lento a 100X..	56
Fig 5.11 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento lento a 1000X..	57
Fig. 5.12 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento rápido 100X.....	59
Figura 5.13 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento rápido a 1000X.....	60
Fig. 5.14 Patrones de difracción de Rayos X para Ti α -HCP y β -BCC.....	62
Fig. 5.15 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 750 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	63
Fig. 5.16 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 770 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	63
Fig. 5.17 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 790 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	64
Fig. 5.18 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 815 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	64
Fig. 5.19 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 830 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	64
Fig. 5.20 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 850 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	65
Fig. 5.21 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 870 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	65
Fig. 5.22 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 890 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	65
Fig. 5.23 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 910 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.....	66

Fig. 5.24 Imágenes de electrones retrodispersados BSE magnificación 5000X. A) Enfriamiento Lento. B) Temple en agua.....	67
Fig. 5.25 Micrografías 5000X a 750 °C. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento dentro del horno.....	68
Fig. 5.26 Micrografías 5000X a 850 °C. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento dentro del horno.....	68
Fig. 5.27 Micrografías 5000X a 910 °C. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento dentro del horno.....	69
Fig. 5.28 A) y B) Imágenes IQ(calidad). C) y D) Imágenes de figuras de polos inversa. TTS +EH y TTS+ TA.....	70
Fig. 5.29 A) y C) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS +TA+ 770°C+ TA. B) y D) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+EH+770°+ TA.....	71
Fig. 5.30 A) y C) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS +TA+ 830°C+ TA. B) y D) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+EH+830°+ TA.....	71
Fig. 5.31 A) y C) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS +TA+ 910°C+ TA. B) y D) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+EH+910°+ TA.....	72
Fig. 5.32 Mapa de fase “Muestra Inicial”. TTS +TA:A) Mapa de fases TA. B) Valores % fase. TTS+ EH: C) Mapa de fases EH. D) Valores % fase.....	72
Fig. 5.33 Mapa de fase : TTS +TA+ 770°C+ TA:A) Mapa de fases. B) Valores % fase. TTS+ EH+770°+ TA: C) Mapa de fases TA. D) Valores % fase.....	73
Fig. 5.34 Mapa de fase : TTS +TA+ 830°C+ TA:A) Mapa de fases. B) Valores % fase. TTS+ EH+830°+ TA: C) Mapa de fases TA. D) Valores % fase.....	73
Fig. 5.35 Mapa de fase : TTS +TA+ 910°C+ TA:A) Mapa de fases. B) Valores % fase. TTS+ EH+910°+ TA: C) Mapa de fases TA. D) Valores % fase.....	74
Fig. 5.36 Comportamiento de la cantidad de beta retenida y/o estabilizada A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento.....	75
Fig.5.37 Variabilidad de microdureza en las muestras recalentadas. A) TTS. B) 750°C. C) 830°C. D) 850°C. E) 910°C.....	77
Fig. 5.38 Gráficos de Dureza Promedio, máxima y mínima.....	78

Resumen

En este trabajo se estudió el efecto de las temperaturas de tratamiento térmico sobre la microestructura de Ti-407. El material experimental fue sometido a un tratamiento térmico de solución (TTS) a 940 °C durante 2 horas seguido de temple en agua y enfriamiento lento dentro del horno. Posteriormente, el material fue sometido a una serie de tratamientos térmicos de recalentamiento a temperaturas en el rango 750-910 °C durante 40 minutos y posteriormente templadas en agua hasta temperatura ambiente. Los efectos de la microestructura inicial y la temperatura del segundo tratamiento térmico sobre la microestructura final fueron evaluados mediante técnicas convencionales de metalografía (microscopías óptica y electrónica de barrido (imágenes de electrones secundarios (SE), retrodispersados (BSE), difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD) y espectroscopia por dispersión de energía de rayos-X (EDXS)), difracción de rayos-X (DRX) y mediciones de microdureza Vickers.

La revisión bibliográfica realizada abarcó una gran cantidad de estudios relacionados a los tratamientos térmicos aplicados a aleaciones comerciales, así como las microestructuras resultantes. A partir de estos antecedentes, se destacaron algunas características de las microestructuras esperadas de acuerdo a las condiciones de los tratamientos térmicos aplicados.

Para interpretar la información y presentarla de manera ordenada, se diseñaron diversos diagramas, esquemas y mapas, que permitieron identificar y analizar la información de manera más clara y concisa.

La velocidad de enfriamiento y su efecto en la redistribución de V durante las diferentes etapas de tratamiento térmico son los factores más importantes que determinan la microestructura al final de los tratamientos y la microestructura presente a las temperaturas del segundo tratamiento térmico.

1.Introducción

El titanio es un material metálico que posee excelentes propiedades mecánicas, alta resistencia a la corrosión y biocompatibilidad. Por lo anterior, las aleaciones de Ti son de gran interés para aplicaciones en las industrias , automotriz, química y médica. La aleación Ti-407 es un nuevo material estructural utilizado en la industria aeroespacial, su gravedad específica, resistencia y temperatura de servicio se encuentran entre las de las aleaciones de Al y el acero, pero tiene una alta resistencia específica y un excelente rendimiento a temperaturas muy bajas.

En el caso de la industria aeroespacial, este material se usa en la fabricación de componentes de aeronaves como turbinas de gas, en las cuales, aproximadamente la tercera parte de sus componentes están fabricados de titanio; por ejemplo, los alabes de los compresores fueron el primer componente manufacturado de este material.

En los últimos años la evolución de los diferentes campos de aplicación han generado cambios en las necesidades y características de los materiales. Tradicionalmente, la aleación Ti-6%Al-4%V, la cual pertenece al grupo de aleaciones $\alpha+\beta$, representa más del 50% de la producción de aleaciones de Ti. Otra aleación comúnmente usada en el campo industrial es Ti-3%Al-2.5%V.

La información obtenida en la revisión bibliográfica de este trabajo servirá de apoyo para comparar las relaciones procesamiento-microestructura-propiedades para estas aleaciones, sin embargo, es importante considerar que este tipo de aleaciones exhiben cambios significativos al someterse a diferentes tratamientos térmicos y termomecánicos, lo que genera modificaciones específicas a nivel microestructural y en sus propiedades mecánicas.

Existen diferentes microestructuras que pueden presentarse en estas aleaciones. Una de las más comunes suele ser la microestructura bimodal, la cual se genera cuando se aplican tratamientos térmicos u operaciones de conformado mecánico en el rango de temperatura $\alpha+\beta$ [1].

La cantidad de fase β que se transforma es de suma importancia ya que esta determina la estabilidad y resistencia. La fase β exhibe diferentes transformaciones y morfologías

dependiendo de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico o termomecánico.

El objetivo de este trabajo de investigación es la determinación experimental del efecto de la temperatura de recalentamiento entre 750 y 910 °C sobre la microestructura de la aleación Ti-407 sometida previamente a un TTS a 940 °C durante 2 horas y enfriada lentamente en el horno o templada en agua. En total se caracterizaron 20 muestras, 10 templadas en agua desde 940 °C y 10 enfriadas lentamente en el horno desde 940 °C. En estos experimentos, los efectos de la microestructura inicial (producida mediante temple en agua o enfriamiento en el horno) y de la temperatura de recalentamiento se evaluaron con dos objetivos fundamentales:

- 1) Determinar experimentalmente la temperatura β -transus ($\alpha+\beta$) $\rightarrow\beta$
- 2) Determinar el efecto de la temperatura de recalentamiento sobre las microestructuras (distribución de fases) a dichas temperaturas mediante temple en agua.

2.Objetivos

2.1 Objetivo general

- Determinar cuantitativamente la relación entre temperatura y distribución de fases en la microestructura de una aleación $(\alpha+\beta)$ -Ti-V-Al.

2.2 Objetivos específicos

- Establecer las técnicas de preparación de muestras para caracterización microestructural mediante microscopía óptica, electrónica de barrido y difracción de rayos-X de la aleación $(\alpha+\beta)$ -Ti-V-Al.
- Determinar la relación entre la microestructura presente a alta temperatura y la microestructura observada a temperatura ambiente en muestras sometidas a tratamientos térmicos a alta temperatura y templadas.
- Análisis cuantitativo del diagrama de fases Ti-V y del efecto del contenido de Al sobre la distribución de fases α -HCP y β -BCC en función de la temperatura.
- Desarrollar una relación cuantitativa teórica entre la temperatura y la distribución de fases en la aleación $(\alpha+\beta)$ -Ti-V-Al en función del contenido de Al.
- Desarrollar una relación cuantitativa empírica entre la temperatura y la distribución de fases en la aleación $(\alpha+\beta)$ -Ti-V-Al.

3.Marco teórico

3.1 Titanio

El titanio y sus aleaciones tienen una alta relación resistencia/peso (debido a su baja densidad), buena tenacidad a la fractura y excelente resistencia a la corrosión. Estos materiales se utilizan principalmente para fabricar piezas de compresores de motores de aviones y piezas estructurales de misiles y aviones de alta velocidad. A mediados de la década de 1960, el titanio y sus aleaciones se utilizaron en la industria general para fabricar electrodos para la industria electrolítica, condensadores para centrales eléctricas, calentadores para refinación y desalinización de petróleo y dispositivos de control de la contaminación ambiental, así como materiales para almacenamiento de hidrógeno y actuadores inteligentes a partir de aleaciones con memoria de forma (NiTi).

En la actualidad, la capacidad de producción anual de aleaciones de titanio en el mundo ha alcanzado más de 40,000 toneladas, con casi 30 tipos diferentes de grados de aleación.

El titanio exhibe dos estructuras cristalinas:

- Ti- α , estructura hexagonal compacta (HCP), estable a $T < 882^\circ\text{C}$.
- Ti- β , estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), estable a $T > 882^\circ\text{C}$. [1]

3.2 Métodos de obtención aleaciones de Ti

El titanio fue inicialmente descubierto a finales del siglo XVIII en la ilmenita ($\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$) y en forma de óxido rutilo (TiO_2); fue Gregor quién aisló un óxido metálico de la que fue llamada manaccanita en 1791 y Klaproth encontró en 1795 un nuevo metal en las rocas de Boinik que llamó titanio. Sin embargo, no fue hasta 1910 cuando Hunter preparó una pequeña cantidad de titanio de alta pureza (98-99%) mediante la reducción con sodio y después en el año 1937 el científico Kroll desarrolló un proceso que permitió la explotación industrial del titanio.[2]

La obtención de este material y las dificultades para procesar el Ti son derivadas de su alta reactividad, lo que resulta en procesos costosos y, en consecuencia, en un precio final más elevado en comparación a otros materiales estructurales. Dichas dificultades

aumentan a alta temperatura y, a causa de la alta reactividad, se requieren técnicas de procesamiento especiales para no introducir impurezas en el material.

El Ti reacciona con el oxígeno, el agua, el dióxido de carbono, el hidrógeno, etc.; por lo que se requieren hornos de vacío o atmósferas inertes durante su procesamiento. También es necesario evitar la presencia de aceites, huellas dactilares, grasa y pintura en la superficie del material porque aumenta el riesgo de fragilización. El oxígeno y el nitrógeno son fuertes estabilizadores de la fase alfa y contribuyen al endurecimiento por solución sólida. Este hecho incrementa la resistencia y dureza del material, pero disminuye notablemente la resistencia a la fatiga. A diferencia de la oxidación provocada por el oxígeno, el hidrógeno no crea una superficie visible con la que se pueda apreciar la contaminación con este elemento y se absorbe durante el procesamiento.

3.2.1 Método Kroll

Es un proceso discontinuo de reducción metalotérmica (Fig.3.1) que incluye la carbocloración del rutilo en un fluido a aproximadamente 1000°C mediante la reacción $\text{TiO}_2 + 2\text{Cl}_2 + \text{C} \rightarrow \text{TiCl}_4 + \text{CO}_2$ para poder obtener tetracloruro de titanio (TiCl_4) libre de oxígeno. Sucesivamente, se lleva a cabo una destilación fraccionada con el fin de eliminar la mayoría de las impurezas que quedan antes de introducir lentamente el TiCl_4 en un recipiente que contiene magnesio líquido a una temperatura comprendida entre 800°C y 900°C.

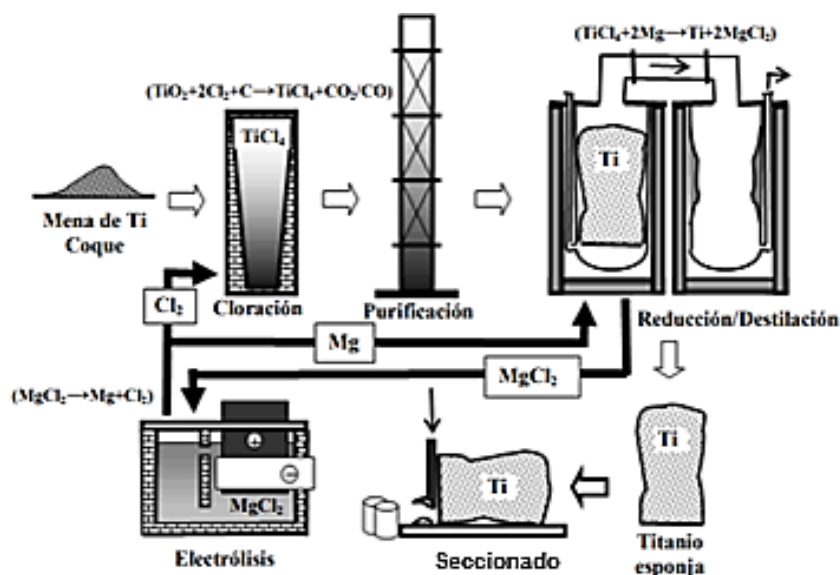


Fig.3.1. Esquema del proceso Kroll para la obtención de titanio en forma metálica.[3]

El esquema anterior muestra que en presencia de exceso de magnesio se obtiene titanio elemental en forma de esponja (Fig.3.2) mediante la reacción $\text{TiCl}_4 + \text{Mg} \rightarrow \text{Ti} + 2\text{MgCl}_2$ evitando la formación de dicloruro de titanio (TiCl_2). El tiempo de reducción es muy largo debido a la elevada cantidad de calor generado por la reacción exotérmica que gobierna esta etapa del proceso. Una vez obtenido, el titanio esponja se somete a molienda, aleación y consolidación, utilizando el proceso de fusión por arco en vacío (Vacuum Arc Remelting) o en un horno de fusión mediante haz de electrones (Electron Beam Cold Hearth Melting) en función del producto final deseado.[3]



Fig. 3.2 Titanio Esponja.[3]

Una variante del proceso Kroll es el proceso Hunter donde en lugar de Mg se emplea Na para reducir el TiO_2 a titanio elemental; todavía este proceso no se utiliza para la producción de titanio a nivel industrial, ya que resulta ser ligeramente más costoso. [4]. En la última década se han desarrollado nuevos procesos de reducción para la obtención de titanio metálico en forma de polvo entre los cuales destacan el proceso ITP/Armstrong y el proceso Cambridge/FFC (Fray-Farthing-Chen) que se describen brevemente a continuación. [5]

El ITP/Armstrong es un método continuo de bajo coste para la obtención de titanio elemental o aleaciones de titanio, ambos con un elevado grado de pureza, en una sola etapa que, en combinación con las técnicas pulvimetalúrgicas actualmente disponibles debería aportar una reducción de los costes finales de fabricación de los componentes hasta un 50%[6].

Esta técnica se basa en las mismas reacciones químicas empleadas en el proceso Hunter, pero se utiliza tetracloruro de titanio en fase gaseosa que viene inyectado en un circuito cerrado de sodio-líquido, permitiendo la finalización de la reacción a baja temperatura y obteniendo partículas muy finas de titanio elemental y NaCl.

El flujo continuo de sodio-líquido retira las partículas de la zona de reacción limitando el atrapamiento de elementos no reaccionados y de coproductos de la reacción y, por lo tanto, aumenta la pureza del producto final y la eficiencia del proceso. Controlando la geometría de la zona de reacción y las velocidades relativas de los flujos es posible variar la morfología y la distribución del tamaño de partículas. El polvo de titanio obtenido es sometido a un proceso de lavado antes de ser comercializado ya que cumple las especificaciones de los estándares en cuanto a composición química.

La Fig.3.3 muestra un esquema del diagrama de flujo del proceso ITP/Armstrong para obtener titanio elemental o la aleación Ti-6Al-4V donde se destaca la morfología dendrítica tipo coral del polvo obtenido[7] .

La novedad del proceso electrolítico Cambridge/FFC está en el enfoque empleado para la extracción del titanio, donde en lugar de intentar disolver el TiO_2 en una sal fundida, como en todos los intentos precedentes, se sujetan pellets de rutilo mediante un hilo Kanthal (Ni-Cr) y se sumergen en un baño fundido de CaCl_2 a una temperatura suficientemente alta, aproximadamente 900°C , y aplicando una corriente eléctrica el TiO_2 , notoriamente aislante, el rutilo se transforma en TiO_x ($x < 2$) que es conductor. Mediante esta configuración el oxígeno de los pellets se disuelve en la sal fundida y migra hacia el ánodo obteniéndose como resultado titanio metálico que se acumula en el cátodo. La gran ventaja de este proceso es que no es necesario emplear rutilo puro, mucho más costoso, sino óxidos de metales mixtos u otros precursores más económicos como residuos ricos en titanio[8]

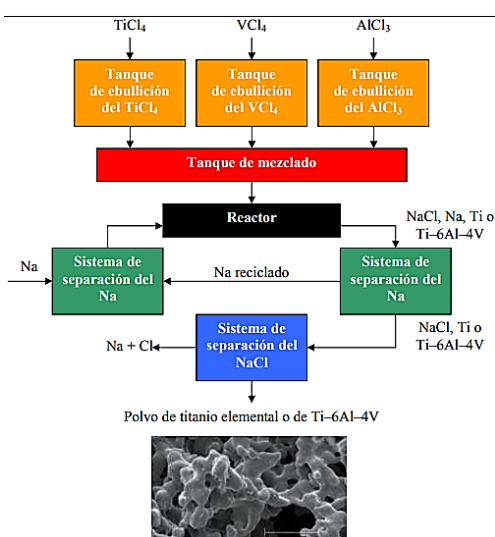


Fig 3.3 Diagrama de flujo del proceso ITP/Armstrong para la obtención de titanio elemental o directamente la aleación Ti-6Al-4V.[8]

Como en el caso del proceso Kroll, el proceso Cambridge produce titanio esponja, que no es nada más que una mezcla de titanio elemental y sales de elementos alcalinos o álcalis que es necesario moler y destilar con el fin de eliminar los sales.

El método FFC debería disminuir significativamente el coste del titanio hasta un tercio del valor actual, ya que puede producir titanio con un contenido de oxígeno alrededor de 60 ppm y aleaciones de titanio convencionales y novedosas. La Fig.3.4 muestra un esquema del proceso electrolítico Cambridge/FFC y una micrográfica del polvo de titanio elemental con morfología tipo esponja.[9]

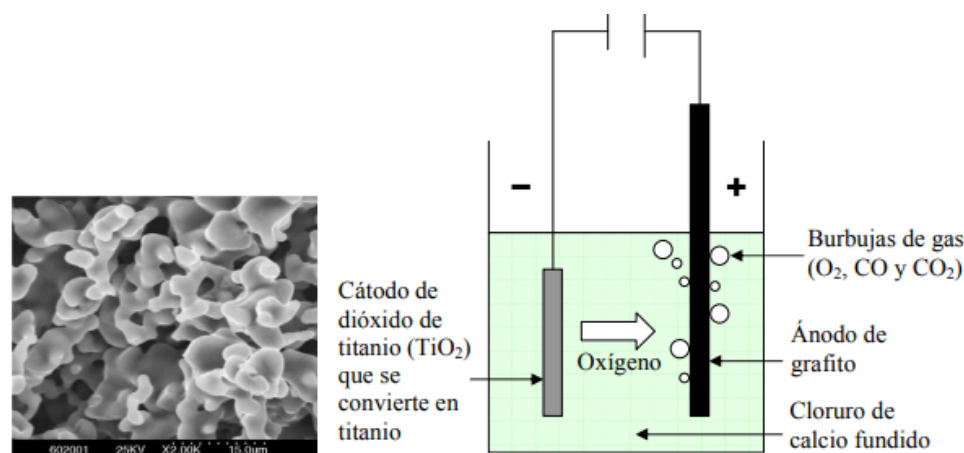


Fig. 3.4 Esquema del proceso electrolítico Cambridge/FFC.[9]

3.2.2 Lingotes

La fabricación de lingotes de Ti y sus aleaciones requiere muchas fusiones sucesivas con el objetivo de homogenizar la composición química y la microestructura. Gracias a dichas fusiones, los contaminantes más volátiles se eliminan de la esponja. Las preformas que se obtienen tras el proceso dependen de las especificaciones que se requieran y, en consecuencia, de la fundición específica aplicada.

El Ti fundido es muy reactivo, razón por la cual se requieren métodos de procesamiento especiales para producir lingotes (Fig.3.5). En ambos métodos (Fusiones sucesivas y preformas obtenidas) se impide el contacto del titanio con el horno. En primera instancia, la esponja se comprime mediante una prensa hidráulica y, si se desean añadir aleantes, estos se deben mezclar con la esponja antes de ser comprimida. Después de la compactación, el Ti y sus aleaciones se funden, ya sea en un horno de fundición por arco al vacío (VAR) o en un horno de fundición de hogar frío.[10]

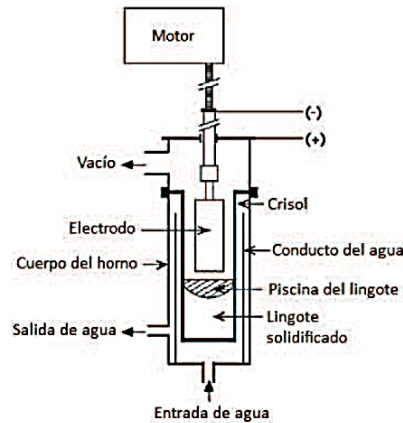


Fig. 3.5 Esquema de un horno de arco al vacío.[10]

3.2.3 Procesado primario

El acondicionamiento del lingote permite la generación de una superficie homogénea y libre de concentradores de tensión. Esto reduce el riesgo de rotura de la pieza durante las operaciones que sufra posteriormente. El acondicionamiento se logra mediante el mecanizado de la superficie del lingote, en un torno de características especiales, con el fin de retirar la capa superficial contaminada por el contacto con el aire a alta temperatura. Tras la preparación, el lingote inicial se puede convertir en una barra cuadrada, rectangular o circular con las aristas vivas o redondeadas a través de una serie de tratamientos termomecánicos tal y como se detalla en la Fig.3.6.

En primer lugar, se homogeneiza el material manteniendo la temperatura por encima de β -transus para eliminar defectos internos como poros o segregación. El material (tocho) es forjado a una temperatura superior a β -transus y una reducción de espesor de aproximadamente 40%. A continuación, la pieza se enfría en aire forzado para ser de nuevo calentada y deformada; esta vez a una temperatura inferior a β -transus para promover el proceso de recristalización. Después, la pieza se enfría al aire de forma natural. Los dos siguientes trabajos en caliente se pueden repetir tantas veces como sea necesario, dependiendo de las propiedades mecánicas que se deseen alcanzar. Estos procesos en su orden de ejecución son:

1. Recalentamiento de la pieza a una temperatura superior a β -transus, deformación y enfriamiento rápido.

2. Recalentamiento de la pieza a una temperatura inferior a β -transus y enfriamiento a velocidad de enfriamiento variable. Esta última etapa es especialmente útil para afinar la microestructura así como para homogeneizar el lingote.

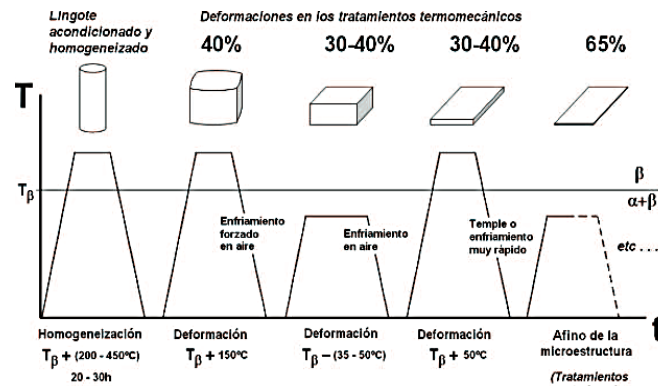


Fig. 3.6 Tratamientos termomecánicos en el procesamiento convencional del titanio.[11]

Existen cuatro tipos básicos de productos primarios de titanio, los cuales se ilustran en la Fig.3.7:

- Tocho: Típicamente es redondo y se usa como material de partida para procesos como forja o extrusión.
- Barra: Suele presentar un perfil circular o cuadrado que puede ser transformado por laminación para satisfacer una necesidad especial.
- Chapa: Tiene un espesor superior a los 25mm.
- Lámina: Es un producto cuyo espesor es igual o inferior a los 25mm.

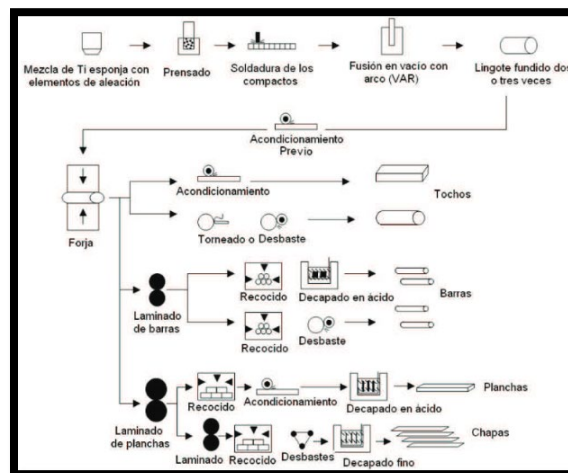


Fig.3.7 Etapas de procesamiento convencional de productos de Ti y sus aleaciones [11]

3.3 Propiedades del titanio

Independientemente de su forma de obtención, el titanio es el noveno elemento más abundante de la corteza terrestre. Es un metal de transición, como el hierro, el níquel o el cobalto, de color blanco-plata caracterizado por una estructura cristalina de tipo Mg, hexagonal compacta a temperatura ambiente.

Siendo el vigésimo segundo elemento de la tabla periódica, el titanio forma parte de los elementos del grupo IV y, por lo tanto, es un metal reactivo y electropositivo si bien, al contrario de la mayoría de los elementos vecinos, como las tierras raras y los elementos alcalinos, se pasiva, es decir, forma una capa superficial de óxido altamente resistente a la difusión que lo protege tanto de la corrosión en ambiente acuoso como de la oxidación a altas temperaturas, hasta aproximadamente 500°C, porque a partir de esta temperatura la ganancia de peso debida a la oxidación aumenta notablemente.

Su estructura electrónica presenta una capa d incompleta (3d² 4s²), lo que le permite formar soluciones sólidas sustitucionales o intersticiales con otros elementos, además como los otros metales del cuarto grupo, el Zr y Hf, el titanio está caracterizado por una baja conductividad eléctrica y térmica lo que se debe a la estructura electrónica y, principalmente, a la interacción de los electrones más cercanos al núcleo con los electrones exteriores de conducción. Por lo tanto, el titanio se caracteriza por una particular combinación de propiedades físicas que se muestran y comparan con las de aluminio y las del hierro en la Fig. 3.8.

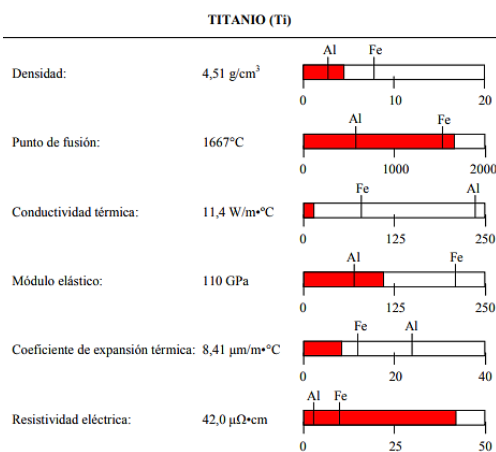


Fig. 3.8 Valores medios de las propiedades físicas del titanio en comparación a las de aluminio y hierro.[12]

Sin embargo, exhibe una gran reactividad con algunos elementos tales como el oxígeno, nitrógeno, hidrógeno y carbono. En el caso particular del hidrógeno, su reactividad puede afectar de forma negativa su comportamiento en servicio ya que la formación de hidruros produce fragilidad [12].

La temperatura de fusión de Ti puro es 1,667 °C, por lo tanto, en comparación con otros metales o aleaciones de uso ingenieril, solamente el cromo y el vanadio presentan un punto de fusión más elevado.[13]

Además, de su ligereza y alto punto de fusión, el Ti posee bajos valores de calor específico, coeficiente de dilatación y conductividad térmica. Pese a que no es tan ligero como el Al, ya que su densidad es de 4.51 g/cm³, casi el doble que la densidad del Al, se ha clasificado al Ti como metal ligero debido a:

- Presenta 2 estructuras cristalinas.
- Es un metal de transición.
- El titanio y sus aleaciones reaccionan con diferentes elementos intersticiales.
- El Titanio puede formar soluciones sólidas y compuestos con otros elementos.

3.4 Efecto de los elementos de aleación

El propósito principal de añadir elementos de aleación al titanio es mejorar sus propiedades mecánicas si bien pueden también conllevar otros efectos, como por ejemplo favorecer la resistencia a la corrosión.

Los elementos aleantes se suelen clasificar en función de la capacidad de estabilizar la fase α o la fase β y esto está relacionado con la estructura electrónica; elementos con un ratio de electrones/átomo inferior a 4, como el aluminio, estabilizan la fase α , elementos con ratio igual a 4 son neutros y, finalmente, elementos con ratio superior a 4 como el vanadio son betágenos o estabilizadores de la fase beta.[14]

Los elementos de la tabla periódica que actúan como elementos de aleación pueden ser divididos como a continuación se presenta.

3.4.1 Estabilizadores de la fase α

Los elementos que estabilizan la fase α aumentan la temperatura de la transformación de fase $\alpha \rightarrow \beta$ Al, C, O y N. El Al es el principal elemento de aleación de la aleación del Ti y, en solución sólida mejora la resistencia a temperatura ambiente y alta temperatura, reduciendo la gravedad específica y aumentando el módulo elástico de la aleación. Fig. 3.9.

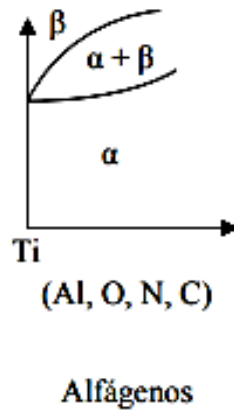


Fig.3.9 Efecto de los elementos de aleación en función del estabilizador de la fase alfa. [15]

3.4.2 Estabilizadores de la fase β

Los elementos de aleación que disminuyen la temperatura de la transición de fase $\alpha \rightarrow \beta$ se pueden clasificar en dos grandes grupos: a) isomórficos y b) eutectoides. Esta clasificación está basada en el tipo de diagrama de equilibrio que genera la adición de los elementos de aleación al Ti. Elementos como Mo, Nb y V generan diagramas de fase isomorfos. En contraste, elementos como Cr, Mn, Cu, Ni, H, Fe y Si, producen diagramas de fase de tipo eutectoide (Fig.3.10).

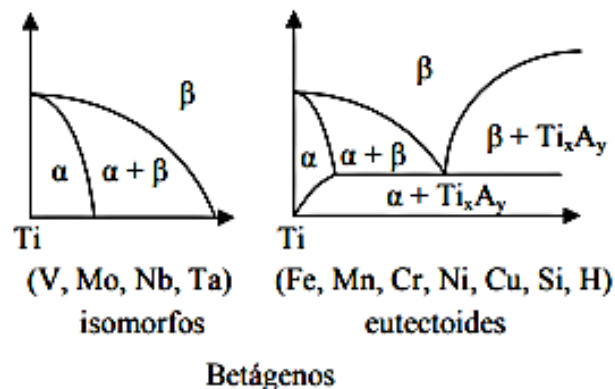


Fig.3.10 Efecto de los elementos de aleación en función del estabilizador de la fase Beta. [15]

3.4.3 Neutros

Los elementos neutros, como el Zr y el Sn, tienen poco efecto sobre la temperatura de la transición de fase $\alpha \rightarrow \beta$. Fig. 3.11.

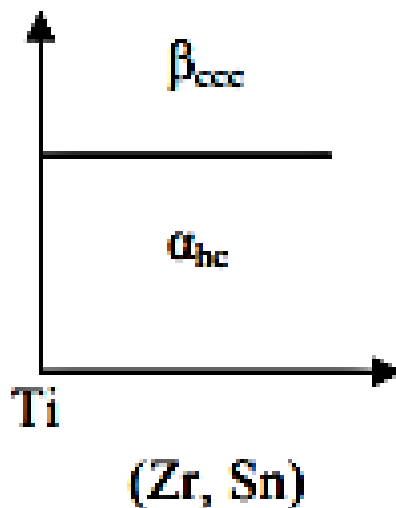


Fig. 3.11 Efecto de los elementos de aleación neutros.[15]

Una vez conocidos los elementos de aleación y el efecto que generan al alearse con el titanio, es importante conocer aquellos elementos que pueden afectar o interactuar con las propiedades de esta aleación. El O, N, C e H son las principales impurezas en las aleaciones de Ti. El O y el N tienen una mayor solubilidad en la fase α , lo que tienen un efecto de endurecimiento por solución sólida significativo en las aleaciones de Ti, pero reducen significativamente su ductilidad. Los contenidos de O y N en aleaciones de Ti generalmente se estipulan por debajo de 0.15-0.2% y 0.04-0.05%, respectivamente. La solubilidad del hidrógeno en la fase α es muy pequeña. El H excesivo disuelto en las aleaciones de Ti causa la formación de hidruros, lo cual fragiliza el material (como se menciona en el apartado 3.3). Por lo general, el contenido de H en las aleaciones de Ti se controla por debajo de 0.015%. La disolución de H en Ti es reversible.[15]

3.5 Clasificación de las aleaciones de Titanio

En general, las aleaciones de Ti se clasifican entre grupos dependiendo de la microestructura de la matriz a temperatura ambiente: aleaciones α , aleaciones $(\alpha+\beta)$ y aleaciones β .

3.5.1 Aleaciones α

Las aleaciones α son monofásicas y la matriz es una solución sólida de la fase α , la cual es estable a altas temperaturas dependiendo de la composición química. Estas aleaciones exhiben mayor resistencia al desgaste y a la oxidación que el Ti puro y su resistencia mecánica es estable a temperaturas en el rango 500-600 °C. Sin embargo, este tipo de aleaciones no puede endurecerse mediante tratamientos térmicos y su resistencia a temperatura ambiente no es alta. [16]

Los elementos químicos con menos de cuatro electrones de enlace por átomo estabilizan la fase α y aumentan la temperatura de transformación $\alpha \rightarrow \beta$ alotrópica (Fig.3.12). A este grupo de elementos pertenecen el Al y el Ga. El Al es el elemento de aleación alfégeno más empleado comercialmente, ya que este metal es barato, disminuye la densidad de la aleación, permite mantener una mejor ductilidad en comparación a otros elementos alfégenos y aumenta la resistencia a la oxidación a temperaturas elevadas. Sin embargo, no se utilizan porcentajes superiores al 6–8% en peso.

La aleación alfa más empleada es la Ti–5Al–2,5Sn, la cual queda completamente formada por titanio alfa hasta los 950°C y puede ser endurecida notablemente mediante temple y envejecimiento. Igualmente, posee una excelente soldabilidad y buena resiliencia en aplicaciones criogénicas a la vez de ser conocida por ser una aleación difícil de procesar.

La Fig. 3.13 muestra el diagrama de fases Ti-Al, donde se puede observar cómo, a medida que aumenta la concentración de Al, aumentan también las temperaturas de transformación $\alpha \rightarrow (\alpha+\beta)$ y $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$. A la temperatura final de esta última transformación se le denomina β -transus.[17]

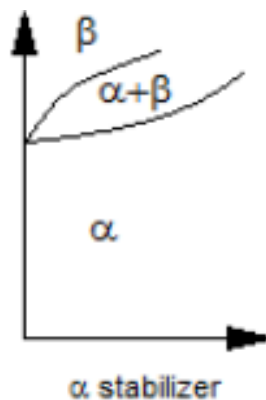


Fig.3.12 Diagrama de equilibrio de la fase Alpha estabilizada. [17]

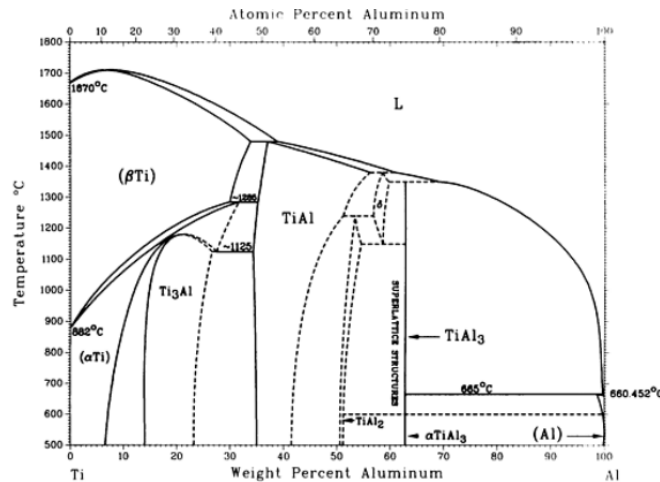


Fig. 3.13 Diagrama de Fase Ti-Al. [17]

3.5.2 Aleaciones β

Las aleaciones β son monofásicas y la matriz es una solución sólida de la fase β , la cual es estable a altas temperaturas dependiendo de la composición química. Este tipo de aleaciones exhiben alta resistencia mecánica incluso sin tratamiento térmico debido a la alta concentración de elementos de aleación. Generalmente estas aleaciones son sometidas a tratamientos térmicos de solución, enfriamiento rápido y envejecimiento, dando lugar a incrementos significativos de resistencia. A temperatura ambiente es posible alcanzar valores de resistencia a la tracción en el rango 1372-1666 MPa. Sin embargo, la estabilidad térmica de las microestructuras responsables de estas propiedades mecánicas es pobre y existen límites para las condiciones de servicio a altas temperaturas.

Las aleaciones β pueden ser endurecidas por tratamiento térmico y las propiedades mecánicas que se obtienen dependen de los productos de transformación producidos por el enfriamiento y tratamientos térmicos subsecuentes, por ejemplo tratamientos de envejecimiento. Dependiendo de la concentración de elementos estabilizadores de la fase β , se pueden obtener microestructuras estables y/o metaestables. Estas aleaciones generalmente contienen cantidades significativas de V y Mo en su composición química y conservan la estructura β a temperatura ambiente. Las aplicaciones de estas aleaciones están relacionadas con piezas sujetadoras de alta resistencia y elementos estructurales en componentes aeroespaciales.

Dentro de las aleaciones comerciales sólo existe este último grupo, por lo que a las aleaciones metaestables se las denomina aleaciones β . Cuando este tipo de aleaciones son sometidas a tratamientos térmicos de solución, temple y envejecimiento, la fase β se transforma parcialmente a α , creando pequeñas concentraciones retenidas en la fase β . Esto aumenta la resistencia de la aleación. Las aleaciones β exhiben un módulo de elasticidad bajo, por lo que son muy atractivas para aplicaciones en el campo de la biomedicina.

3.5.3 Aleaciones $\alpha+\beta$

Las aleaciones $\alpha+\beta$ exhiben buenas propiedades integrales, buena estabilidad microestructural, buena tenacidad a la fractura, excelente ductilidad y grandes propiedades de formabilidad a alta temperatura. Pueden procesarse mediante operaciones de conformado en caliente (por ejemplo: forja) y endurecerse mediante tratamientos térmicos de solución, temple y envejecimiento. Después de estos tratamientos térmicos, la resistencia aumenta 50%-100% en comparación con el estado de recocido y la resistencia a altas temperaturas puede mantenerse estable durante mucho tiempo a temperaturas en el rango 400-500 °C. La estabilidad térmica es inferior a la de las aleaciones de tipo α .

Entre los tres tipos de aleaciones, las aleaciones tipo- α y tipo- $(\alpha+\beta)$ son las más utilizadas y las aleaciones tipo- α exhiben la mejor maquinabilidad.

Los elementos químicos con más de cuatro electrones de enlace por átomo tienden a formar soluciones sólidas en Ti estabilizando la fase β , y disminuyendo la temperatura de transformación $\alpha+\beta$. A este grupo de elementos (betágenos) como mencionó antes en el apartado 3.4.2 pertenecen el V y el Mo, el W, el Nb, entre otros. Al aumentar la cantidad de elementos betágenos se obtiene un aumento de la densidad de la aleación, una mejor respuesta a los tratamientos térmicos, un aumento de la procesabilidad y mayor sensibilidad a la velocidad de deformación, pero disminuye la resistencia a la fluencia en caliente y la soldabilidad. Una aleación de titanio $\alpha + \beta$ está caracterizada por una microestructura que varía en función del tratamiento termomecánico. Se puede encontrar una estructura completamente laminar, equiaxial o combinación de ambas “bimodal”.[18]

3.6 Diagrama de equilibrio Ti-V

En la Fig.3.14 se ilustra el diagrama de equilibrio Ti-V. Este diagrama permite evaluar los efectos del contenido de V y la temperatura sobre la microestructura de equilibrio de aleaciones Ti-V. Como se puede apreciar, este diagrama de equilibrio es de tipo eutectoide y exhibe un rango de inmiscibilidad de las fases α -Ti y β -V entre 20 y 80%V a temperaturas entre 950 y 1100 °K, aproximadamente.

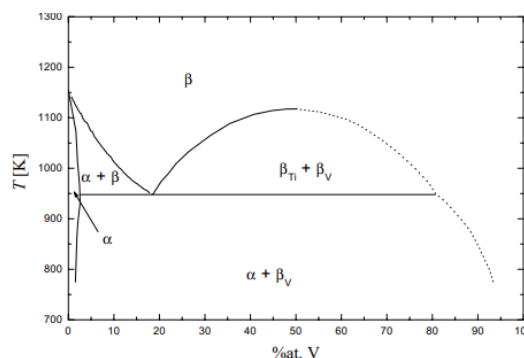


Fig.3.14 Diagrama de equilibrio eutectoide Ti-V.[19]

Es importante resaltar que, dependiendo del contenido de V, las microestructuras que pueden observarse en condiciones de equilibrio varían significativamente.[19]

La figura anterior muestra uno de los diagramas de equilibrio que pueden presentarse en este tipo de aleaciones, sin embargo, el que se utilizara en este trabajo para analizar el efecto de la temperatura en los diferentes rangos de tratamiento es el que se observa en la Fig. 3.15, el cual es un diagrama tipo isomorfo.

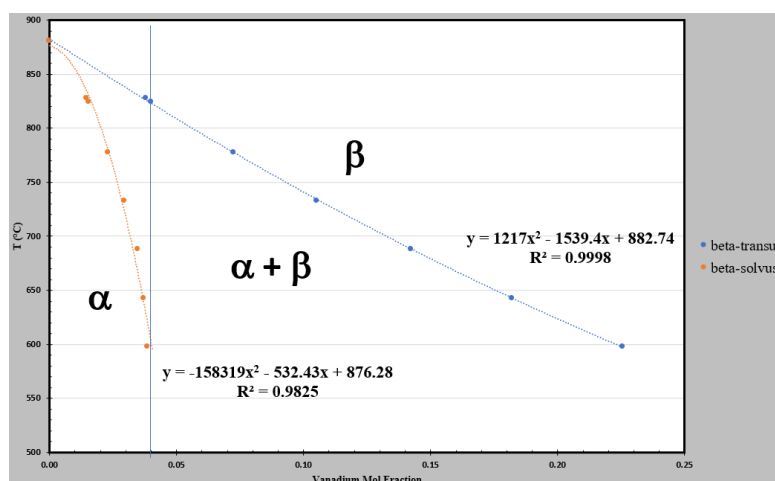


Fig. 3.15 Diagrama de equilibrio de tipo Isomorfo Ti-V.[20]

En ese diagrama se detallan las expresiones correspondientes para los cálculos de las líneas alfa-solvus y beta-transus. Dicho diagrama será de suma importancia en los apartados de experimentación y discusión de resultados.[20]

3.6.1 Generalidades

La termodinámica del sistema Ti-V ha sido descrita por varios investigadores en base a cálculos realizados con el sistema CALPHAD [20]. En general, se han reportado dos tipos de diagramas de fases: 1) El primero donde la campana de miscibilidad en la fase β -BCC (Ti-V) es metaestable (Fig. 3.16 , líneas solidas solidas) y 2) El segundo donde el rango de miscibilidad es estable (Fig. 3.16 líneas punteadas).

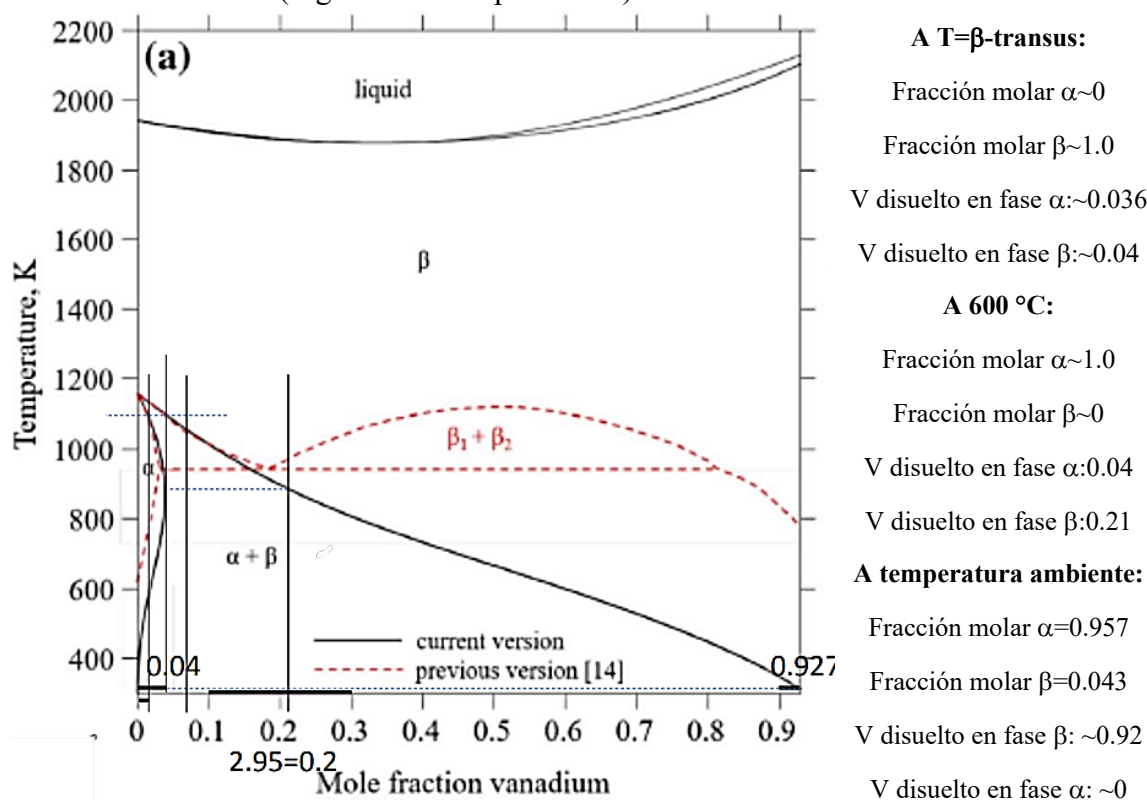


Fig. 3.16 Tipos de Diagramas de fase Ti-V.[21]

De acuerdo a la figura anterior resulta aparente que en el diagrama, a temperaturas menores de aproximadamente 600°C, la cantidad de fase Beta aumenta durante el enfriamiento hasta que, a temperatura ambiente, la microestructura está formada por alrededor de 0.04 de fase beta y el resto de fase alfa.

El diagrama de fases revisado por Murray, basado en los datos experimentales de Ermanis y Molokanov sugieren que la β -transus disminuye continuamente con el incremento

en el contenido de V y no ocurre la transformación monotectoide ($\beta \rightarrow \beta_1 + \beta_2$). Resulta particularmente interesante notar que del trabajo de Murray se concluyó que las bajas velocidades de enfriamiento o la contaminación con oxígeno (O) incrementan la β -transus.[21]

Murray [22] actualizó el cálculo del diagrama de fases Ti-V basado únicamente en datos experimentales reportados por Nakano et al. [23] y sugirió un diagrama de fases caracterizado por una campana de miscibilidad en el campo de la fase β -BCC (Ti-V) con una temperatura crítica de 850 °C (1123 K) y una temperatura monotectoide de 675 °C (948 K). Estos resultados han sido cuestionados por Fuming y Flower quienes no encontraron evidencia de la transformación monotectoide ($\beta \rightarrow \beta_1 + \beta_2$). Sin embargo, estos investigadores establecieron un campo de estabilidad bifásico ($\alpha + \beta$) con una β -transus que disminuye con el contenido de V. Fuming and Flower también estudiaron muestras con varios niveles de impurezas de O y concluyeron que este elemento amplía la campana de miscibilidad y el campo de estabilidad ($\alpha + \beta$).

3.6.2 Efecto del contenido de O en el sistema binario Ti-V

Lindwall y col. calcularon el efecto del contenido de oxígeno sobre el diagrama de fases del sistema Ti-V.

Los diagramas calculados muestran que al incrementarse el contenido de O la β -transus y la β - solvus aumentan significativamente. La máxima solubilidad y la temperatura de máxima solubilidad de V en Ti disminuye de ~ 0.039 a ~ 0.016 . Molokanov y col. [13] midieron la solubilidad del V en Ti usando Ti de ultra alta pureza. Los resultados mostraron una máxima solubilidad de 0.037 fracción molar a temperaturas entre 773 y 873 °K (500-600 °C). No obstante otros investigadores han reportado valores más bajos pero usando materiales de menor pureza.[23]

De acuerdo con los resultados de los cálculos de Lindwall y col. la temperatura de máxima solubilidad del V en Ti aumenta al aumentar el contenido de oxígeno en la aleación Ti-V.

En la Fig.3.17 se observa el diagrama con los resultados obtenidos y determinados mediante cálculos.

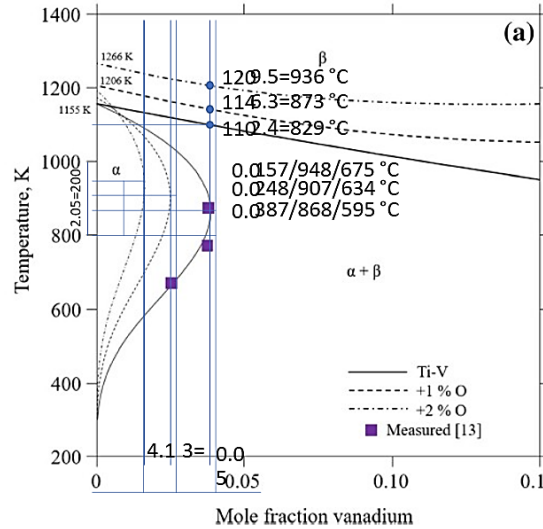


Fig. 3.17 Cálculos del efecto del contenido de O en el sistema Ti-V.[23]

Es relevante hacer mención que con tan solo 1% de O en solución, la β -transus se incrementa a valores superiores a 873 °C, por lo tanto, si el porcentaje de oxígeno fuera superior los cambios sería aún más significativos afectando el comportamiento y distribución de las fases del material.

3.6.3 Diagramas de fases Ti-O, Ti-Al y Ti-V

En la Fig.3.18 se ilustran los diagramas de Ti con diferentes elementos, haciéndose notar los efectos de las cantidades de Al menores a 1% y de O menores a 0.1% tienen efectos pequeños sobre las temperaturas de transformación de una aleación con 4% de V.

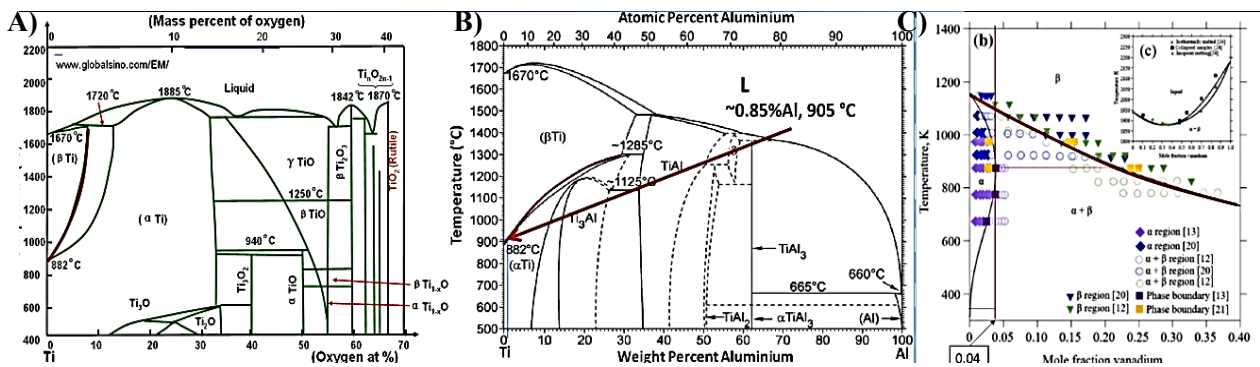


Fig.3.18 Diagramas de fases: A) Ti-O, B) Ti-Al y C) Ti-V.[24]

Dichos efectos se ven contrarrestados por el efecto del contenido de V. El incremento de Beta-Transus causado por el Al y el O es contrarrestado fácilmente por el alto contenido de V en la aleación de Ti-407.

3.7 Transformaciones de fase

Los elementos de aleación que se añaden al titanio suele ser clasificados en función del efecto estabilizador que tiene con respecto a una u otra fase, es decir, alfégenos, betágenos o neutros, tal como se ha explicado en el apartado 3.4.

El contenido de aluminio, que resulta ser el más importante de los elementos de aleación alfégenos, suele estar limitado a un 6% en peso con el fin de evitar la formación de cantidades significativas de precipitados Ti_3Al en la fase α . En el caso del vanadio y del niobio, que están caracterizados por un diagrama de fases binario con el titanio cuantitativamente muy parecido, el porcentaje máximo suele estar limitado aproximadamente a un 15% en peso, obteniendo una disminución de la temperatura de beta transus de 150–180°C.[24]

Dicho lo anterior, el Ti exhibe una transformación alotrópica a 882 ± 2 °C, pasando de una estructura hexagonal compacta (fase α) a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase β). La Fig. 3.19 muestra las características principales de la red cristalina del titanio en fase α y fase β .

Microestructura bifásica:

- Fase α → Hexagonal compacta (<882°C) rica en Al.
- Fase β → Cúbica centrada en el cuerpo BCC (>882 °C) rica en V.

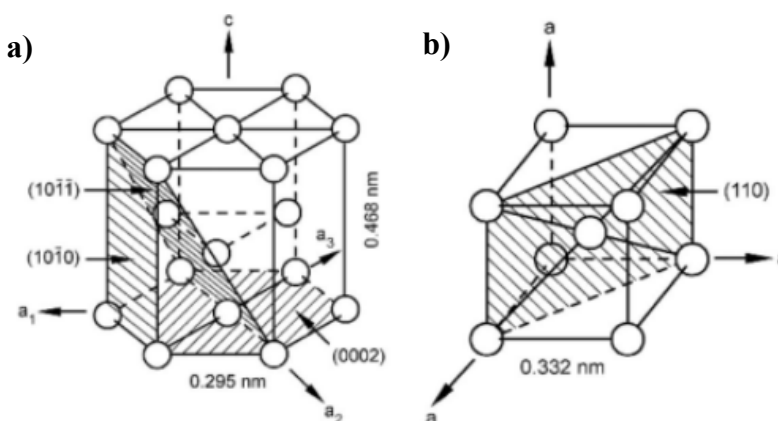


Fig.3.19 Estructura cristalina del Titanio. a) fase α . Hexagonal Compacta (HCP), b) fase β : Cúbica centrada en el cuerpo (BCC).[25]

La estructura hexagonal compacta (α) es estable a bajas temperaturas y la cúbica centrada en el cuerpo (β) es estable a altas temperaturas a partir de 882 °C hasta el punto de fusión. En principio, la presencia de esta transición alotrópica ofrece la posibilidad de obtener aleaciones compuestas por una microestructura solo de α , solo de β o mixta de $\alpha+\beta$ y, por lo tanto, la posibilidad de aprovechar diferentes tipos de tratamientos térmicos para modificar los constituyentes microestructurales y, consecuentemente, las propiedades mecánicas deseadas para aplicaciones específicas. A nivel general, la fase α resiste principalmente a la deformación plástica, es menos dúctil y es más resistente a la fluencia en caliente, si bien las propiedades físicas y mecánicas son más anisotrópicas. Además, las velocidades de difusión de los diferentes elementos en la fase α son dos órdenes de magnitud inferiores a las de los mismos elementos en la fase β . Cabe destacar que a elevadas presiones el titanio puede formar una tercera fase con estructura hexagonal, denominada ω , la cual es muy frágil y puede causar problemas de agrietamiento y fractura durante los tratamientos térmicos. Sin embargo, el control apropiado de la composición y la aplicación de tratamientos de recocido suprimen la formación de esta fase no deseada.

Dependiendo de los elementos de aleación, se pueden obtener microestructuras α , β o bifásicas α/β . Las microestructuras α/β se dividen, a su vez, en ricas en α , cuando la microestructura es mayoritariamente α , y ricas en β , cuando la microestructura de la aleación es mayoritariamente β . Los diagramas de equilibrio entre fases dependerán del tipo de elementos de aleación en la composición química, tal y como se observó en el apartado 3.5.[25]

La transformación de fase que se genera al enfriar el titanio elemental o una de sus aleaciones, es decir de una estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase β) a una estructura hexagonal compacta (fase α), puede ocurrir mediante dos procesos particulares en función de la velocidad de enfriamiento empleada y de la composición de la aleación:

- **Nucleación y crecimiento gobernado por la difusión:** Si la velocidad es lo suficientemente baja, durante el enfriamiento la fase α empieza a nuclear preferentemente en los bordes de grano de la fase β en forma de agujas o láminas y crece en el interior de los granos de β hasta que se encuentran unas con otras. Al final las láminas de fase α quedan separadas en el interior de las colonias por la fase β

retenida originando una microestructura denominada laminar [26].

- **Transformación adifusional (“martensítica”):** En el caso de una velocidad de enfriamiento superior a la crítica, que conlleva cruzar la temperatura de inicio de la transformación a difusional M_s , los átomos no tienen el tiempo suficiente para difundir y, por lo tanto, se origina un movimiento cooperativo de estos átomos que pasan de una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo a una hexagonal denominada martensita (α') que se caracteriza por poseer la misma orientación que tiene α con respecto a β , por lo que en ocasiones es difícil de distinguir de la fase acicular. A su vez, esta martensita hexagonal puede tener dos tipos de morfologías designadas como masiva, que se encuentra exclusivamente en el titanio puro y está compuesta por zonas irregulares relativamente grandes (50–100 μm) que contienen agrupaciones de pequeñas láminas de fase α con un espesor variable entre 0,5 y 1 μm , y acicular. Esta última se encuentra en aleaciones con elevado contenido de elementos betágenos, equivalente a una baja temperatura de transformación adifusional, y se compone de láminas de α con diferentes orientaciones. Con el aumento del porcentaje de los elementos de aleación, la estructura hexagonal se distorsiona y denomina martensita ortorrómbica (α'').
- Finalmente, si bien no tiene ninguna aplicación comercial en las aleaciones de titanio, es importante remarcar que, aquellas donde la transformación martensítica está inhibida, la fase β se descompone atómicamente tras el temple, formándose la fase ω atermal, es decir una dispersión uniforme de partículas extremadamente finas (2–4 nm). Las características de la fase ω pueden ser diferentes dependiendo del contenido de V en la aleación. A bajos contenidos de V (fracción molar <0.16) esta fase tiene una estructura BCC distorsionada con simetría hexagonal. Sin embargo, a mayores contenidos de V, los patrones de difracción de electrones de la fase ω exhiben un menor número de reflexiones específicas, lo cual ha sido explicado en términos del colapso parcial de la estructura BCC a bajos contenidos de V en lugar del colapso total de la estructura HCP.

La fase α puede ser endurecida por solución sólida intersticial, principalmente aumentando el contenido de oxígeno, o bien por solución sólida de sustitución mediante

pequeños porcentajes de aluminio, estaño y circonio. Por otro lado, cuando una aleación $\alpha + \beta$ es calentada hasta campo de la fase β y sucesivamente enfriada lentamente, parte de los granos de beta se transforman en alfa formando una microestructura Widmanstätten de $\alpha + \beta$ en equilibrio donde la fase alfa nuclea a lo largo de los bordes de grano de la fase beta como se muestra en la Fig. 3.20.[27]

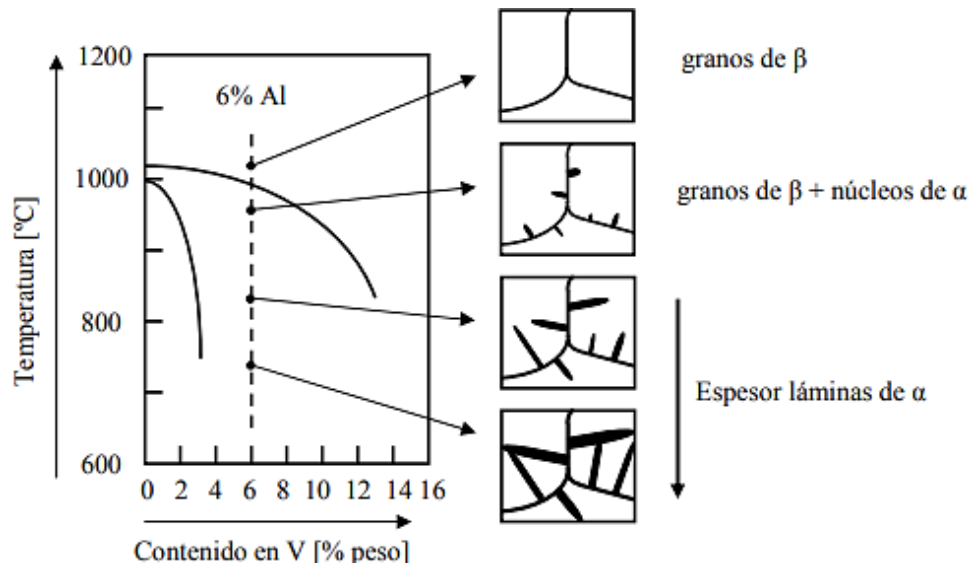


Fig. 3.20 Esquema de la formación de la microestructura Widmanstätten en la aleación Ti-6Al-4V.[27]

La morfología de la fase Widmanstätten α puede variar entre una colonia de láminas de α alineadas y de forma similares hasta una microestructura en “cesta” al aumentar la velocidad de enfriamiento y el contenido de elementos de aleación. Cuando se somete una de estas aleaciones al tratamiento de temple en agua, gran parte de la fase beta se transforma martensíticamente en la fase metaestable α' , que está caracterizada por una estructura cristalina hexagonal, o en la fase metaestable α'' (ortorrómbica) donde α'' prevalece sobre α' al aumentar el contenido de elementos betágenos. Estas fases martensíticas no son tan duras como en el caso de los aceros ya que las impurezas intersticiales son más solubles en la fase hexagonal compacta de baja temperatura con respecto a la fase cúbica centrada en el cuerpo (BCC.) de alta temperatura. Consecuentemente, la deformación del retículo cristalino inducida por los elementos intersticiales que quedan atrapados no endurecen el titanio; por lo contrario, las fases α' o α'' aumentan la resistencia a fractura del titanio debido al menor tamaño de grano que la caracteriza y a la elevada densidad de dislocaciones que se genera.[28]

3.8 Aleaciones Comunes

Las aleaciones de Ti más utilizadas son la Ti 6Al-4V y Ti-3Al-2.5V, a continuación se muestran y se comparan estas aleaciones con la Ti-407 la cual es la aleación de estudio en el presente trabajo.

En la Tabla 3.1 se muestran las composiciones químicas nominales y las propiedades de resistencia en tensión uniaxial de las aleaciones de Ti más comunes.

Tabla 3.1 Aleaciones comerciales y sus propiedades.[28]

	$\sigma_{\text{Tracción}}$	Límite elástico	Límite de impurezas, % en peso máximo				
	MPa	MPa	N	C	H	Fe	O
<i>Aleaciones α y casi α</i>							
Ti-0.3Mo-0.8Ni	480	380	0.03	0.10	0.015	0.30	0.25
Ti-5Al-2.5Sn	790	760	0.05	0.08	0.02	0.50	0.20
Ti-5Al-2.5Sn-ELI	690	620	0.07	0.08	0.0125	0.25	0.12
Ti-8Al-1Mo-1V	900	830	0.05	0.08	0.015	0.30	0.12
<i>Aleaciones $\alpha+\beta$</i>							
Ti-6Al-4V	900	830	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20
Ti-6Al-4V-ELI	830	760	0.05	0.08	0.0125	0.25	0.13
Ti-8Mn	860	760	0.05	0.08	0.015	0.50	0.20
Ti-3Al-2.5V	620	520	0.015	0.05	0.015	0.30	0.12
<i>Aleaciones β</i>							
Ti-13V-11Cr-3Al	1170	1100	0.05	0.05	0.025	0.35	0.17
Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al	1170	1100	0.03	0.05	0.015	2.5	0.17
Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	900	830	0.03	0.05	0.20	0.25	0.12

3.8.1 Ti6Al-4V

Esta aleación, de tipo ($\alpha+\beta$) y denominada Ti64, es la más utilizada en la actualidad y fue desarrollada originalmente para el mercado aeroespacial, principalmente para la fabricación de componentes estructurales. Últimamente, la aleación ha tenido un gran uso en el mercado del petróleo y gas, donde es esencial una combinación de alta resistencia mecánica, alta resistencia a la corrosión y bajo peso.

La densidad del Ti64 es el 50 % menor que la densidad de las superaleaciones base Ni y los aceros inoxidable. Por lo tanto, se utiliza mucho en diversas aplicaciones debido a su alta relación resistencia-peso. Normalmente se utiliza en estado recocido a temperaturas de servicio de hasta 400 °C. Sin embargo, puede ser tratada térmicamente para obtener una mayor resistencia en secciones de menos de 10 cm de espesor. Además son aptas para aplicaciones hasta una temperatura máxima de servicio de 600°C.[29]

3.8.2 Aleación Ti-407

La aleación Ti407 (Ti-4V-0.8Al-0.08Fe-0.2Si en % en peso) es una aleación $\alpha+\beta$ desarrollada principalmente para combinar una alta formabilidad con una resistencia mejorada en comparación con el titanio comercialmente puro, excelente maquinabilidad y ductilidad. Para lograr estos objetivos, la aleación se diseñó comenzando con Ti-4V base similar a Ti-6Al-4V para retener la fase β a temperatura ambiente pero con un contenido de Al más bajo (~0,8% en peso). La reducción del contenido de Al en aleaciones casi α o $\alpha+\beta$ como Ti-407 promueve el maclado, lo que a su vez mejora la formabilidad y la resistencia al impacto, ya que aumenta la velocidad de endurecimiento por deformación. Además, la reducción del contenido de Al mejora la ductilidad y la maquinabilidad. [29]

3.8.3 Comparación de las aleaciones Ti

En la Tabla 3.2 se muestra la composición de Ti-407 en comparación con las aleaciones de referencia Ti64 y Ti-3Al-2.5V (Ti3-2.5). Como se puede apreciar, la diferencia en composición química resulta en una disminución significativa de la β -transus para la aleación Ti-407.[30]

Tabla 3.2 Composiciones nominales y propiedades físicas de Timetal 407 y aleaciones comunes de referencia.[30]

Atributo	Ti-407	Ti64	Ti 3-2.5
Al, % en peso	0.85	6.0	3.0
V, % en peso	3.90	4.0	2.5
% en peso	0.15	0.15	0.10
Si, % en peso	0.25	-	-
Fe, % en peso	0.25	0.15	-
ρ , gramos cm ⁻³	4.53	4.42	4.48
ρ , libras en ⁻³	0.164	0.160	0.162
$\sim T_{\beta},^{\circ}\text{C}$	877	996	935
$\sim T_{\beta},^{\circ}\text{F}$	1610	1825	1715

En la tabla anterior se pueden observar los valores de las composiciones y como estas influyen de manera directa en las temperatura de transformación de la fase β . Las propiedades se visualizan en la Fig.3.21, en la cual se comparan los valores de resistencia (UTS) y ductilidad (%Elongation-to-failure) a escala de producción de la aleación Ti407 con los de otras aleaciones de titanio disponibles comercialmente, tales como CP-Ti (Grado 1), Ti-3Al-2.5V y Ti-6Al-4V.

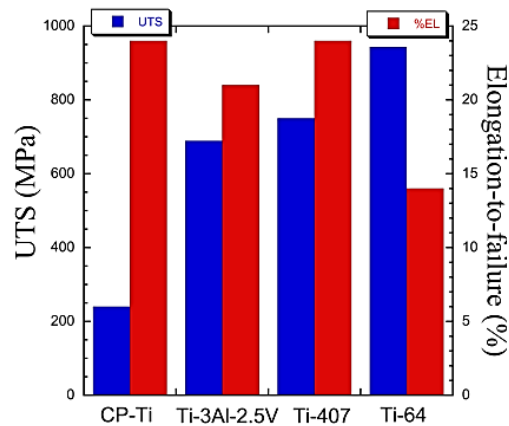


Fig. 3.21 Gráfico comparativo de las propiedades UTS en aleaciones de Ti.[31]

La UTS de Ti-407 es mayor que las aleaciones CP-Ti y Ti-3Al-2.5V pero menor que Ti-6Al-4V. Por otro lado, el alargamiento hasta la falla es mucho mayor (~24 %) que el Ti-6Al-4V (~14 %) y comparable con el CP-Ti. Por lo tanto, esta aleación se puede considerar como un reemplazo directo de las aleaciones CP-Ti y Ti-3Al-2.5V. Si la resistencia no es un criterio de diseño estricto, esta aleación también puede reemplazar a Ti-6Al-4V con una formabilidad y maquinabilidad mejoradas.

En la Fig.3.22 se comparan las microestructuras típicas de las aleaciones Ti64 y Ti-407. En las micrografías se observa un poco de similitud, sin embargo, la aleación Ti64 presenta una mayor cantidad de fase alfa, si bien los contenidos de Vanadio son muy similares la verdad es que la diferencia en el contenido de Al provoca que la temperatura de transformación de alfa sea mayor y se presenta una mejor estabilidad de la misma. Ambas aleaciones presentan buenas características, no obstante dependiendo de la aplicación una puede considerarse mejor que la otra. En el caso de Ti64 presenta buenas propiedades de resistencia a la tracción, dureza y un gran comportamiento a altas temperaturas en comparación a la Ti-407, a pesar de estas propiedades la Ti-407 brinda una mejor ductilidad, incluida la formación y maquinabilidad a baja temperatura, así como aplicaciones que requieren un alto grado de absorción de energía.

La desventaja de este tipo de aleaciones se presenta en los procesos y parámetros para fabricar los componentes. Si bien las industrias actuales han logrado un gran progreso en cadena para reducir los costos de fabricación, la alta competencia ha generado que múltiples diseñadores consideren el utilizar o no este tipo de aleaciones. [31]

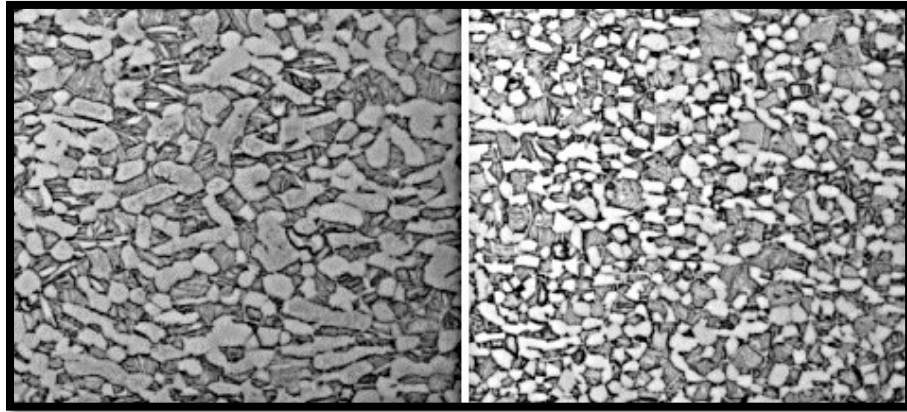


Fig.3.22 Micrografías de escala de laboratorio Ti64 (izquierda) y Ti-407 (derecha).[31]

3.9 Aplicaciones

Las aleaciones de titanio se pueden dividir en aleaciones resistentes al calor, aleaciones de alta resistencia, aleaciones resistentes a la corrosión (aleaciones de Ti-Mo, Ti-Pd, etc.), aleaciones de baja temperatura y aleaciones funcionales especiales (materiales de almacenamiento de hidrógeno de Ti-Fe y aleaciones con memoria de forma (aleaciones Ti-Ni)). Se pueden obtener diferentes composiciones y microestructuras ajustando el proceso de tratamiento térmico. En general, se observa que una microestructura finamente equiaxial tiene mejor plasticidad, estabilidad térmica y resistencia a la fatiga; una estructura acicular tiene mayor resistencia y tenacidad a la fractura. Sin embargo, de manera integral, una microestructura mixta equiaxial-acicular exhibe mejores propiedades

Las aleaciones de Ti exhiben un bajo rendimiento tecnológico y una baja maquinabilidad. Es fácil absorber impurezas como H, O, N y C durante el trabajado en caliente y exhiben baja resistencia al desgaste. Por lo tanto, la mayoría de los procesos de producción son complejos.[32]

A continuación se enlistan las aplicaciones más comunes para este tipo de aleaciones:

- Las aleaciones de Ti se utilizan para la fabricación de partes para aviones y helicópteros, buques de guerra, naves espaciales, misiles, etc. Las aleaciones de Ti no se desgastan fácilmente, poseen alta resistencia mecánica y exhiben alta resistencia a la corrosión. Por lo tanto, ofrecen muchas ventajas cuando son usadas en las aplicaciones antes mencionadas.

- El óxido de titanio es pigmento blanco encontrado en el dentífrico, pintura, papel y algunos plásticos. El cemento y las piedras preciosas también contienen óxido de titanio. Las cañas de pescar y palos de golf también se hacen más fuertes mediante el uso de óxido de titanio.
- Los intercambiadores de calor en las plantas de desalinización (que convierten el agua de mar en agua potable) están hechos de titanio, ya que es resistente a la corrosión en agua de mar.
- Los instrumentos quirúrgicos, las sillas de ruedas y las muletas están hechas de titanio por su alta resistencia y bajo peso.
- Los implantes dentales son fabricados a partir de aleaciones de Ti.
- Las prótesis para el remplazo de articulaciones son fabricadas a partir de aleaciones de Ti y pueden permanecer funcionales durante más de 20 años.
- Muchas armas de fuego están hechas de aleaciones de Ti debido a su alta relación resistencia/peso.
- Los cuerpos de las computadoras portátiles están hechos a menudo de titanio y sus aleaciones.
- Discos, aros y paletas de turbina.
- Componentes estructurales de aviones.
- Remaches.
- Equipamiento deportivo.
- Válvulas y bombas.[33]

3.10 Tratamientos térmicos

Los métodos de tratamiento térmico de aleación de titanio comúnmente utilizados incluyen el recocido completo, el tratamiento térmico de solución y temple en agua y aire, así como el tratamiento de envejecimiento. Además, existen otros tratamientos aplicados con objetivos más especializados, tales como el doble recocido, tratamiento de deshidrogenación, tratamiento termomecánico y algunos otros.

3.10.1 Recocido completo

El recocido de titanio y aleaciones de titanio sirve principalmente para aumentar la tenacidad a la fractura, la ductilidad a temperatura ambiente, la estabilidad dimensional y

térmica y la resistencia a la fluencia. Generalmente, las aleaciones tipo β y $\alpha+\beta$ se usan en estado completamente recocidas y, por lo tanto, este tratamiento es la etapa final de procesamiento.

a) El recocido completo de aleaciones tipo α es principalmente un recocido de recrystalización. La temperatura de recocido se selecciona en la zona de estabilidad de esta fase o en la zona de equilibrio ($\alpha+\beta$), entre 120-200 °C por encima de α -solvus. Si la temperatura es demasiado baja, la recrystalización será incompleta y si la temperatura es muy alta los granos recrystalizados serán muy grandes.

b) El recocido β se realiza a temperaturas superiores al β transus. Para evitar un crecimiento excesivo del grano, la temperatura para el recocido β debe ser solo ligeramente superior a la del transus β . Los tiempos de recocido dependen del espesor de la sección y deben ser suficientes para una transformación completa. Debido a que las aleaciones tipo β se endurecen mediante tratamientos térmicos y su resistencia se mejora después del recocido, en realidad el recocido β es un tipo de tratamiento térmico de solución.

3.10.2 Recocido de relevado de esfuerzos

Las aleaciones de titanio deben ser recocidas para relevar tensiones residuales internas generadas durante el procesamiento con el objetivo de eliminar la posibilidad de agrietamiento mediante mecanismo de corrosión asistida por esfuerzo. La temperatura de recocido de relevado de esfuerzos es menor que la temperatura de recrystalización, generalmente entre 450 y 650 °C. El tiempo de tratamiento puede variar entre 0.25 y 4 h para titanio puro, 0.5 y ~ 2 h para componentes mecánicos y entre 2 y 12 h para piezas soldadas, que luego se enfrían en el aire.

3.10.3 Tratamientos de Solución y Envejecimiento

Para mejorar su resistencia, las aleaciones de Ti tipo α y tipo β -estable no pueden someterse a tratamientos térmicos. Sin embargo, los tratamientos térmicos de solución y envejecimiento pueden aplicarse a aleaciones tipo ($\alpha+\beta$) y β -metaestable para incrementar significativamente su resistencia. La velocidad de enfriamiento desde la temperatura de solución en los campos de estabilidad ($\alpha+\beta$) y/o β debe ser suficientemente rápida para retener una alta fracción en volumen de la fase β en estado metaestable. Durante el

tratamiento de envejecimiento se produce la descomposición de la fase β metaestable dando lugar al incremento en resistencia de la aleación.

3.10.4 Doble recocido

El recocido doble mejora la ductilidad y la tenacidad a la fractura de las aleaciones bifásicas y estabiliza la microestructura. La temperatura del primer recocido es generalmente más alta y cercana a la temperatura de recrystalización de la fase α , lo cual causa que el proceso de recrystalización se lleve a cabo completa y rápidamente. El enfriamiento después del primer recocido se lleva a cabo en aire. Debido a que la microestructura resultante del primer recocido no es suficientemente estable, se requiere un segundo recocido a una temperatura más baja que el primer recocido y el tiempo de tratamiento térmico se incrementa de manera suficiente para que la fase β se descomponga por completo y, de este modo, asegurar la estabilidad de la microestructura.

3.10.5 Recocido isotérmico

Este tipo de tratamiento térmico es apropiado para aleaciones tipo $(\alpha+\beta)$. Debido a su alto contenido de fase β estable, es difícil de descomponer completamente cuando se enfría con aire para obtener un efecto de ablandamiento satisfactorio con recocido completo. Por lo tanto, a menudo se adopta el recocido isotérmico; el cual consiste en calentar la aleación a una temperatura de hasta 30-80 °C por debajo de β -transus (la temperatura de transición $(\alpha+\beta)/\beta$ seguido por enfriamiento lento en el horno. Este tratamiento se diferencia con respecto al recocido completo en su aplicación, ya que el isotérmico únicamente se emplea en aleaciones de $\alpha+\beta$ con alto porcentaje de fase beta a diferencia del completo, así como el rango en el que se efectúa dicho tratamiento.

3.10.6 Templado

El tratamiento térmico de temple es utilizado para mejorar la dureza y la resistencia de las aleaciones de Ti. Sin embargo, se debe considerar que la velocidad de enfriamiento (dependiendo del medio de enfriamiento agua, aire, etc.) y la temperatura de transformación son parámetros de procesamiento que deben ser cuidadosamente seleccionados para evitar resultados inesperados. Las velocidades de enfriamiento durante el temple suelen ser tan rápidas que, en ocasiones, este tipo de tratamiento causa que la fase

β sea retenida entre las agujas de la estructura martensítica producida por la transformación $\beta \rightarrow \alpha'$.

A continuación en la Fig. 3.23 se muestra un diagrama con las diferentes fases que se pueden obtener en función del tipo de enfriamiento adoptado.

Por lo tanto, existe una variada combinación de tratamientos térmicos que se pueden aplicar a las aleaciones de titanio con el fin de optimizar propiedades específicas en función de la aplicación planeada.

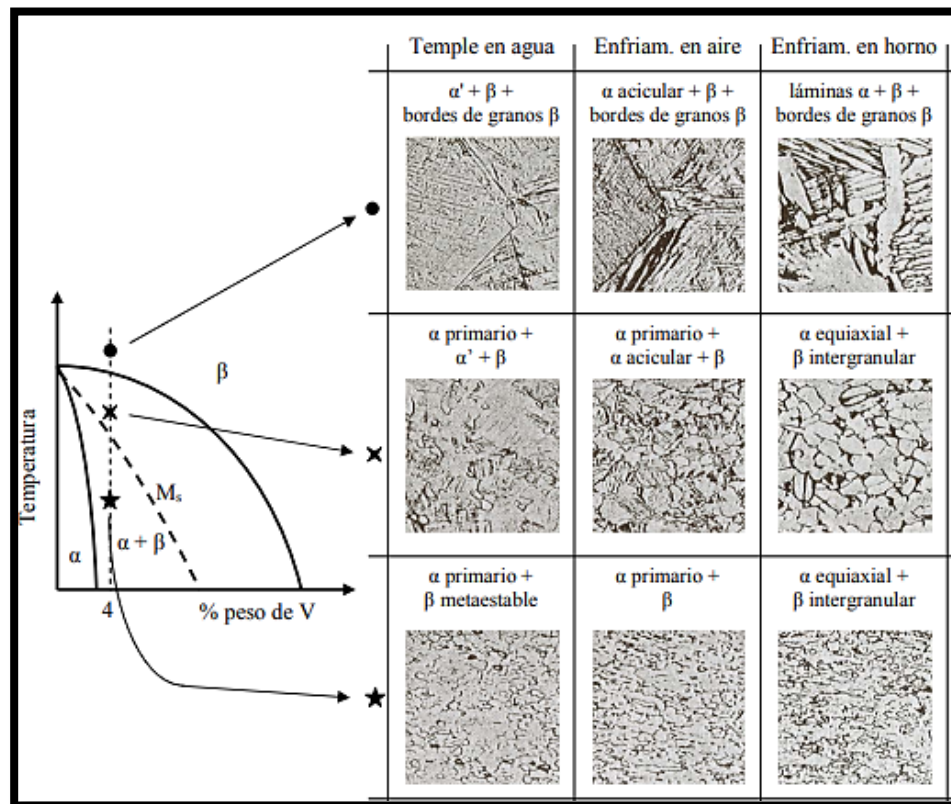


Fig. 3.23 Resumen de las fases obtenibles tras distintos tratamientos térmicos de las aleaciones de titanio.[34]

Sin embargo, no todas las aleaciones se someten a tratamientos térmicos porque su respuesta depende de la composición final y de las fases presentes y, por lo tanto, los cambios inducidos por un tratamiento para una aleación y aplicación específica podrían ser perjudiciales para otra. Por ejemplo, la aleación Ti–5Al–2,5Sn ha sido diseñada para proporcionar buena soldabilidad y difícilmente se somete a tratamientos térmicos.

Por otro lado, hay que tener en cuenta que cuando se plantean tratamientos térmicos de las aleaciones de titanio a una temperatura superior a los 427°C hay que llevarlo a cabo en un atmósfera inerte para evitar la reacción con el nitrógeno o el oxígeno.[34]

3.11 Microestructuras

En general, cambios en las temperaturas de tratamiento térmico y velocidades de enfriamiento resultan en modificaciones de las microestructuras que, a su vez, se ven reflejados en las propiedades mecánicas y el comportamiento durante el servicio de las aleaciones de Ti. A continuación se describen algunas microestructuras típicas recuperadas de un trabajo de ingeniería en el cual la aleación se somete a tratamientos térmicos a diferentes temperaturas logrando así cambios en las microestructuras.[35]

3.11.1 Microestructura equiaxial

Este tipo de microestructuras se forman después de trabajar mecánicamente el material en el rango de las temperaturas del campo ($\alpha+\beta$) en el diagrama de equilibrio. Un tratamiento térmico de recocido posterior a temperaturas menores al inicio de la transformación martensítica (ej. 700 °C) genera una microestructura formada por granos finos de α y β . Fig.3.24.

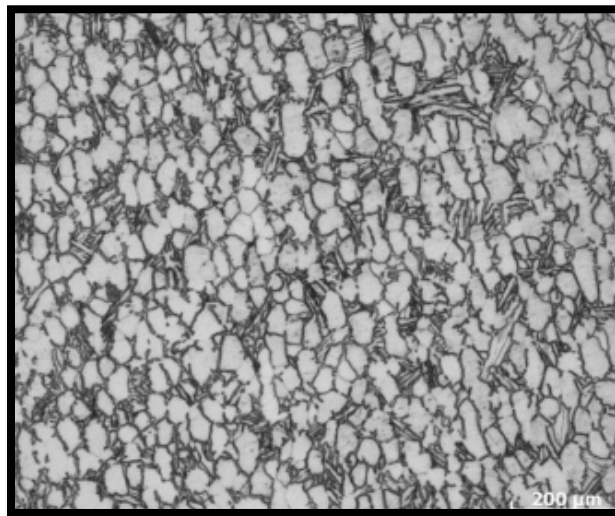


Fig.3.24 Microestructura equiaxial.[36]

Esta microestructura consta de la fase α primaria y la fase β . Al enfriarse el material, la fase α primaria no se transforma, por lo que mantiene su morfología, mientras que la fase

β sí que se transforma, con una microestructura final que depende de la velocidad de enfriamiento desde la temperatura de recocido. En la Fig. 3.21, el producto de la transformación de la fase β a la temperatura de recocido consiste de placas Widmanstätten de fase α y listones de fase β . Aquí es importante notar que la composición de la fase β a temperatura ambiente puede variar dependiendo de la velocidad de enfriamiento [36]. El V se segrega a la fase β y, por lo tanto, al enfriar rápidamente desde la temperatura de recocido el contenido de V será el indicado en el diagrama de equilibrio. Sin embargo, al enfriar lentamente desde la temperatura de recocido, la nueva fase alfa formada expulsa el V el cual enriquece la fase beta remanente. Por lo tanto, el contenido de V en la fase beta de una aleación enfriada lentamente desde la temperatura de recocido será mayor que el de una aleación enfriada rápidamente. Este comportamiento se ilustra en el diagrama de equilibrio presentado en la Fig.3.25 [37]. Como se puede apreciar, para una aleación de Ti con aproximadamente 4% de V, el enfriamiento lento desde cualquier temperatura inferior a β -transus, el contenido de V aumenta progresivamente. Algunos investigadores han reportado que cuando la fase β alcanza un contenido de V entre 12 y 14% se estabiliza y ya no cambia durante el enfriamiento a temperaturas inferiores a aproximadamente 600 °C.[38]

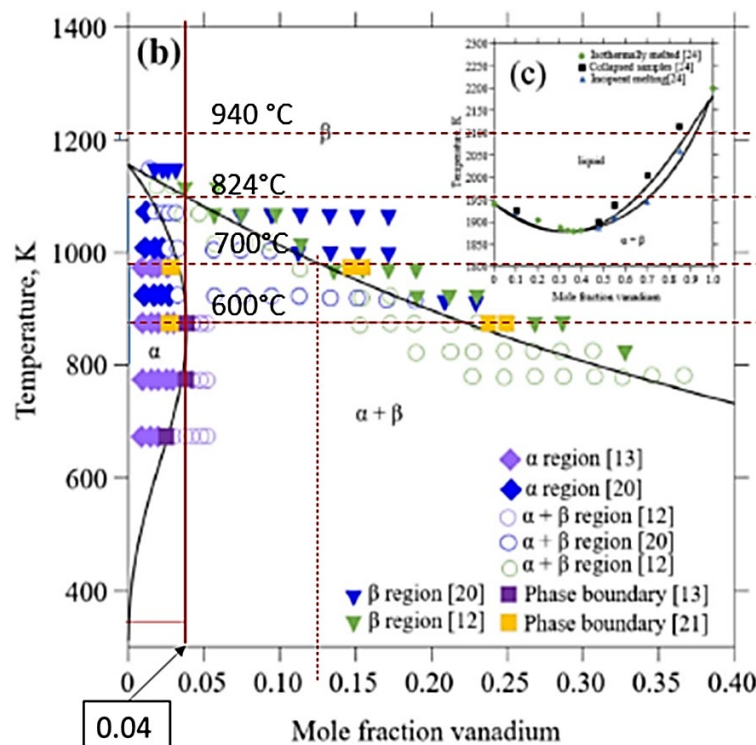


Fig. 3.25 Diagrama de equilibrio experimental tipo isomorfo Ti-V.[38]

3.11.2 Microestructura martensítica

El enfriamiento rápido desde temperaturas mayores a β -transus puede causar una transformación martensítica, $\beta \rightarrow \alpha'$ dando lugar a una estructura hexagonal no termoelástica. Dependiendo de la composición química de la aleación, esta transformación puede resultar en una martensita termoelástica denominada α'' con estructura ortorrómbica termoelástica con propiedades de memoria de forma. La Fig.3.26 ilustra la morfología de la martensita α' .

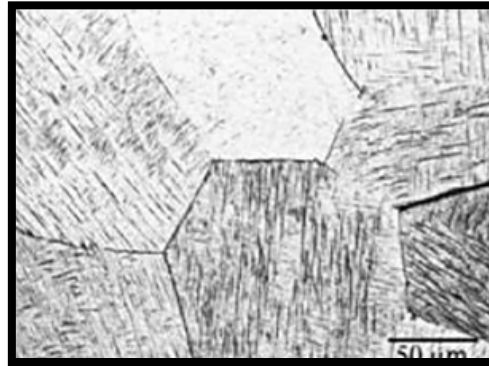


Fig.3.26 Microestructura martensítica.[39]

3.11.3 Microestructura laminar o Widmanstätten

Este tipo de microestructura se forma como resultado del enfriamiento lento desde temperaturas superiores a β -transus. El enfriamiento lento permite la difusión controlada de solutos de baja solubilidad en la fase α a la fase β cuando la temperatura disminuye por debajo de β -transus. La fase α nuclea inicialmente en los bordes de grano de β , y el crecimiento ocurre en forma laminar. La estructura laminar resultante se compone de placas gruesas de fase α , unidas de forma íntima a placas finas de fase β , formando paquetes o colonias. Fig.3.27.

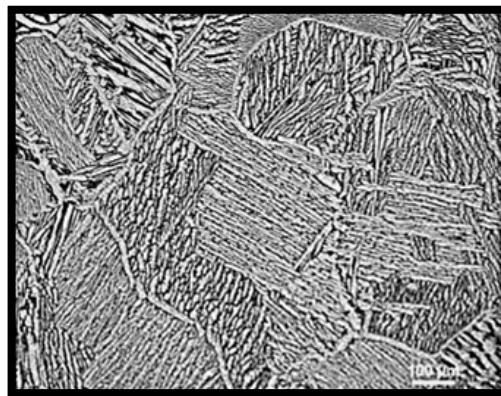


Fig.3.27 Microestructura laminar.[39]

3.11.4 Microestructura bimodal

La microestructura bimodal consiste de granos de fase α aislados en una matriz de fase β transformada, como se ilustra en la Fig. 3.28. Este tipo de microestructura se obtiene mediante tratamientos de recocido en el campo ($\alpha+\beta$) seguido de temple en agua, y un tratamiento de envejecimiento a ~ 600 °C. La microestructura resultante consiste de granos de fase α de 15-20 μm de diámetro aislados por fase β transformada. Sin embargo, si se la aleación es envejecida a 650 °C se produce la descomposición de la fase β en granos de fase α . [39]

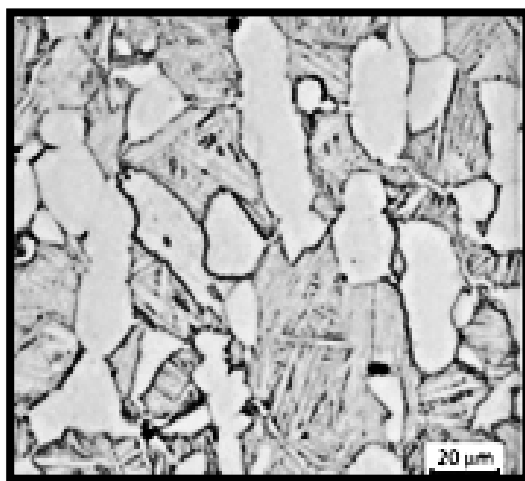


Fig.3.28 Microestructura Bimodal.[39]

3.12 Reactivos de ataque

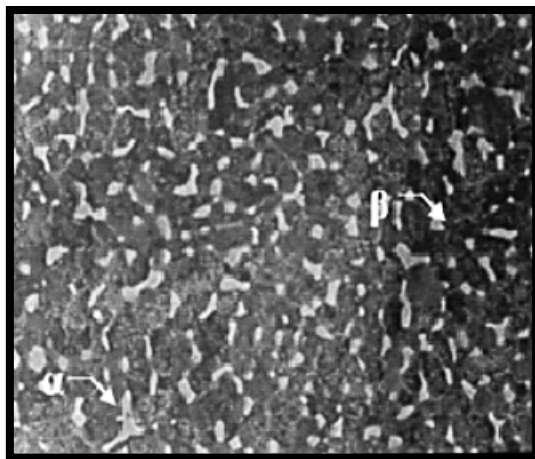
Analizando diversos artículos de divulgación científica, el reactivo más utilizado para revelar en el microscopio de luz reflejada la microestructura de este tipo de aleaciones, es el reactivo denominado Kroll. Este reactivo está compuesto por:

- 100 ml de agua
- 1-3 ml de ácido fluorhídrico
- 2-6 ml de ácido nítrico.

La composición puede variar dependiendo de la aleación y se puede ajustar individualmente. El reactivo Kroll revela la fase β en marrón oscuro bajo el microscopio metalográfico. Resultados similares pueden obtenerse utilizando el reactivo Weck.

- 100 ml de agua y 5 g de difluoruro de amonio.

En la Fig. 3.29 se puede apreciar un ejemplo de la microestructura revelada en el microscopio metalográfico utilizando el reactivo Kroll.



*Fig.3.29 Microestructura obtenida de ataque por inmersión.
Utilizando el reactivo Kroll.[40]*

La composición química del reactivo Kroll puede modificarse (incrementar su reactividad con las aleaciones de Ti) con el objetivo de generar un mejor contraste en la microestructura del material. A continuación se muestran otras concentraciones de este reactivo, los cuales servirán para revelar de manera adecuada la microestructura general (α y β):

- 5ml HF, 10ml HNO₃, 30ml ácido láctico.
- 10ml HF, 10ml HNO₃, 20ml glycerin.
- 10ml HF, 30ml HNO₃, 50ml agua.
- 10ml HF, 5ml HNO₃, 85ml agua.
- 1-3ml HF, 2-6ml HNO₃, 100ml agua.
- 1gota de HNO₃, 2 gotas HF, 3ml HCl. [40]

4. Metodología Experimental

En el capítulo que a continuación se presenta, se detalla la metodología utilizada para llevar a cabo el trabajo de caracterización microestructural de la presente tesis (ver Fig. 4.1). Como se ilustra en la Fig. 4.2, se recibieron 20 muestras cilíndricas de 2 cm de diámetro y 2 cm de espesor de la aleación Ti-407 sometida a dos tratamientos térmicos diferentes. El objetivo de dichos tratamientos fue modificar la microestructura de la aleación empleando dos métodos de enfriamiento diferentes después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante 2 horas: a) temple en agua y b) enfriamiento lento en el horno (ver Fig.4.3a).

Las muestras producidas por estos tratamientos fueron posteriormente recalentadas a temperaturas entre 750 y 910 °C (ver Tabla 4.1 y Fig. 4.3b) durante 40 minutos y finalmente templadas en agua. De esta forma, la caracterización microestructural de estas muestras permitió estimar la microestructura presente a cada una de las temperaturas indicadas en la Tabla 4.1

La caracterización del material se llevó a cabo mediante las siguientes técnicas:

- a) Microscopia de luz reflejada usando un microscopio metalográfico (MO).
- b) Microscopia electrónica de barrido (MEB) y técnicas asociadas (SE: imágenes topográficas formadas con electrones secundarios, BSE: imágenes de electrones retrodispersados con contraste composicional (basadas en el número atómico promedio de la zona observada); imágenes formadas por difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD).
- c) Difracción de rayos-X.
- d) Ensayos mecánicos de microdureza Vickers HV.

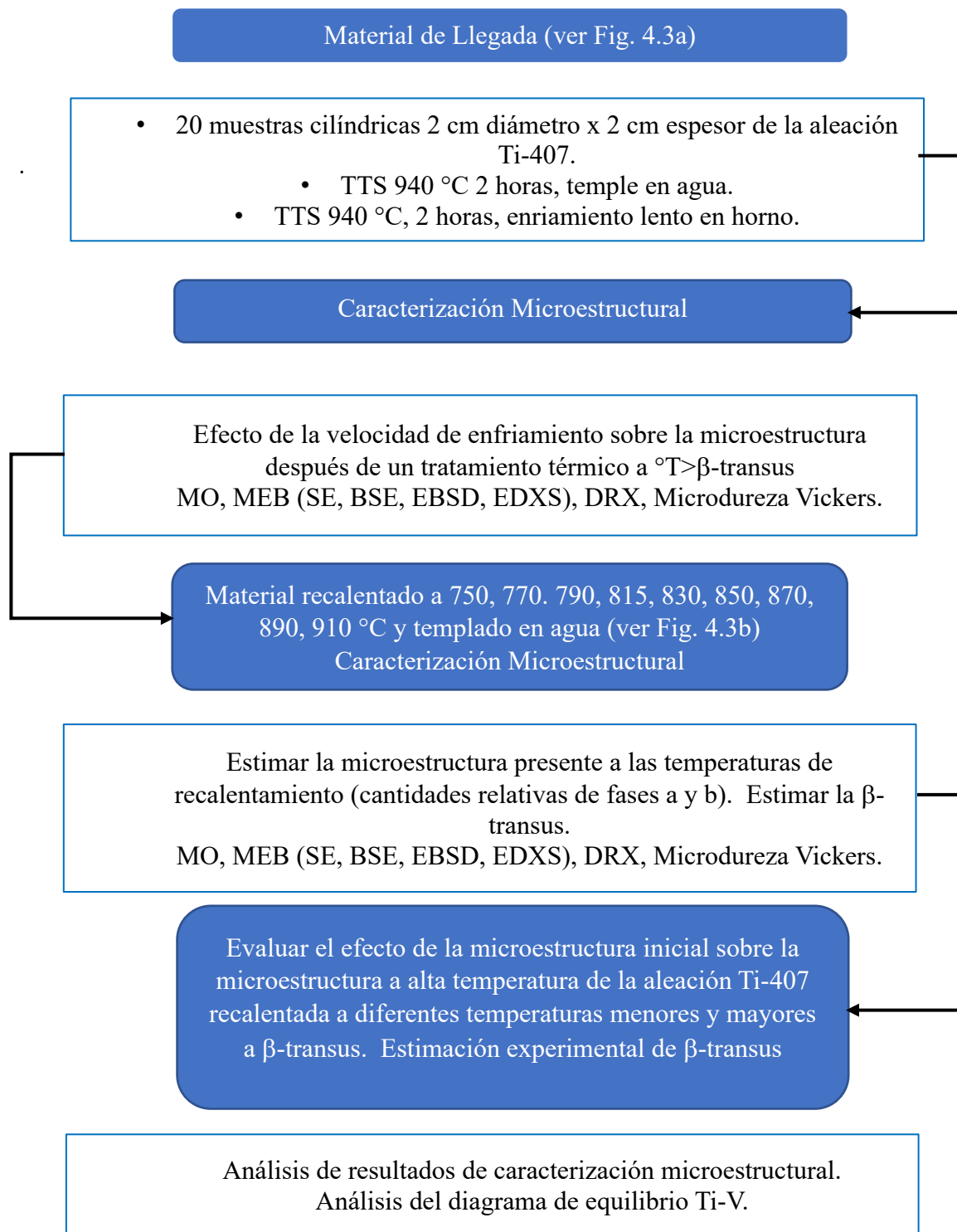


Fig.4.1 Metodología empleada en el presente estudio. MO; Microscopía óptica; MEB: Microscopía Electrónica de Barrido, SE: electrones secundarios, BSE: electrones retrodispersados, EBSD: difracción de electrones dispersados frontalmente; EDXS: espectrometría por dispersión de energía de rayos-X, DRX: difracción de rayos-X.

Tabla 4.1 Tratamientos de recalentamiento (Fig. 4.3b) aplicados a las muestras sometidas a los tratamientos térmicos de solución (Fig. 4.3a). W/TA- Temple en agua, H/EH- enfriamiento lento.

Muestra	Tratamiento inicial	Tipo de Enfriamiento	Temperatura de recalentamiento
1	Tratamiento térmico de solución a 940 °C	W/TA	750 °C
		H/EH	
2		W/TA	770 °C
		H/EH	
3		W/TA	790 °C
		H/EH	
4		W/TA	815 °C
		H/EH	
5		W/TA	830 °C
		H/EH	
6		W/TA	850 °C
		H/EH	
7		W/TA	870 °C
		H/EH	
8		W/TA	890 °C
		H/EH	
9		W/TA	910 °C
		H/EH	

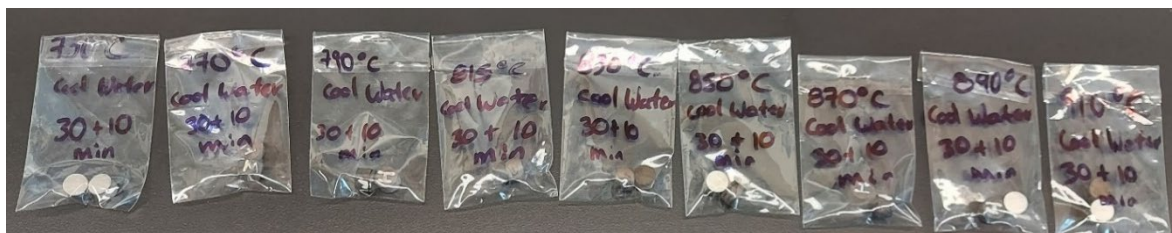


Fig.4.2 Muestras de la aleación experimental.

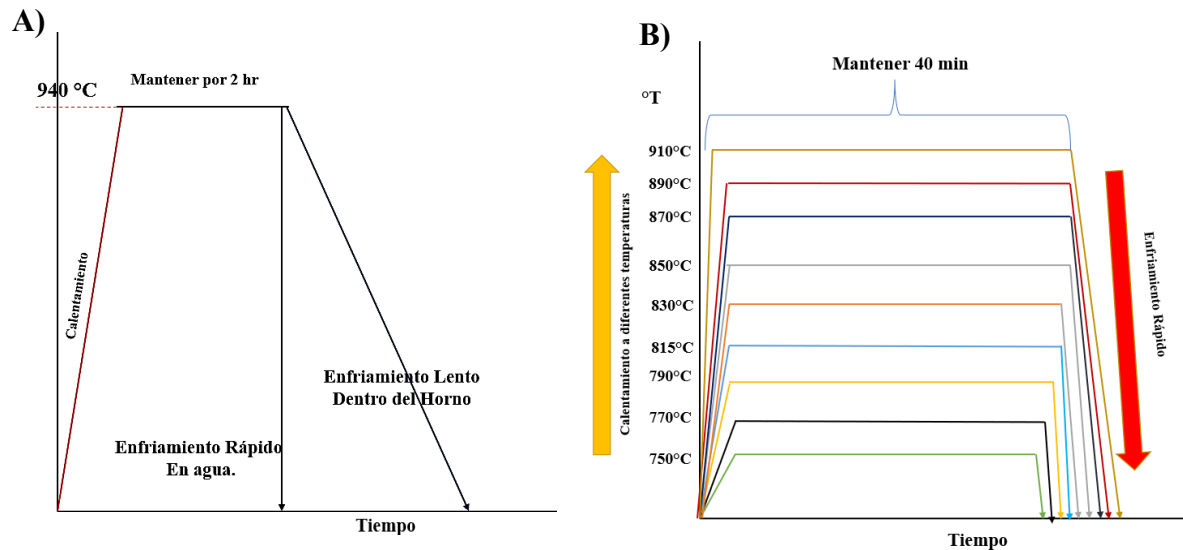


Fig. 4.3 Representación esquemática de los tratamientos térmicos aplicados a las muestras. A) Primer tratamiento. B) Segundo tratamiento.

4.1.1 Caracterización microestructural

El análisis microestructural se llevó a cabo por microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (MEB). Para esto, las muestras fueron preparadas metalográficamente.

La preparación metalográfica se realizó siguiendo el procedimiento convencional bajo la norma ASTM E3:

- Corte con disco de diamante
- Desbaste con papel de carburo de silicio empleando tamaño de grano 80-320-500-800 y 1200.
- Pulido fino con pasta de diamante de 3 μ m, 1 μ m y 1/4 μ m
- Pulido final con sílica coloidal de 0.4 μ m.

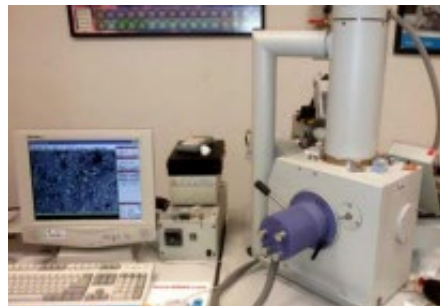
Para realizar el análisis microestructural se emplearon 3 equipos diferentes, un microscopio óptico marca Olympus, modelo AHMT3, un microscopio óptico marca Keyence, modelo VHX 6000 digital y microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL30 ESEM (Fig. 4.4).



A)



B)



C)

Fig. 4.4 Equipo para caracterización. A) Olympus , modelo Vanox AHMT3. B) Microscopio óptico marca Keyence, modelo VHX 6000 digital) C) Microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL30 ESEM.

El reactivo utilizado para revelar la microestructura de la aleación de Ti-407 y los tiempos de ataque se muestran en la Tabla 4.2

Tabla 4.2 Reactivo utilizado para ataque metalográfico.

Reactivo	Composición	Tiempo de ataque
Kroll	50 ml Agua (H ₂ O) 10 ml HF 30 ml HNO ₃	10-12 segundos

Con el objetivo de tener una idea de las cantidades de fases α y β presentes a cada una de las temperaturas de recalentamiento, se utilizó el diagrama de equilibrio Ti-V presentado en la Fig. X para estimar las cantidades de estas fases. A partir de dicho diagrama se obtuvieron expresiones para las líneas de β -transus y β -solvus en función del contenido de V y la temperatura (ver Fig. 4.5). Con estas expresiones y haciendo uso de la regla de la palanca para una fracción molar de V de 0.04 se estimaron las cantidades relativas de fases α y β presentes en equilibrio a cada temperatura. Estas cantidades fueron posteriormente comparadas con los resultados de la caracterización microestructural empleando metalografía cuantitativa en imágenes y mapa de fases obtenidas mediante el análisis EBSD.

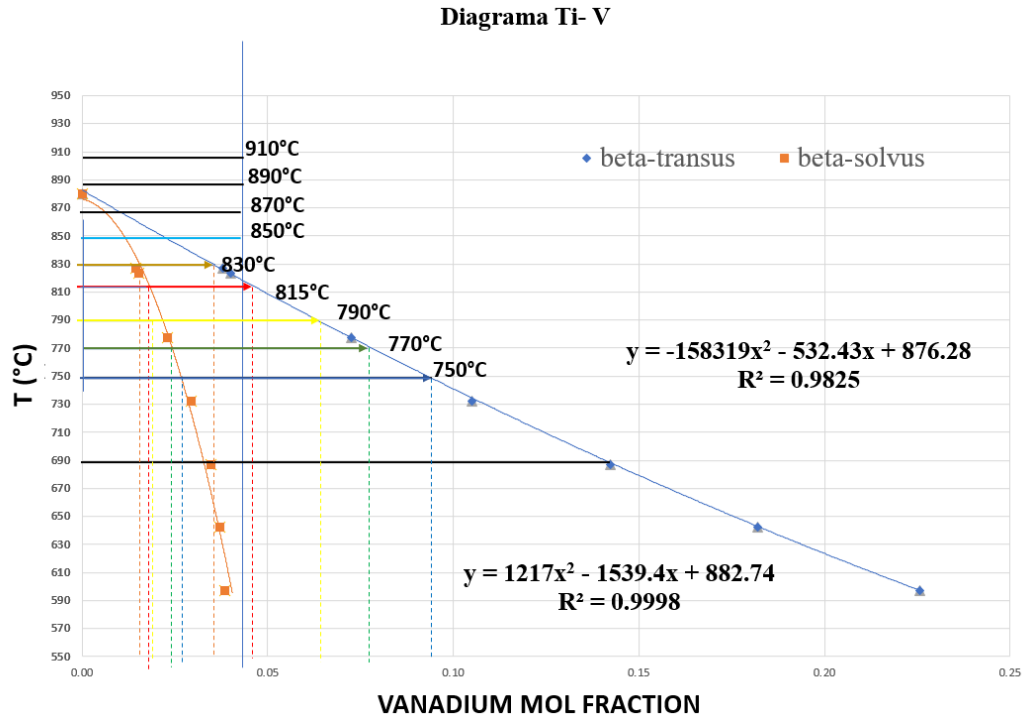


Fig. 4.5 Diagrama Ti-V elaborado en el software de Excel.

La caracterización de la microestructura mediante EBSD fue llevada a cabo en muestras pulidas durante 2 horas en sílica coloidal de 0.4 μm . Mediante esta técnica se obtuvo información acerca de la distribución de orientaciones de los granos y los porcentajes de las fases α y β presentes en las microestructuras. La obtención de los patrones de Kikuchi necesarios para la obtención de imágenes de orientación y de fases se llevó a cabo utilizando el programa TSL OIM Data Collection 7 y los patrones fueron analizados empleando el programa TSL OIM Anlysis 7.

4.1.2 Microdureza Vickers

La microdureza Vickers del material fue obtenida con el equipo Tukon 300-FM/10 kg (Fig. 4.6), utilizando 500gf de carga aplicada durante 12 segundos. El cálculo de la microdureza se realizó mediante la siguiente ecuación

$$HV = 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

P = Carga aplicada en Kg

d = Diagonal de la huella en μm $(D1+D2) / 2$



Fig. 4.6 Microdurómetro TUKON 300.

4.2 Difracción de Rayos X

La estructura de las muestras fue analizada mediante difracción de rayos-X empleando la técnica de polvos en un difractómetro automático PANalytical modelo EMPYREAN (Fig. 4.7) usando radiación de Cu-K α ($\lambda=1.54\text{\AA}$) con un voltaje 40 kV e intensidad de corriente de 30 mA. Se realizó un barrido continuo en un intervalo de 2θ desde 10° hasta 80° , con un paso de 0.01° y un tiempo de permanencia 1.8 segundos en cada intervalo.



Fig. 4.7 Difractómetro de rayos-X marca PANalytical modelo EMPYREAN .

5. Resultados y Discusión.

5.1 Estimación de β -Transus a través del diagrama de fases Ti-V

Empleando el diagrama de fases Ti-V las cantidades relativas de las fases α -HCP y β - BCC, fueron estimadas en función de la temperatura entre 750 y 910°C utilizando la regla de la palanca. Las distribuciones de fases se presentan en la Tabla 5.1

Tabla 5.1 Cantidades relativas de las fases Alfa y Beta en función de la temperatura.

Temperaturas	C α (A)	C β (B)	Fracción Molar V (C)	Beta	Alfa	%
750	0.0275	0.0935	0.04	18.939	81.061	100
770	0.0219	0.0715	0.04	36.492	63.508	100
790	0.017	0.052	0.04	65.714	34.286	100
815	0.0158	0.048	0.04	75.155	24.845	100
830	0.014	0.0426	0.04	90.909	9.091	100
850	0.04	0	0.04	100	0	100
870	0.04	0	0.04	100	0	100
890	0.04	0	0.04	100	0	100
910	0.04	0	0.04	100	0	100

De acuerdo a los datos anteriores se observa un comportamiento constante el cual consiste en un aumento paulatino del porcentaje de la fase beta conforme incrementa la temperatura de tratamiento.

Mediante las cantidades relativas anteriores se llevó a cabo la estimación de β -transus, la cual se muestra en la Fig. 5.1. Como se puede apreciar, a partir del diagrama de equilibrio Ti-V, β - transus para la transformación $(\alpha+\beta)\rightarrow\beta$ es aproximadamente 835 °C.

Dicha información es congruente conforme a los resultados de la tabla anterior, este dato es de suma relevancia ya que permite entender el comportamiento y la distribución de las fases para cada una de las temperaturas de estudio.

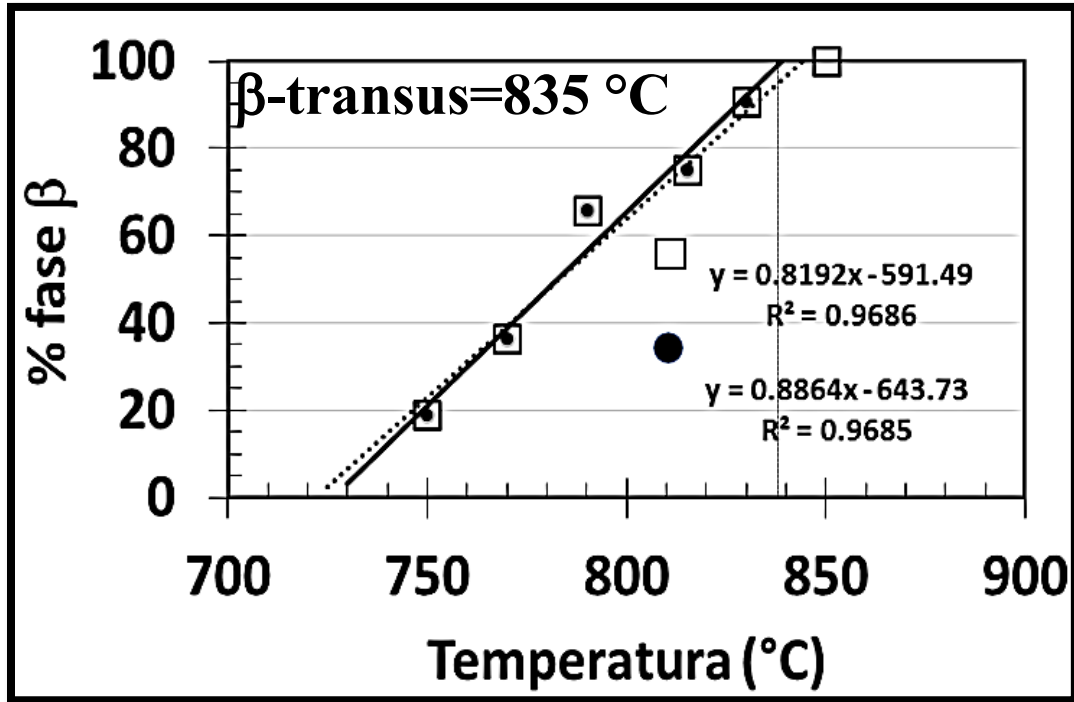


Fig. 5.1 Estimación gráfica de β -transus ($\alpha + \beta$) $\rightarrow \beta$

5.2 Microestructuras Iniciales de Aleaciones Ti-407

5.2.1 Microestructura en estado de pulido

Las microestructuras del material identificadas como material inicial, fueron sometidas a TTS a la temperatura de 940 °C durante un periodo de tiempo de 2 horas, posteriormente se enfriaron de diferente manera cada una de ellas (Enfriamiento lento en el horno y Temple en agua). En la Fig 5.2 se muestran las micrografías de las muestras en estado de pulido, en las cuales se descartó la presencia de impurezas o inclusiones.

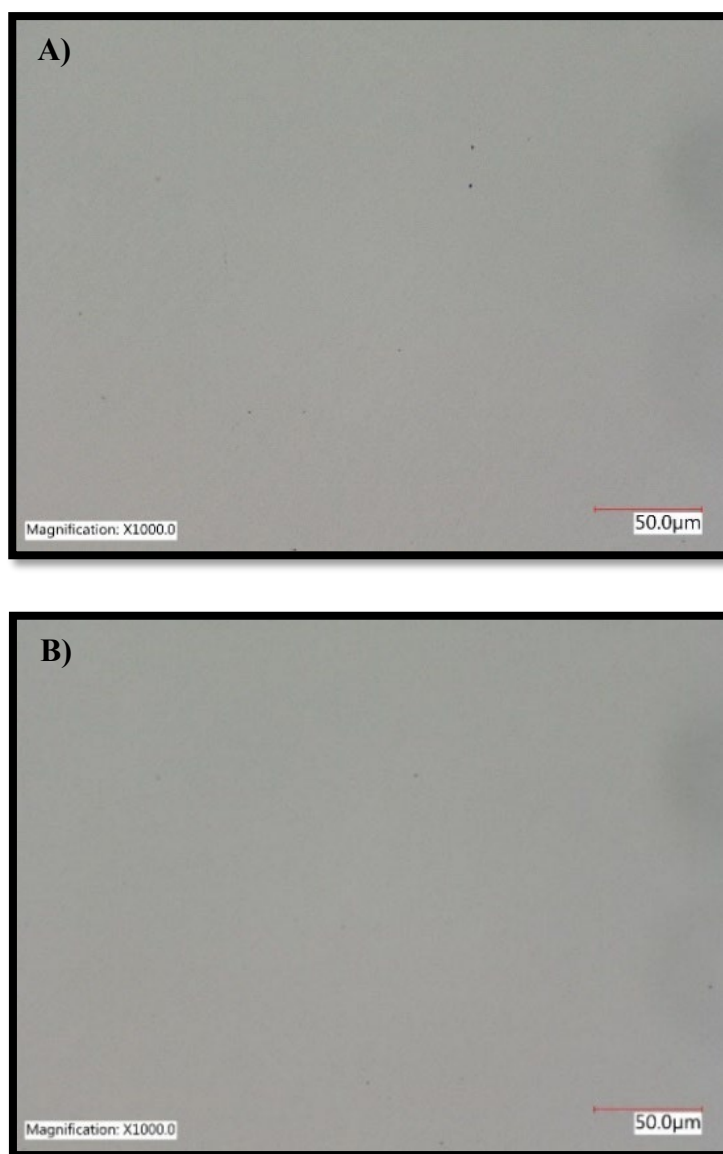


Fig. 5.2 Micrografías en estado de pulido a 1000X. A) Enfriamiento lento B) Enfriamiento rápido.

5.2.2 Efecto de la velocidad de enfriamiento después de un tratamiento térmico de solución (TTS)

En los apartados que más adelante se anexan, se observaran las microestructuras resultantes debido a la variación del enfriamiento a las cuales las muestras fueron sometidas. En la Fig. 5.3 se esquematiza el efecto de la velocidad de enfriamiento de la microestructura resultante, con el objetivo de entender el comportamiento que presentaran la aleación de Ti-407.

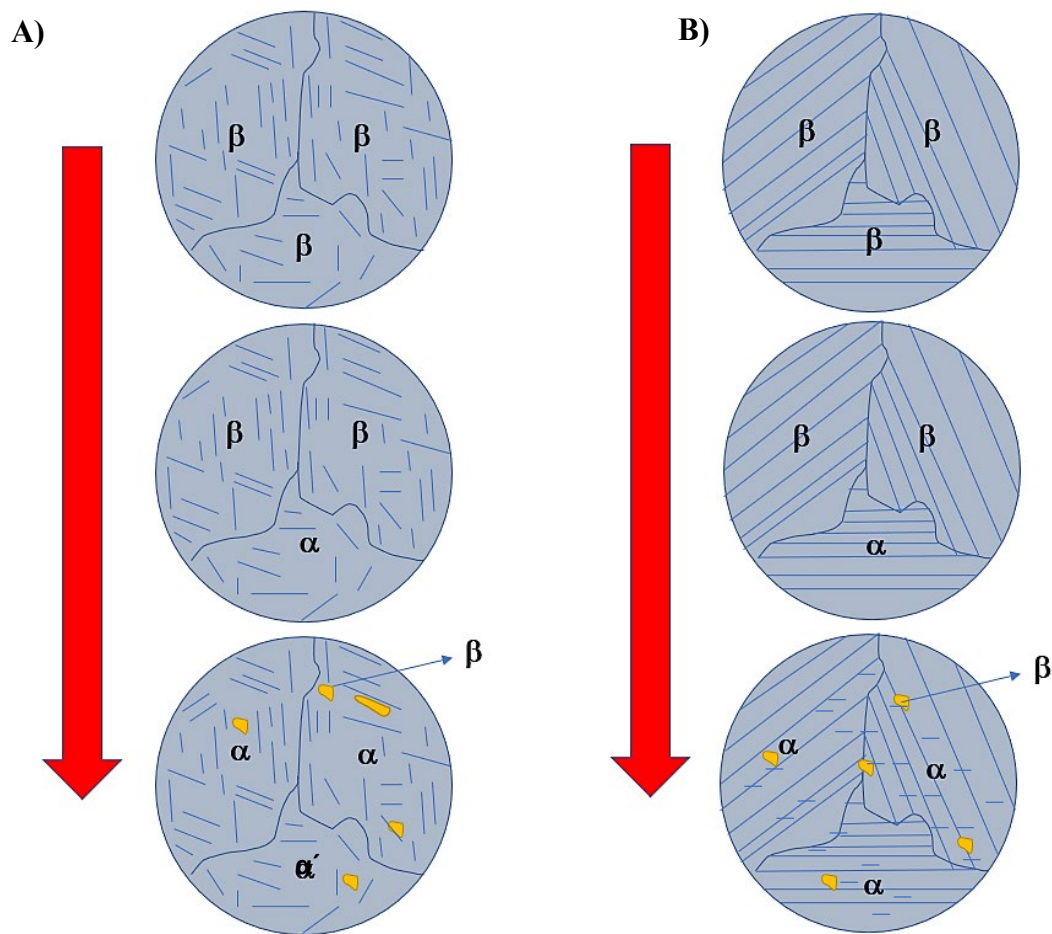


Fig. 5.3 Efecto del enfriamiento rápido en la microestructura en las fases. Beta transforma a Alfa. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.

En el diagrama se detallan ambos enfriamientos, resaltar que en el enfriamiento rápido se presenta un comportamiento durante la transformación de las fases presentes, al ser un proceso tan rápido y agresivo provocara que cierta cantidad de Beta al transformar a alfa quede atrapada en algunas zonas de la microestructura (Entre las laminas o agujas).

5.2.2.1 Microestructura Inicial: TTS: 940°C-2 Horas. Enfriamiento en Horno

El efecto de la velocidad de enfriamiento después de un tratamiento térmico de solución (TTS) durante un tiempo de 2 horas a una temperatura 940 °C sobre la microestructura de la aleación Ti-407 observan a continuación.Fig.5.4.

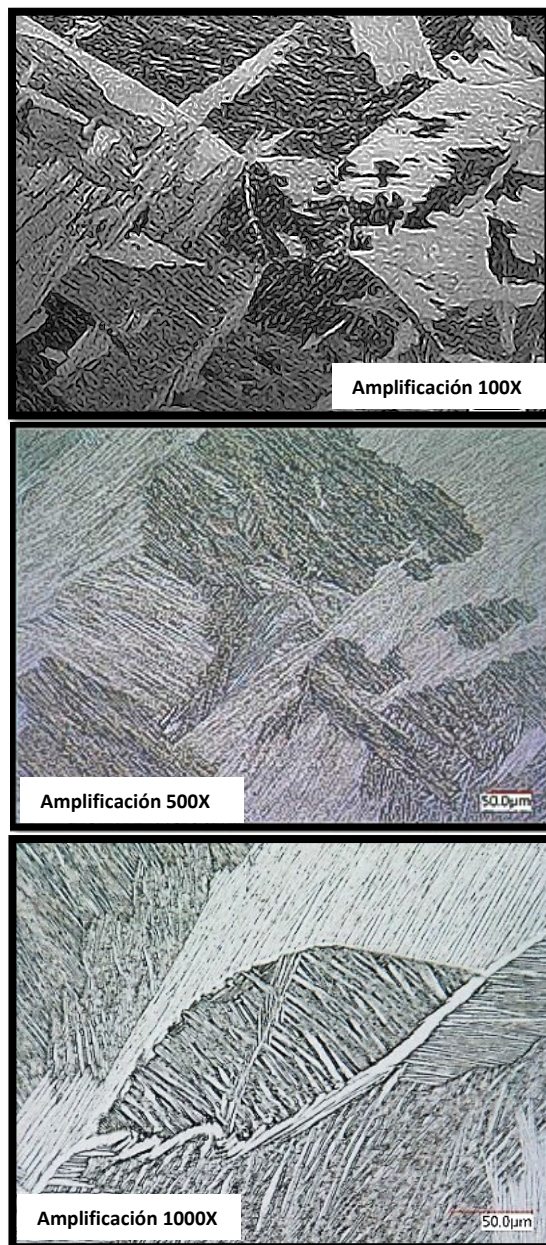


Fig. 5.4 Microestructura inicial: TTS: 940 °C por 2 horas: Placas Widmanstätten de fase α con morfología de “tejido de cesto” (“basketweave”) en una matriz de fase β

El enfriamiento lento en el horno al cual fueron sometidas estas muestras produce una microestructura de placas paralelas de fase α -HCP con morfología Widmanstätten arregladas en paquetes con diferentes orientaciones. Esta placas crecen a partir de los límites de grano

de la fase β o como placas laterales sobre alotriomorfos de fase α formados inicialmente en los límites de grano de la fase β . Las interfases entre placas de fase α en los paquetes están delineadas por fase β estabilizada químicamente durante el enfriamiento lento.

En la Fig. 5.5 se observa la partición de los granos de fase β -BCC cuando se forman las placas Widmanstätten de fase α -HCP causa la transformación de la fase β remanente y enriquecida en V. No obstante, se requieren técnicas de mayor resolución para resolver esta microestructura sin ambigüedad.

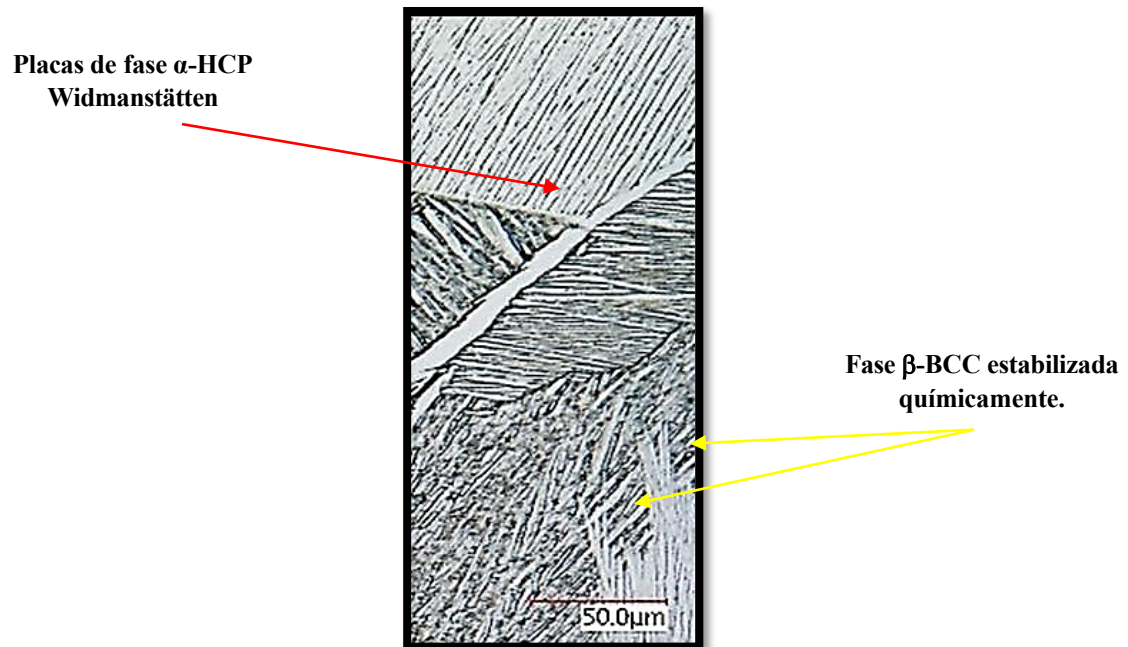


Fig. 5.5 Zoom de micrografía 1000X. EH.

En la micrografía anterior se señalan las fases presentes. En color rojo se observan claramente placas de fase α -HCP Widmanstätten. Por otro lado la fase BCC estabilizada químicamente se señala de color amarillo. Aparentemente, en estas regiones también hay placas muy pequeñas de fase α -HCP que resultan de la transformación de fase β enriquecida con V. En apartados más adelante se visualizara mediante MEB para observar claramente los puntos anteriores.

5.2.2.2 Microestructura Inicial: 940°C-2Horas. Temple en Agua

El temple en agua (enfriamiento rápido) produce una microestructura acicular (Fig. 5.6) de agujas de martensita α' -HCP arregladas en paquetes con diferentes orientaciones. Es de suma importancia observar que, a diferencia del enfriamiento lento, no hay fase α o α' formada en los límites de grano de la fase β -BCC, por lo tanto, la nucleación de la martensita ocurre de manera intragranular y la orientación de las agujas de martensita cambia a través de los límites de grano de β .

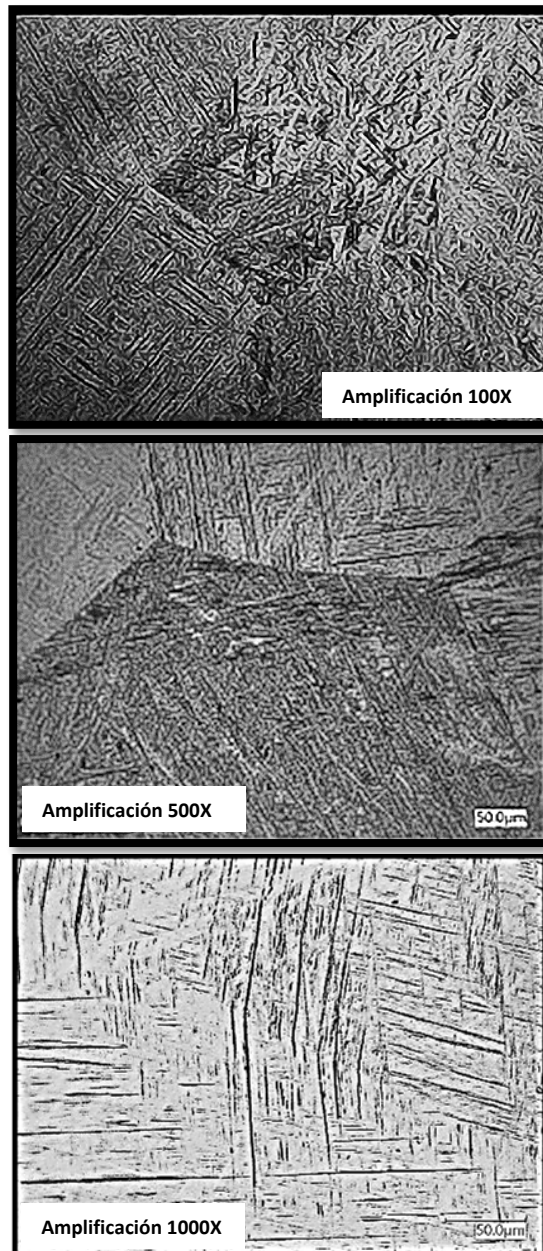


Fig. 5.6 Microestructura inicial: 940°C-2 horas + Temple en agua.

En la Fig. 5.7 se observa mediante “Zoom” algunos detalles de las micrografías anteriores. En esa figura se visualiza la fase α' -HCP (martensita) en la aleación Ti-407 templada desde 940 °C. Es importante resaltar que a simple vista no parece existir la presencia de fase β -BCC retenida en esta microestructura, sin embargo, en otros análisis de mejor calidad e interpretación de datos se corroborara el punto anterior.

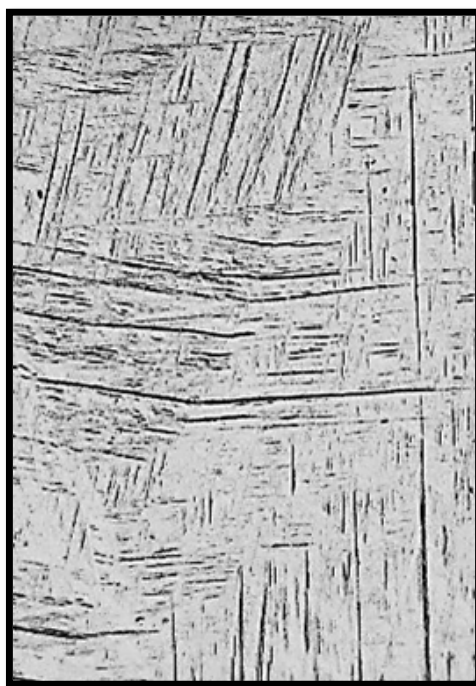


Fig. 5.7 Zoom de micrografía 1000X.TA.

Las microestructuras obtenidas como resultado de TTS a temperaturas mayores que β -transus en aleaciones Ti-V dependen del grado de homogenización durante el tratamiento (el cual depende del tiempo y la temperatura de homogenización) y de la velocidad de enfriamiento desde el campo. Aunque en la actualidad no se ha estudiado dicho efecto.

El enfriamiento rápido suprime la transformación β -BCC $\rightarrow$ α -HCP controlada por difusión y resulta en una transformación martensítica (adifusional) en la cual la fase β -BCC se transforma en agujas de martensita α' -HCP o α'' -ortorrómbica dependiendo de la composición química (principalmente el contenido de V).

La temperatura M_s para la transformación martensítica cuando la aleación Ti-4%V es templada por encima de β -transus es aproximadamente 743 °C. Es de suma relevancia

notar que esta temperatura disminuye a $^{\circ}\text{T} < 300^{\circ}\text{C}$ cuando el contenido de V excede aproximadamente 12.5% y cuando el contenido de V en β -BCC es mayor al 15%, la M_s es menor a temperatura ambiente. (Apartado 3.4)

5.3 Efecto de la temperatura de recalentamiento entre 750 y 910°C seguido por temple sobre la microestructura de la aleación Ti-407

5.3.1 Caracterización por microscopía de luz reflejada. Estado de Pulido

Previo a observar las micrografías obtenidas, en la Fig. 5.8 se muestran imágenes en estado de pulido y en las mismas se descarta la presencia de agentes ajenos a la aleación (inclusiones) así como porosidad.

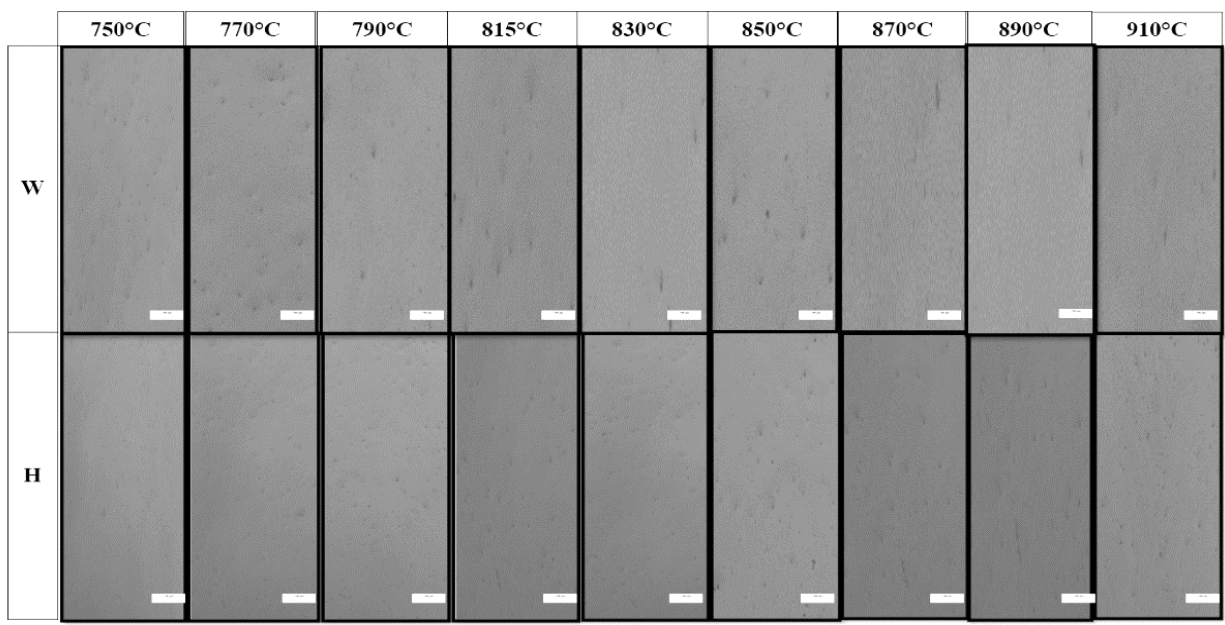


Fig. 5.8 Microestructuras estado de pulido de las 18 muestras. W- Templadas. H-Enfriamiento lento.

5.3.2 Caracterización por microscopía de luz reflejada. Enfriamiento Lento

Las muestras sometidas a enfriamiento lento desde los 940°C y recalentadas y templadas a diferentes valores de temperatura se mostraran más adelante en diferentes magnificaciones. Es importante mencionar que durante el enfriamiento en temperaturas menores a β -transus se presentan las siguientes características:

- En la transformación $\beta \rightarrow (\alpha + \beta)$. La cantidad de fase β es aproximadamente 100% a una temperatura de 574°C. Fig. 5.9.
- La fase β se estabiliza químicamente durante el enfriamiento lento, en donde la literatura se ha reportado que esto ocurre $\alpha \sim 12.5\%V/711^\circ C$ (984 °K). Por lo tanto, la microestructura a temperatura ambiente de una aleación enfriada lentamente contiene $\sim 5.6\%$ β estabilizada químicamente. Difícil de detectar por DRX. Dicha información es importante de conocer debido a que permitirá comprender los valores obtenidos.
- El calentamiento por temperaturas menores a β -transus seguido por enfriamiento rápido (temple) provoca que la fase Beta transforme a martensita con algo de fase alfa remanente con morfología de placas Widmanstätten irregulares.

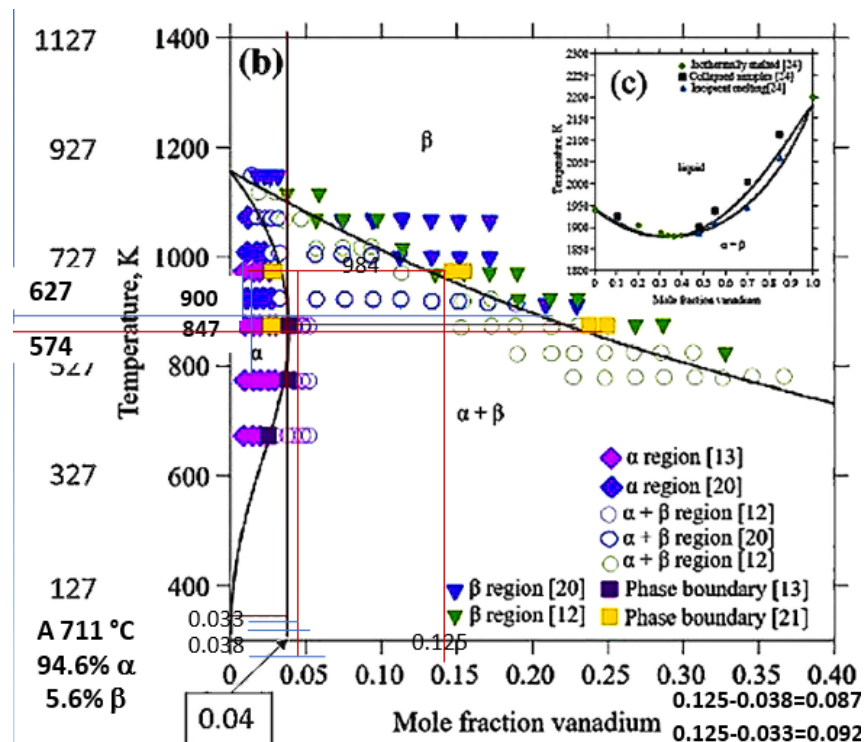


Fig. 5.9 Diagrama Ti-V isomorfos experimental señalando los puntos descritos.

- Por otro lado si la temperatura es mayor a β -transus continuando con el temple, genera que β transforme a martensita o α con morfología de placas Widmanstätten irregulares dependiendo de la velocidad local de enfriamiento la cual cambia en función de la temperatura desde la cual se efectuó el temple.

En las Fig. 5.10 y 5.11 se muestra la evolución de la microestructura bajo el efecto de las diferentes temperaturas, dichas imágenes se visualizan en bajas magnificaciones (100X) y altas (1000X).

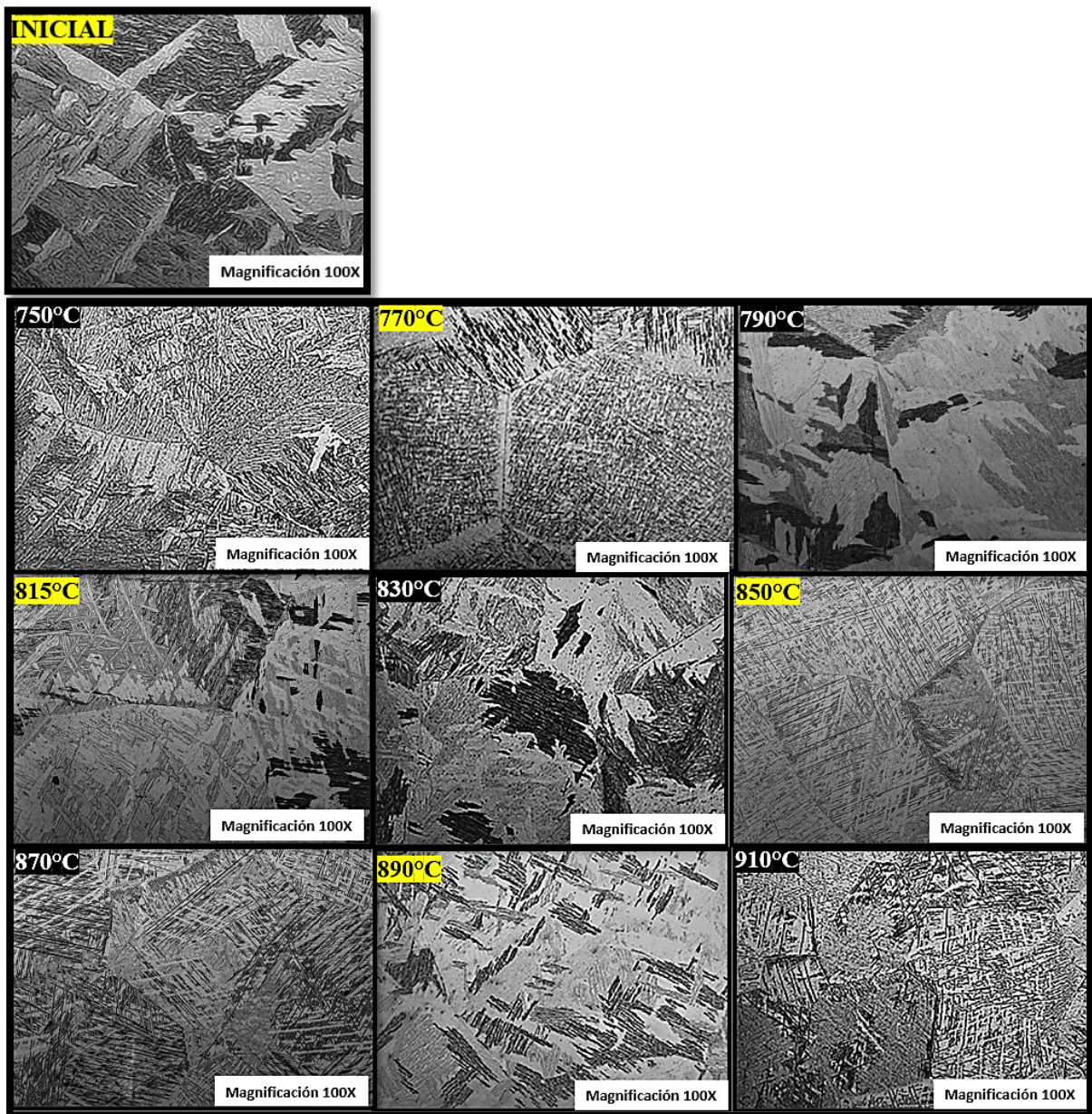


Fig. 5.10 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento lento a 100X.

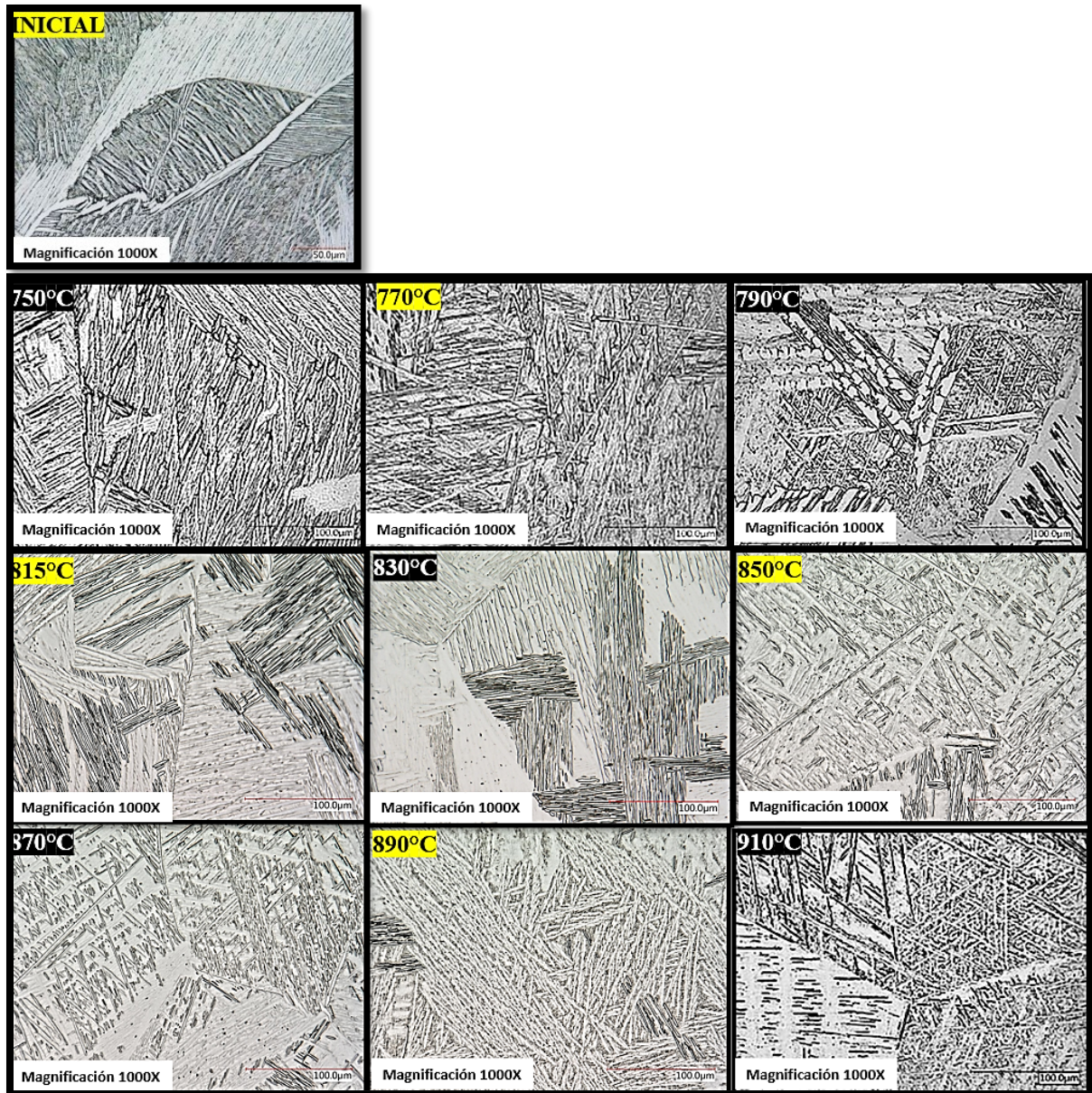


Fig 5.11 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento lento a 1000X.

La microestructura resultante posterior al temple después del recalentamiento a $T < 850^{\circ}\text{C}$ cambia a una mezcla de placas de fase α -HCP con morfología Widmanstätten (preexistentes) y fase α' -HCP con morfología acicular (formadas a partir de la fase β presente a la temperatura de recalentamiento).

Es importante mencionar que una vez el recalentamiento es efectuado en el rango de 750°C y 830°C , la microestructura inicial con morfología de “Tejido de cesta” (“basketweave”) de placas Widmanstätten sufre una serie de cambios a una microestructura

consistente de placas Widmanstätten más irregulares y menor cantidad y placas de martensita en mayor presencia. Lo anterior significa que el recalentamiento a temperaturas entre 750°C y 830°C incrementa la cantidad de fase β presente a una temperatura y provoca la transformación de la microestructura inicial (fase α principalmente) a una microestructura bifásica consistente de granos de fase α y β . Esta última fase da lugar a la formación de martensita cuando la velocidad de enfriamiento es suficientemente alta. Aparentemente, los resultados obtenidos indican que la velocidad de enfriamiento de las muestras que fueron recalentadas a 815, 830 y 890 °C no son suficientemente altas para formar martensita y la fase α se formó con morfología de placas Widmanstätten muy irregulares.

Retomando el párrafo anterior, la microestructura inicial como se menciona se ve modificada principalmente a una microestructura martensítica cuando la temperatura de recalentamiento supera los 830°C. Esto indica que el recalentamiento a temperatura entre los 850°C y 910°C, causa la transformación de la microestructura de partida a una de mayor consistencia de granos de fase β , los cuales transforman a martensita durante el proceso de temple. Supuestamente, las micrografías indican que los granos de la fase β crecen ligeramente conforme la temperatura de recalentamiento es mayor.

5.3.3 Caracterización por microscopía de luz reflejada. Enfriamiento Rápido

A diferencia de las muestras anteriores, estas fueron sometidas a enfriamiento rápido desde la temperatura de 940°C y recalentadas y templadas a diferentes rangos de temperatura las cuales se discutirán más adelante, sin embargo, es importante mencionar algunas particularidades de la microestructura, que deberán tomarse en cuenta para interpretar :

- La fase β -BCC transforma a martensita α' -HCP.
- Placas de fase α -HCP preexistente en el rango $(\alpha+\beta)$ las cuales son distorsionadas por la deformación de corte causada por la transformación martensítica.

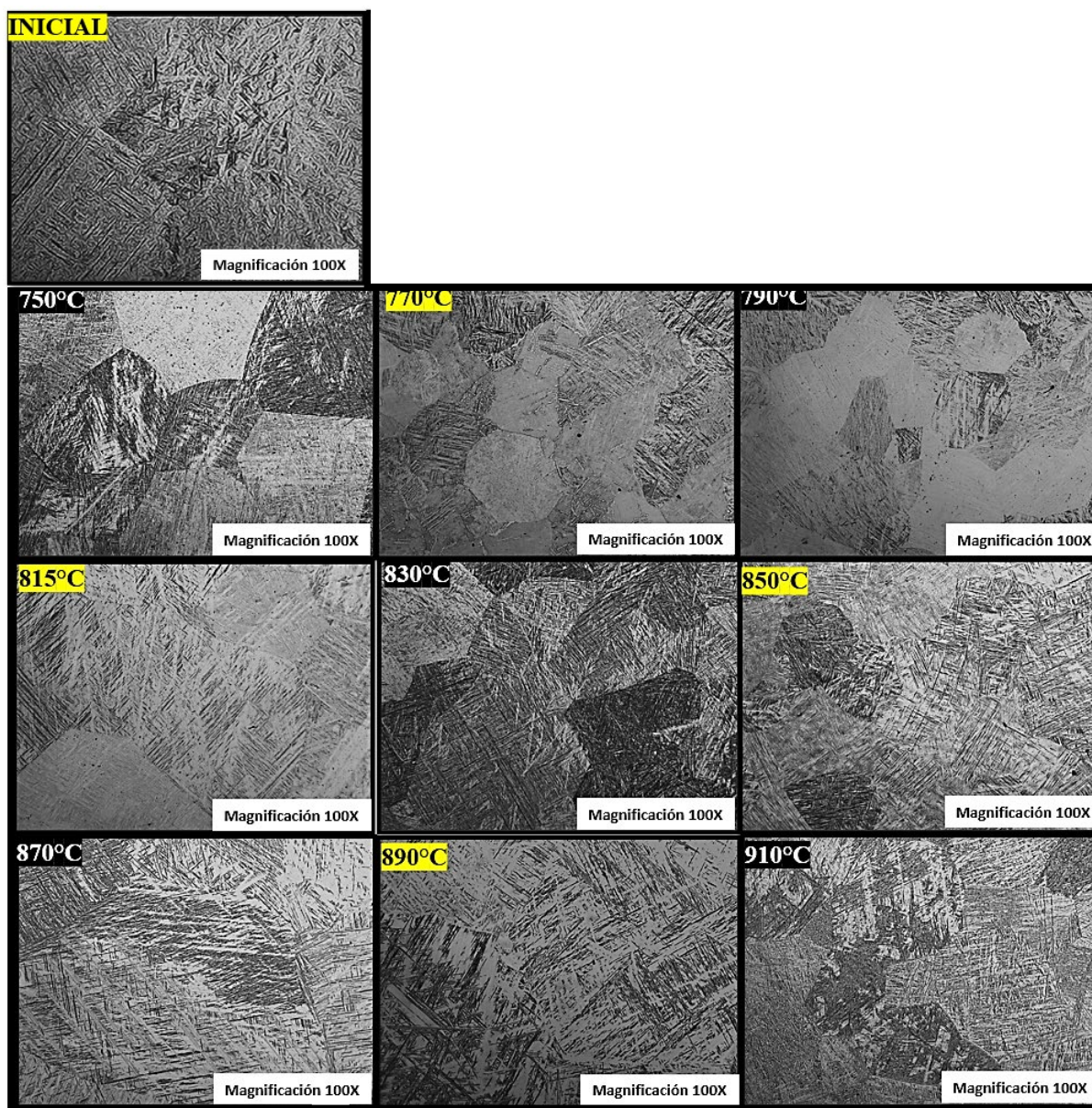


Fig. 5.12 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento rápido 100X.

Las Fig. 5.12 y 5.13 muestran las microestructuras obtenidas en bajas y altas magnificaciones con el objetivo de observar a detalle las fases y estructura presentes en cada valor de temperatura.

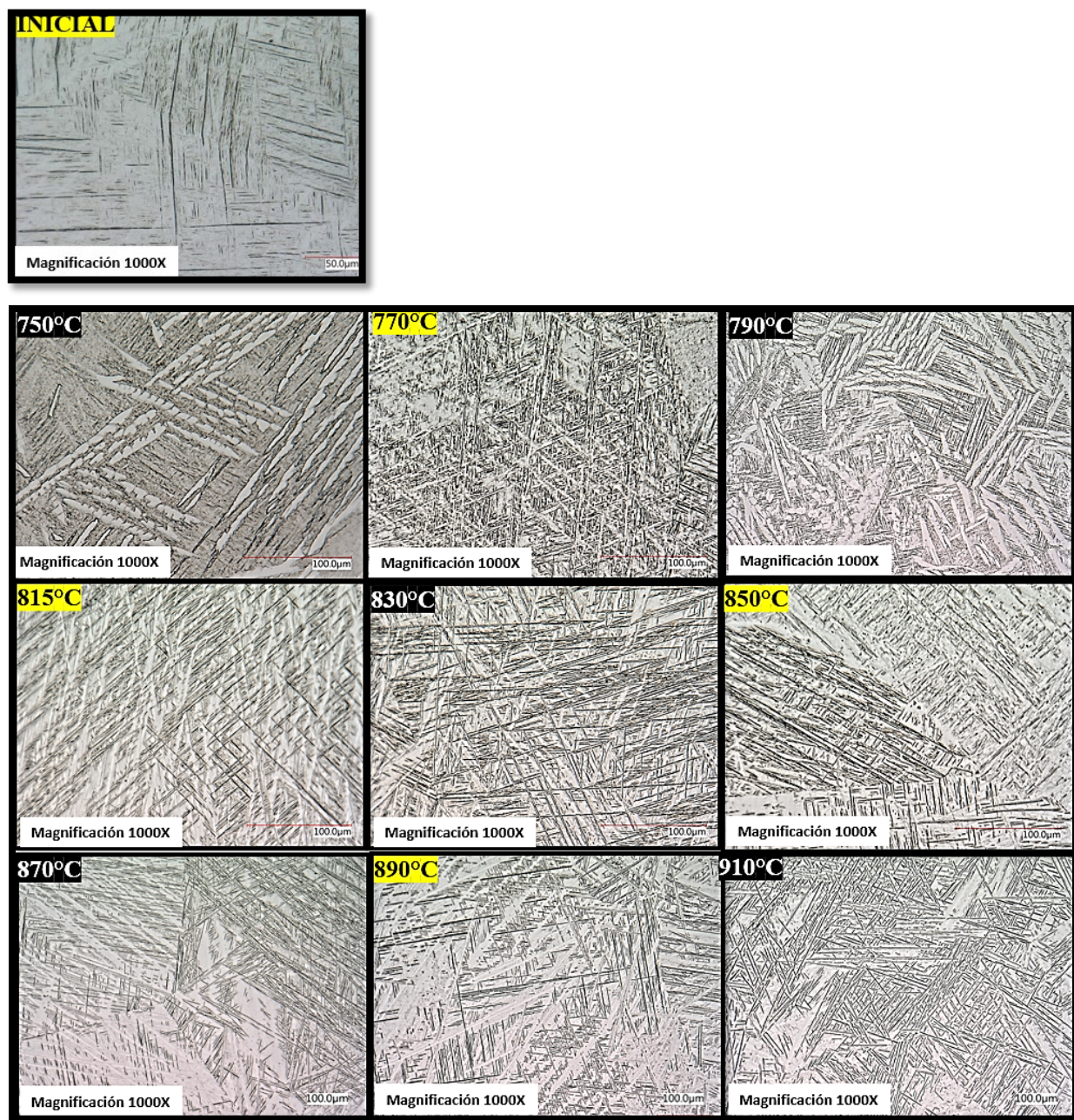


Figura 5.13 Microestructuras de las aleaciones de Ti sometidas a enfriamiento rápido a 1000X.

Las micrografías otorgan información sumamente relevante, en donde la microestructura posterior al temple después del recalentamiento a temperaturas por debajo de 850°C se observa una mezcla de placas de α -HCP con morfología Widmanstätten

(preexistentes), fase β -BCC retenida y fase α' -HCP con morfología acicular (formadas a partir de la fase β presente a la temperatura de recalentamiento). Por otro lado, la microestructura que se presenta posterior al temple después del recalentamiento a temperatura por encima de 830°C consiste de casi 100% fase α' -HCP con morfología acicular y fase β -BCC retenida.

El último párrafo expresa perfectamente el comportamiento general de la microestructura formada a partir de las tratamiento térmicos aplicados a la aleación, sin embargo, es importante hacer énfasis en algunos puntos. Primeramente, una vez se efectúa el recalentamiento en el rango de 750°C Y 830 °C la microestructura inicial martensítica es modificada a una microestructura conformada de placas irregulares Widmanstätten de fase α -HCP y diferentes cantidades de granos de fase β -BCC cuyo tamaño aumenta al incrementar la temperatura en los valores de 850 °C a 910 °C, en donde se vuelven más irregulares y se presentan en menor cantidad, así mismo se componen de placas de martensita.

Cuando la aleación es templada a temperatura ambiente, la fase β -BCC transforma a martensita α' -HCP, tal y como se pudo apreciar en la serie de microestructuras. En el caso de las muestras templadas desde 750 a 830 °C, la formación de α' -HCP provoca deformación por corte de las placas de fase α -HCP preexistente. Este fenómeno no logra observarse en las muestras templadas desde temperaturas mayores a 830°C, indicando que a esta temperatura la microestructura es completamente β -BCC justo antes del temple.

La microestructura inicial con morfología “tejido de cesta” (“basketweave”) de placas Widmanstätten se ve modificada a una microestructura principalmente martensítica cuando la temperatura de recalentamiento es superior a 830 °C. Esto muestra que el recalentamiento a temperaturas entre 850 y 910 °C origina la transformación de la microestructura inicial a una microestructura consistente de granos de fase β , los cuales transforman a martensita durante el proceso de temple. Aparentemente, los granos de fase β crecen ligeramente a medida que la temperatura de recalentamiento aumenta.

5.4 Difracción de Rayos X

La tabla 5.2 reporta la información obtenida de los planos correspondientes para cada una de las fases presentes en la aleación.

Tabla 5.2 Información de los picos de difracción obtenidos.

Fase	hkl	2θ(°)	Irel
BCC	110	38.48	100
	200	55.54	12
	211	69.61	17
	220	82.45	4
	310	94.93	5
	hkl	2θ(°)	Irel
HCP	100	35.093	25
	002	38.421	30
	101	40.17	100
	102	53.004	13
	110	62.949	11
	103	70.661	11

De acuerdo a los datos anteriores la Fig. 5.14 muestra una diagrama construido a partir de esta información.

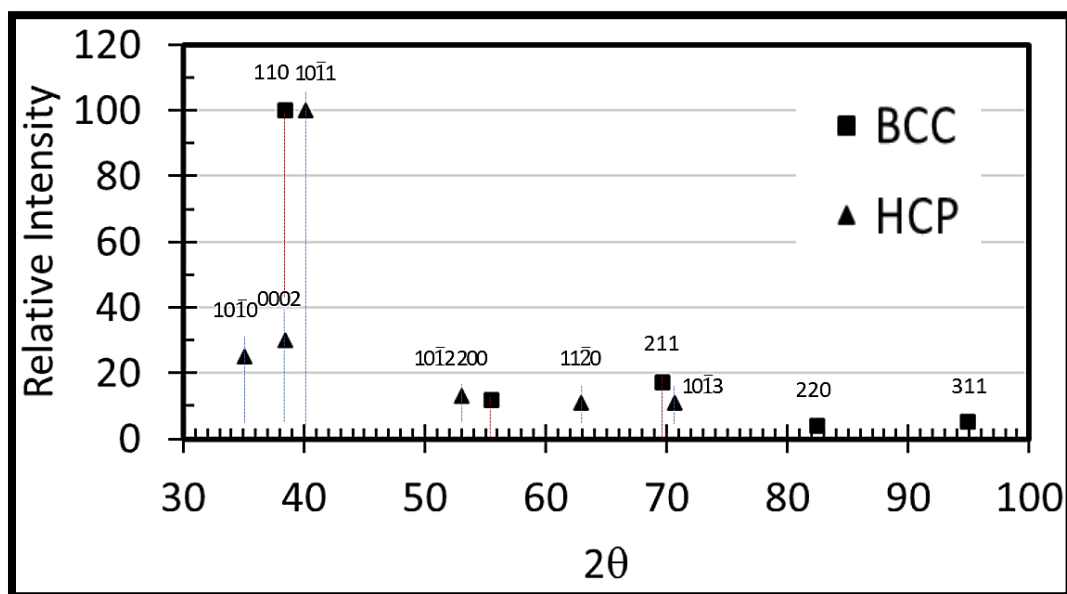


Fig. 5.14 Patrones de difracción de Rayos X para Ti α-HCP y β-BCC.

En el grafico puede observarse que el plano (110) correspondiente a β -BCC se traslapa con la señal del plano (0002) α -HCP. Por lo tanto, la identificación de la fase β en una mezcla bifásica debe hacerse mediante la presencia de los picos (200) β -BCC y (211) β -BCC. Sin embargo, en general, estos picos son de baja intensidad (los cuales no superan la intensidad relativa 20).

En las Fig. 5.15- 5.23 se muestran los Difractogramas conseguidos para la aleación Ti-407. En estos se han identificado en cada una de las muestras de estudio todos los picos de difracción correspondientes a las fases α y β del titanio. Las posiciones de los picos de difracción de rayos X de la fase β -BCC se encuentran señaladas por líneas verticales rojas. Notar que el pico (110) BCC de mayor intensidad esta traslapado con el pico (0002) HCP. La intensidad de los picos (200) BCC y (211) BCC está por debajo del ruido de fondo.

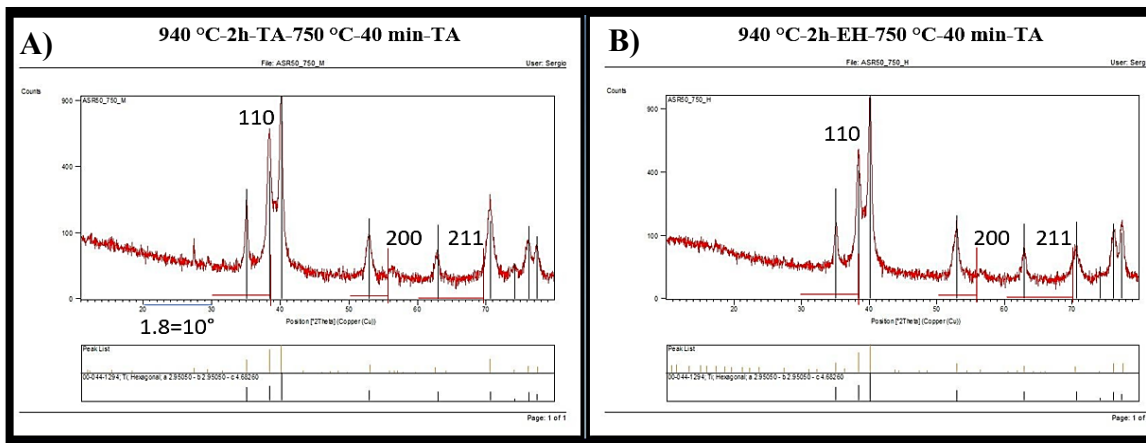


Fig. 5.15 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 750 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento.

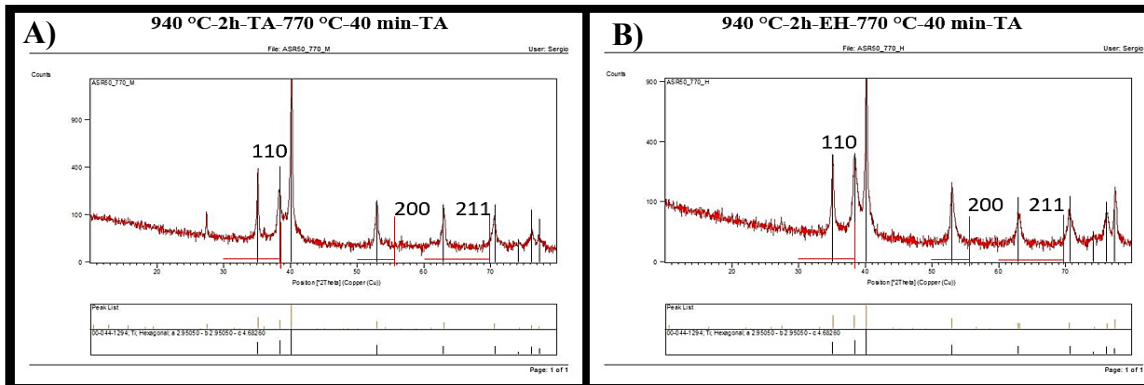


Fig. 5.16 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 770 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento

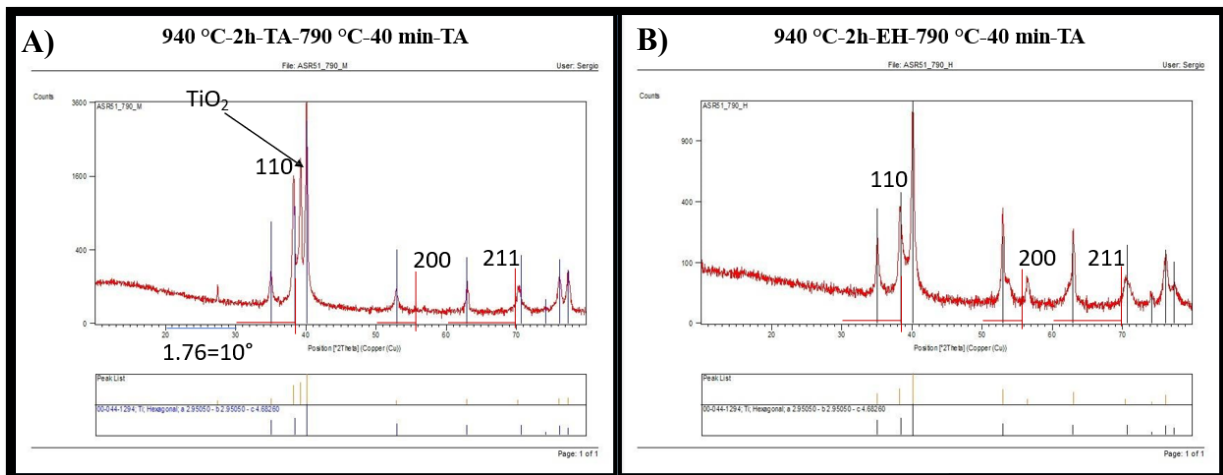


Fig. 5.17 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 790 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento

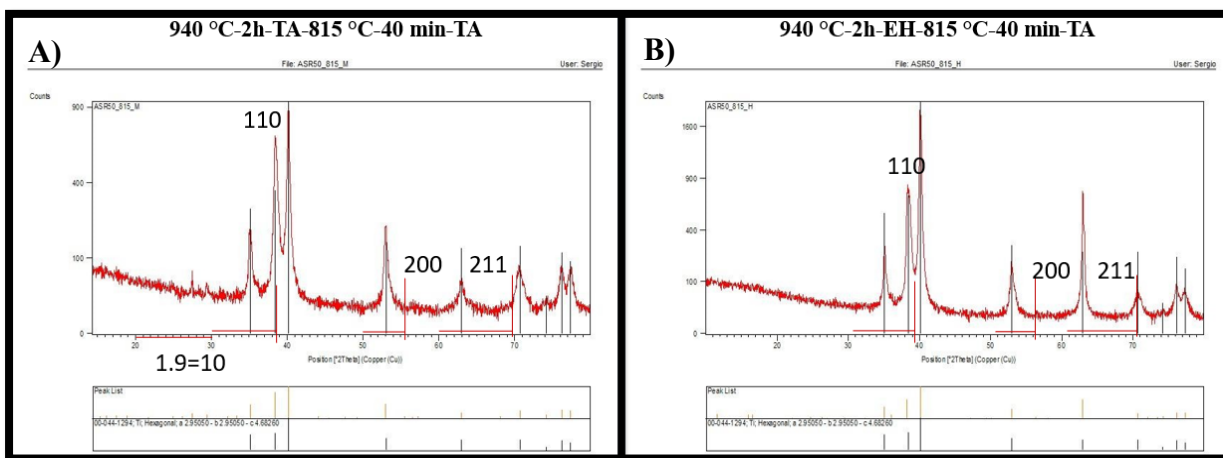


Fig. 5.18 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 815 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento

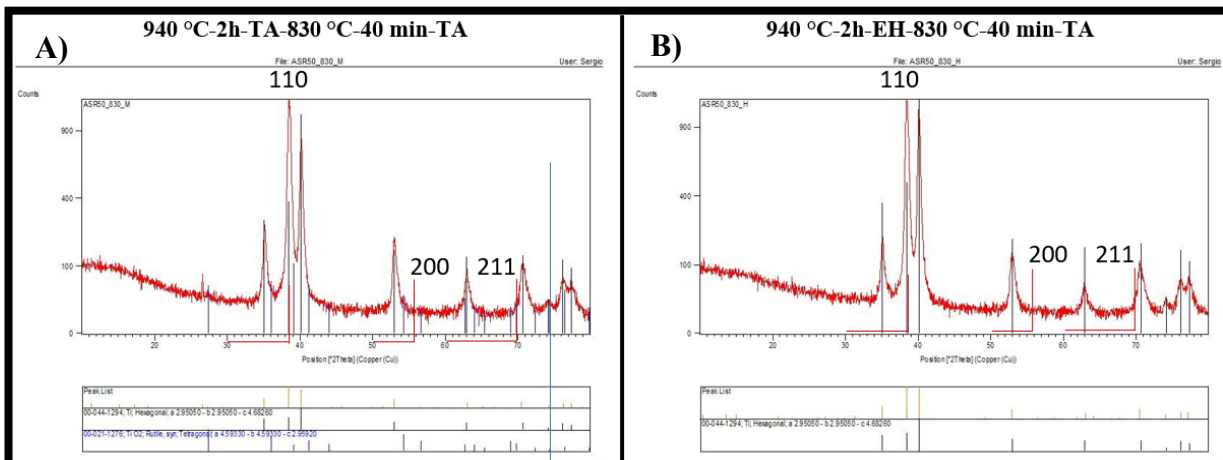


Fig. 5.19 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 830 °C. A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento

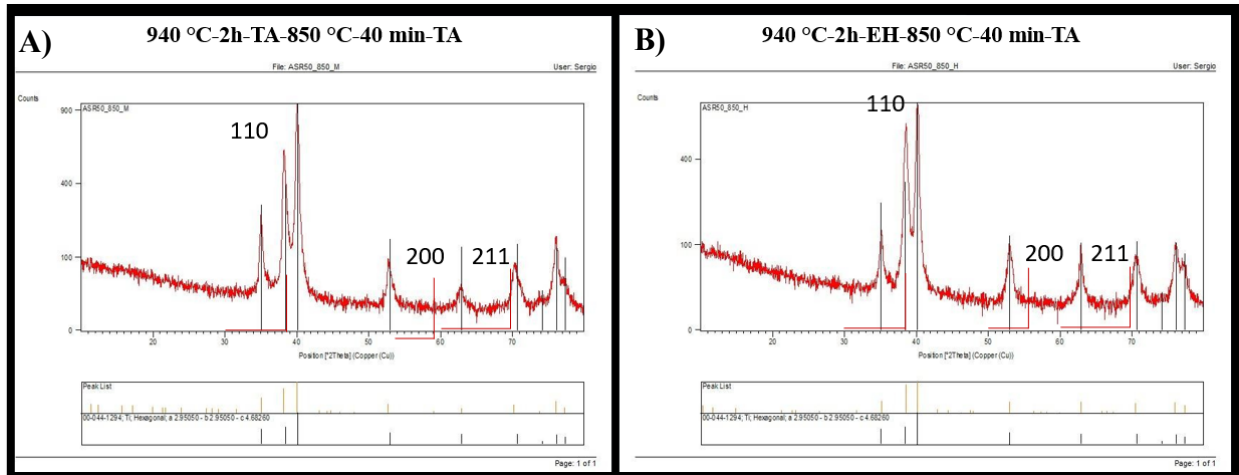


Fig. 5.20 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 850 °C. *A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento*

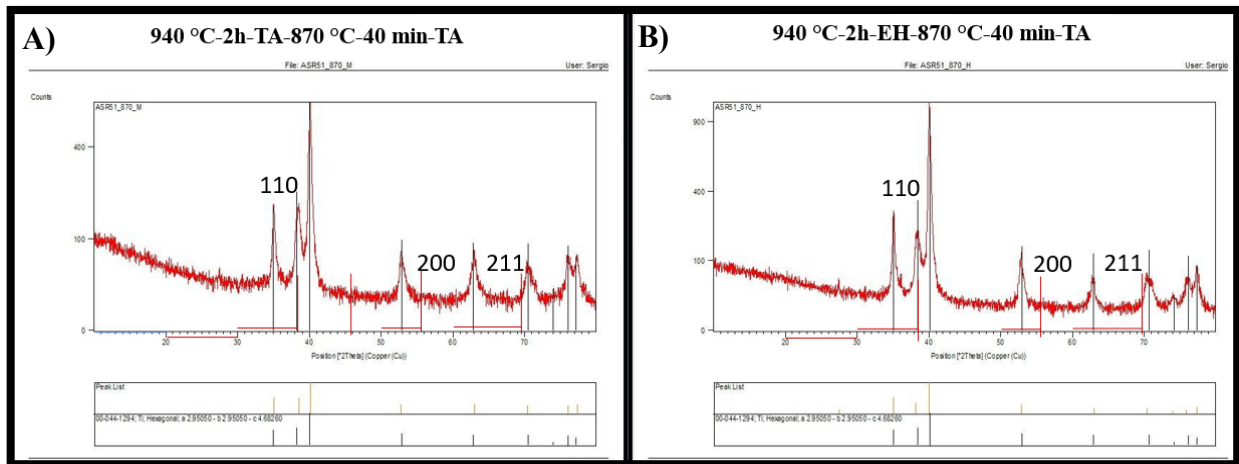


Fig. 5.21 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 870 °C. *A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento*

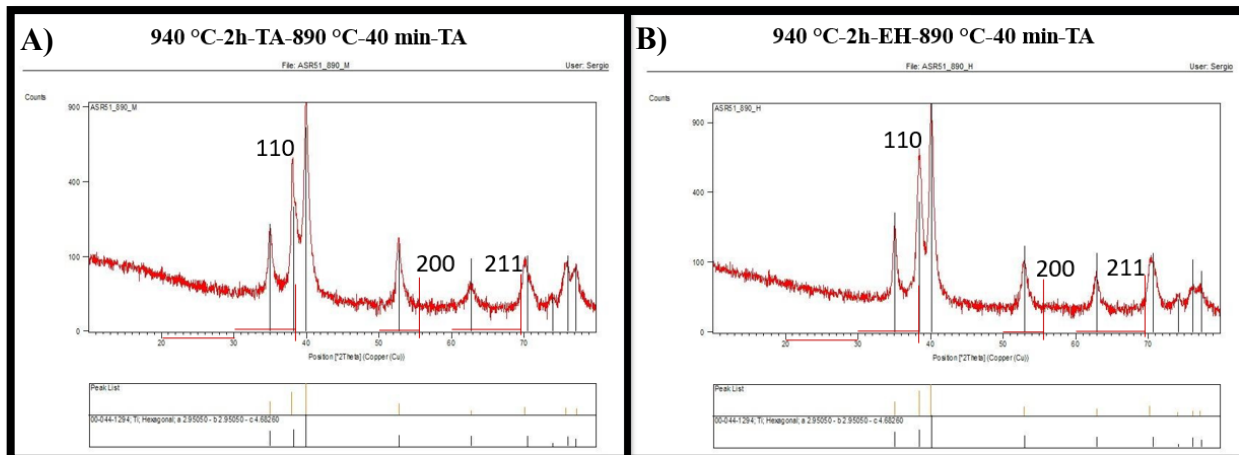


Fig. 5.22 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 890 °C. *A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento*

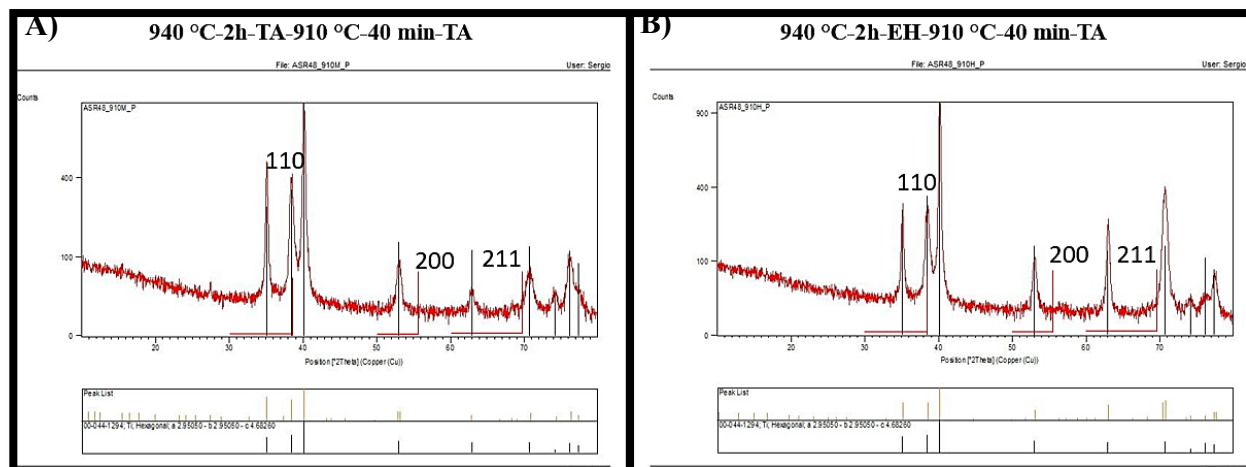


Fig. 5.23 Difractogramas obtenidos de las muestras tratadas a 910 °C. *A) Enfriamiento rápido. B) Enfriamiento Lento*

Los patrones de difracción de las muestras tipo templadas en agua y enfriamiento en el horno recalentadas a temperaturas en el rango 750-910° C y templadas a temperatura ambiente en agua, en donde no exhiben picos DRX correspondientes a la fase β -BCC. Esto significa que:

- La fase β -BCC presente a la temperatura de recalentamiento transforma completamente a las fases α -HCP y/o α' -HCP.
- La cantidad de fase β -BCC retenida o estabilizada es muy pequeña y no puede detectarse mediante la técnica de DRX utilizada en el proceso. Más adelante utilizando el análisis por EBSD se comprobaba el punto anterior.

Las muestras utilizadas para la determinación de patrones de difracción exhibieron una capa de óxido que debió ser eliminada mediante el proceso de pulido para lograr observar los patrones de difracción de la aleación Ti-407. No obstante, dicho proceso solo fue efectuado parcialmente exitoso.

5.5 Microscopía Electrónica de Barrido

5.5.1 Imágenes de electrones retrodispersados (BSE)

La Fig. 5.24 muestra las imágenes recuperadas mediante la señal BSE, las cuales corresponden a la microestructura en estado inicial.

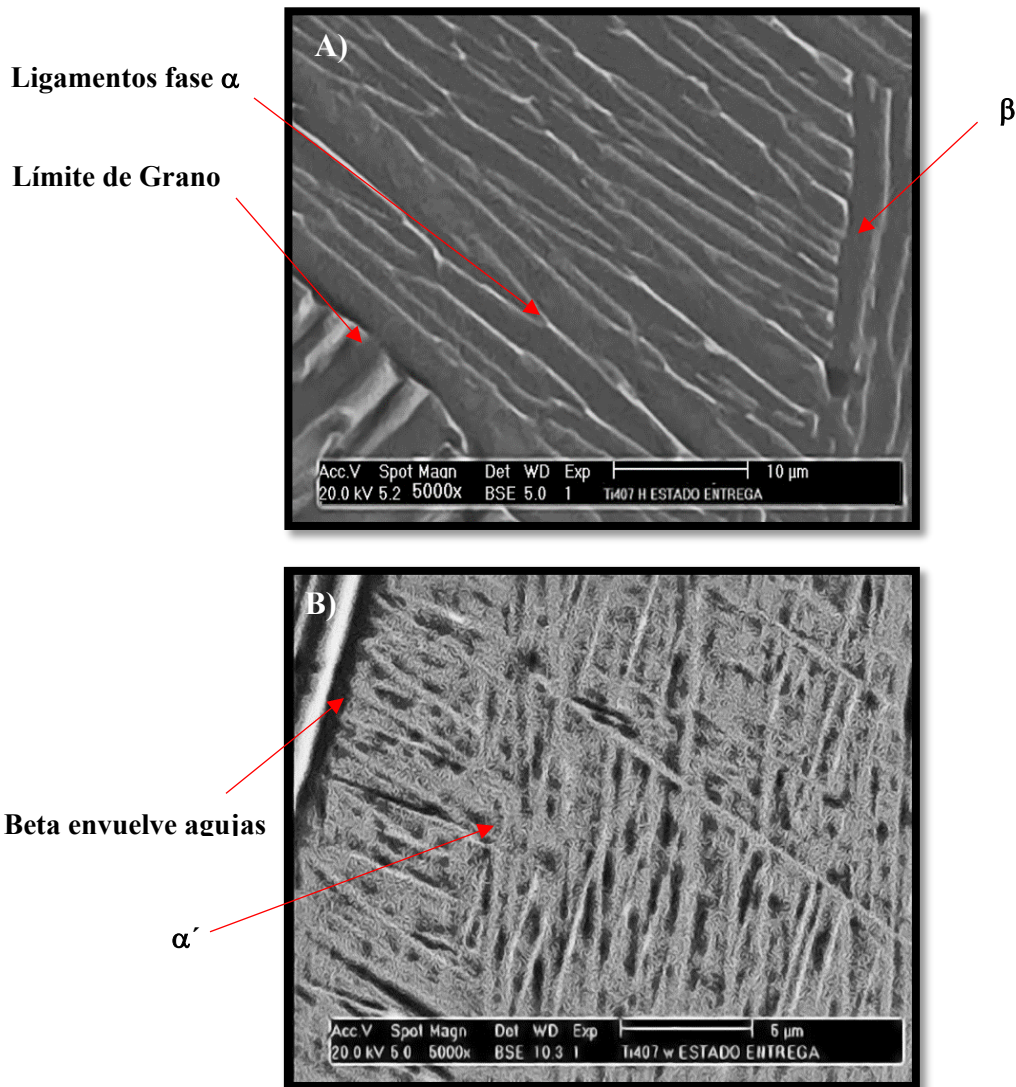


Fig. 5.24 Imágenes de electrones retrodispersados BSE magnificación 5000X. A) Enfriamiento Lento. B) Temple en agua.

El incremento en la velocidad de enfriamiento de enfriamiento Lento a temple en agua provoca un cambio significativo a nivel microestructural. El Temple en agua causa la formación de martensita con morfología de agujas delgadas y largas. Se observa claramente el efecto de partición de la matriz de la fase β debido al enfriamiento tan rápido y abrupto al cual fueron sometidas.

Las agujas de esta fase disminuyen de tamaño de forma progresiva. Es importante mencionar que en las imágenes recuperadas puede notarse el contraste debido a los electrones retrodispersados entre agujas de martensita es más oscuro que el contraste entre las placas de fase α Widmanstätten en la aleación enfriada lentamente (EH). Esta observación indica que el contenido de V en los ligamentos de la fase β entre placas de fase α Widmanstätten es mayor que en las interfases de las agujas. Las placas Widmanstätten formadas durante el enfriamiento lento como se observa en la imagen anterior son más anchas y largas y se visualizan separadas por una película de una fase de mayor número atómico promedio, muy probable fase β -Ti estabilizadas durante el enfriamiento lento.

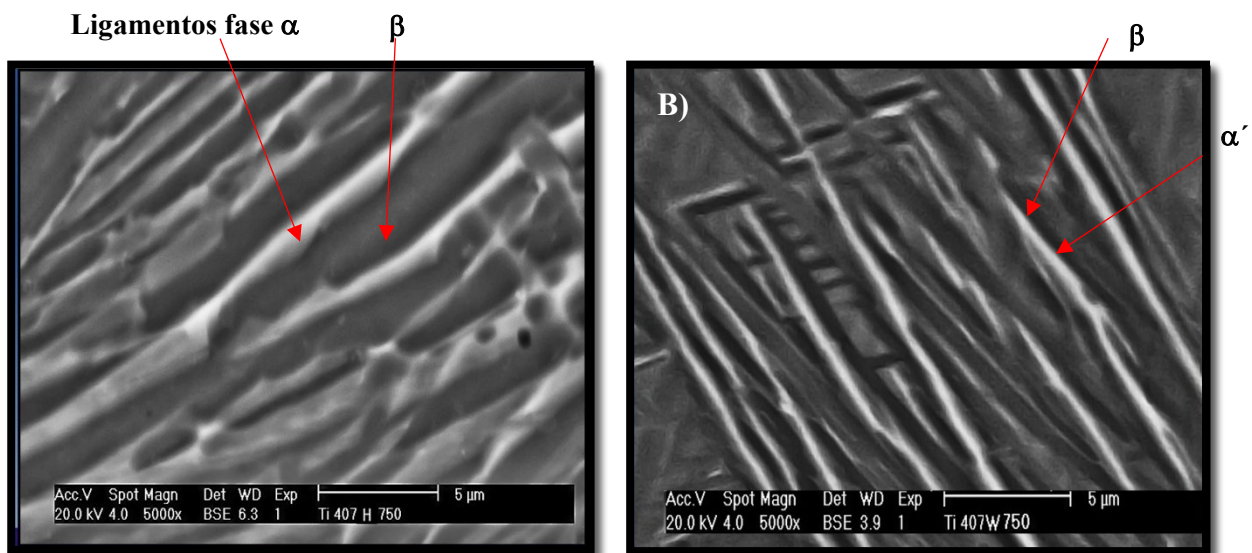


Fig. 5.25 Micrografías 5000X a 750 °C. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento dentro del horno.

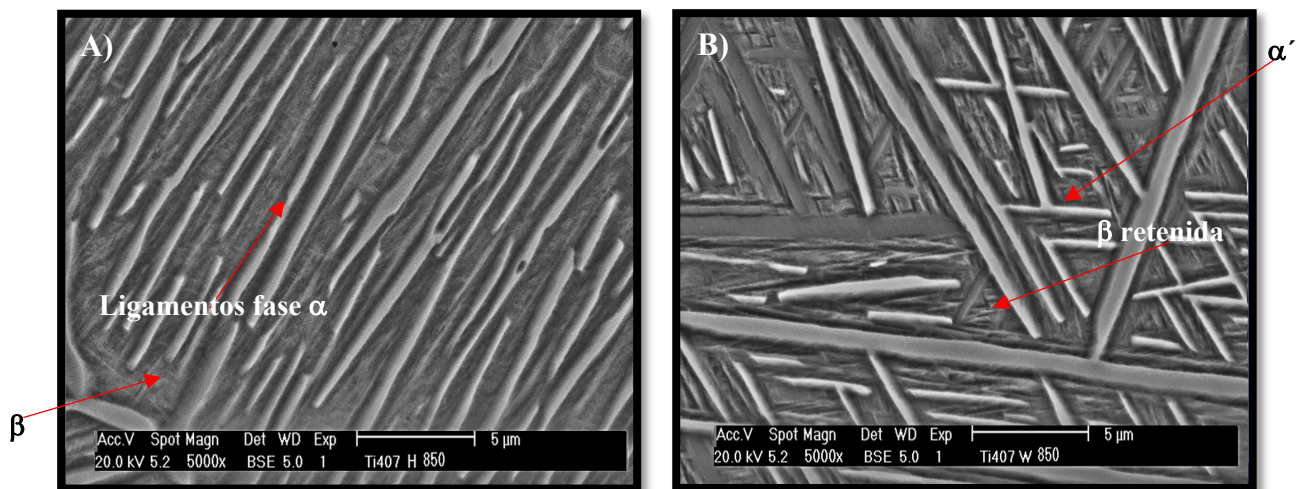


Fig. 5.26 Micrografías 5000X a 850 °C. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento dentro del horno.

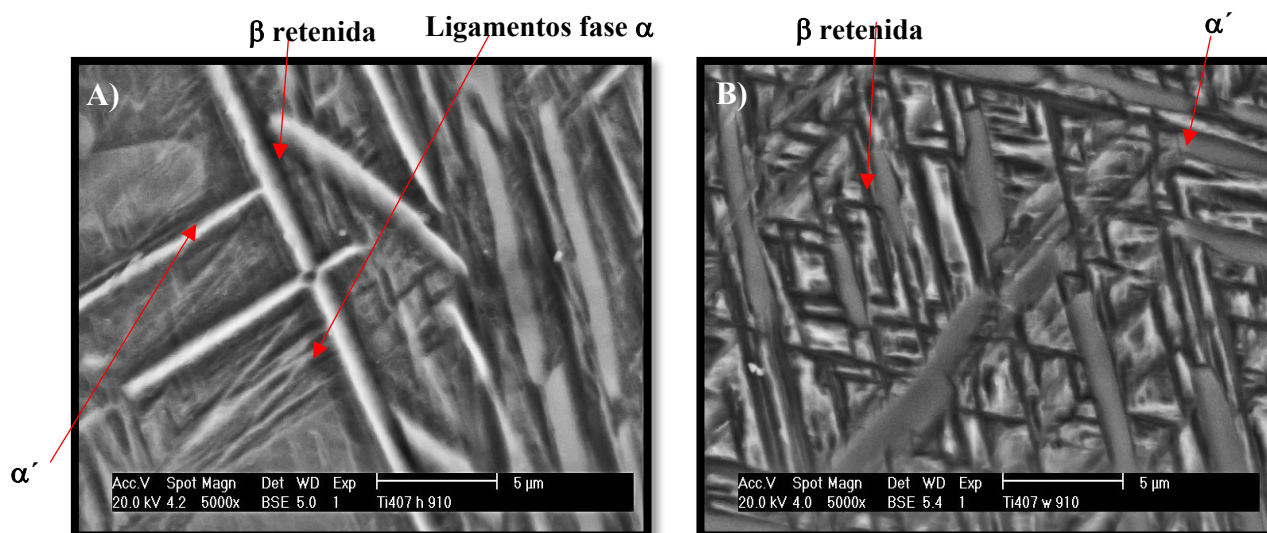


Fig. 5.27 Micrografías 5000X a 910 °C. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento dentro del horno.

En las Fig. 5.25-Fig. 5.27 se observa la evolución de la microestructura bajo el efecto de las temperaturas de recalentamiento. Notar que conforme la temperatura de recalentamiento aumenta las muestras enfriadas lentamente pasan de una microestructura con morfología de cesta de placas Widmanstätten a martensítica. El punto anterior se presenta a partir de la temperatura de 850°C (como se observa en la imagen), lo cual corresponde a los datos obtenidos en microscopía óptica.

La microestructura en el caso de las muestra TA en la temperatura de 750 °C cambia a una combinación de placas α -HCP con morfología Widmanstätten, fase β -BCC retenida y fase α' acicular. Por otro lado, las imágenes de la temperatura de 850 y 910 °C consiste aproximadamente en un 100% de fase α' -HCP con morfología acicular y fase β -BCC retenida.

5.5.2 Difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD)

En este apartado se mostrarán los resultados obtenidos mediante este análisis, se analizarán los mapas de orientación por medio de las figuras de polos inversa, mapa de fases y se discutirán los puntos más relevantes en cada temperatura de estudio, dicho proceso se efectuó en la magnificación 500 X.

5.5.3 Mapas de orientación

La Fig. 5.28 muestra el mapa de orientación de la microestructura inicial, es evidente que la información recopilada al igual que la determinada en apartado de microscopía óptica muestra que tanto las placas paralelas de fase α -HCP con morfología Widmanstätten y las agujas de martensita α' -HCP se encuentran arregladas en paquetes con diferentes orientaciones tal y como se observa en la imagen

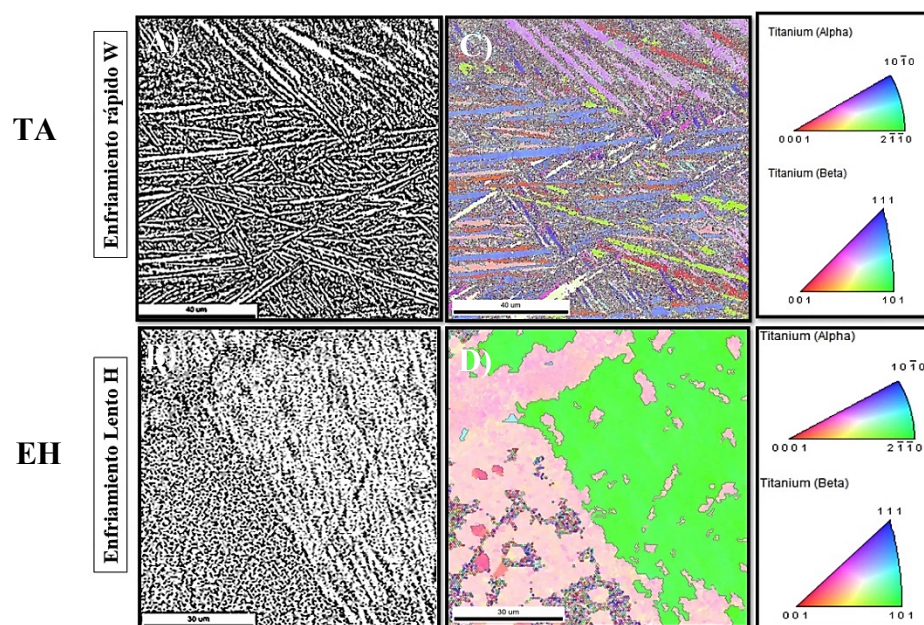


Fig. 5.28 A) y B) Imágenes IQ(calidad). C) y D) Imágenes de figuras de polos inversa. TTS +EH y TTS+ TA.

Notar que la Fig. 5.29-5.31 evidencia los mapas de orientación de las temperaturas 770 °C, 830°C y 910°C. Las 2 primeras temperaturas tanto en las muestras EH (formadas de placas de fase α -HCP con morfología Widmanstätten y la fase α' -HCP acicular) como en las muestras TA (Mezcla de placas α -HCP con morfología Widmanstätten, fase β -BCC retenida y fase α' -HCP acicular) presentan un comportamiento similar a la microestructura inicial, las cuales poseen un gradiente de orientaciones significativo.

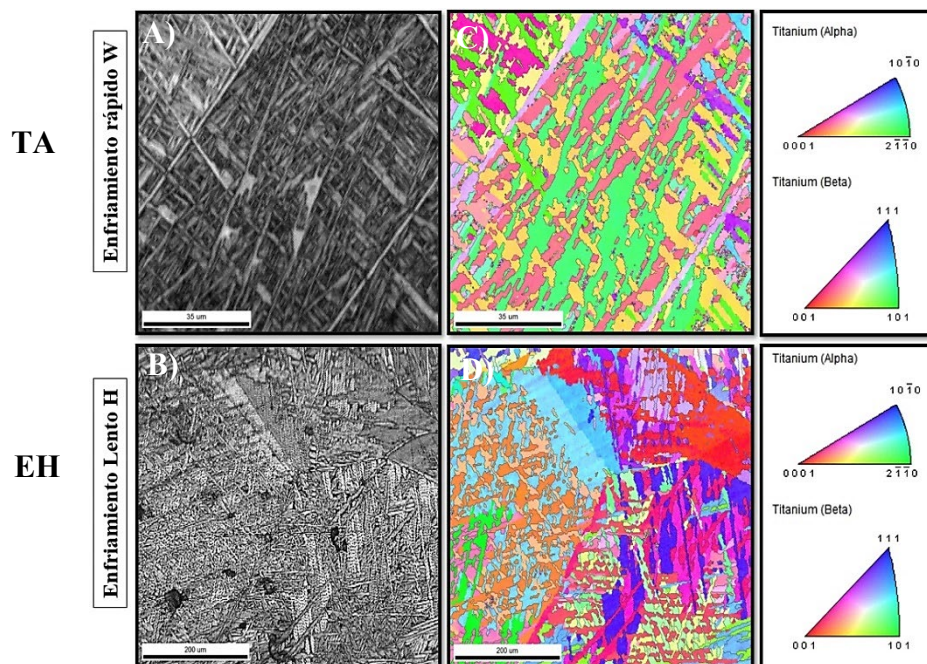


Fig. 5.29 A) y C) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+TA+ 770°C+ TA. B) y D) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+EH+770°C+ TA.

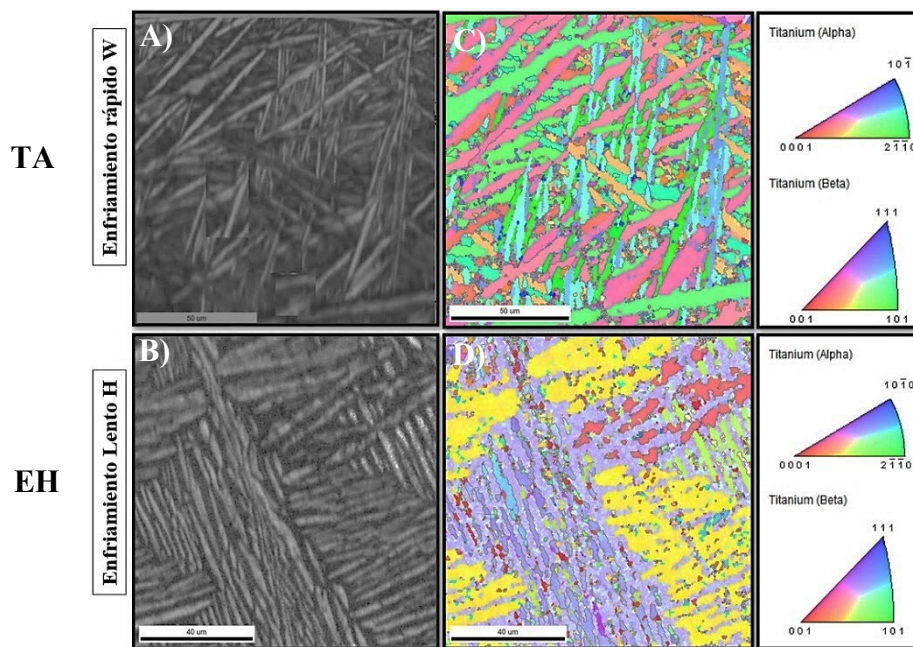


Fig. 5.30 A) y C) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+TA+ 830°C+ TA. B) y D) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+EH+830°C+ TA

Así mismo la temperatura de 910 °C tanto las muestras EH y TA (100% α' acicular y β -BCC retenida) muestran una gran cantidad de variaciones en sus orientaciones.

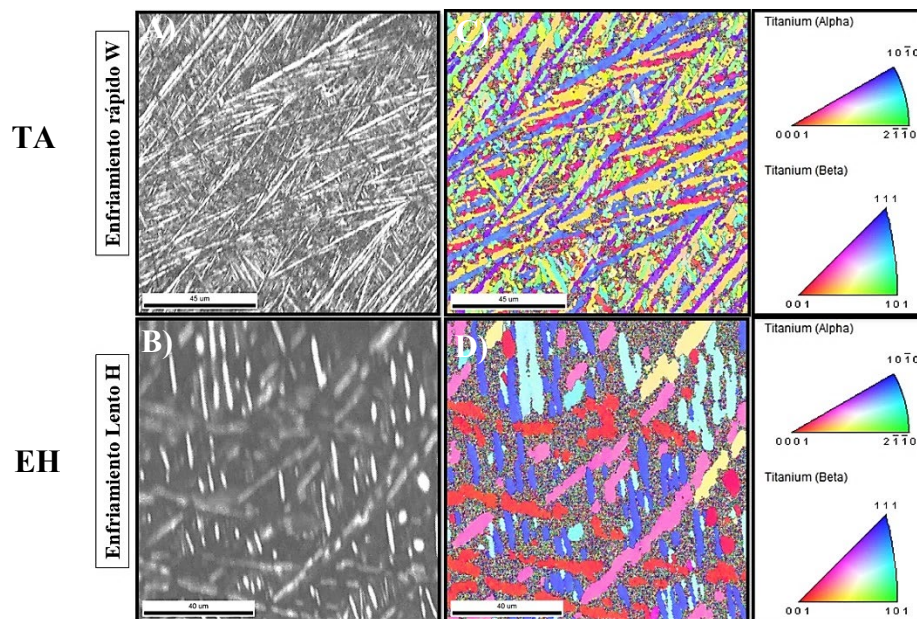


Fig. 5.31 A) y C) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS +TA+ 910°C+ TA. B) y D) Imagen IQ + Figura de polos inversa : TTS+EH+910°C+ TA

5.5.4 Mapas de fases

Las Fig. 5.32 a Fig. 5.35 muestra los mapas de fase obtenidos tanto para las temperaturas anteriores como para el material inicial.

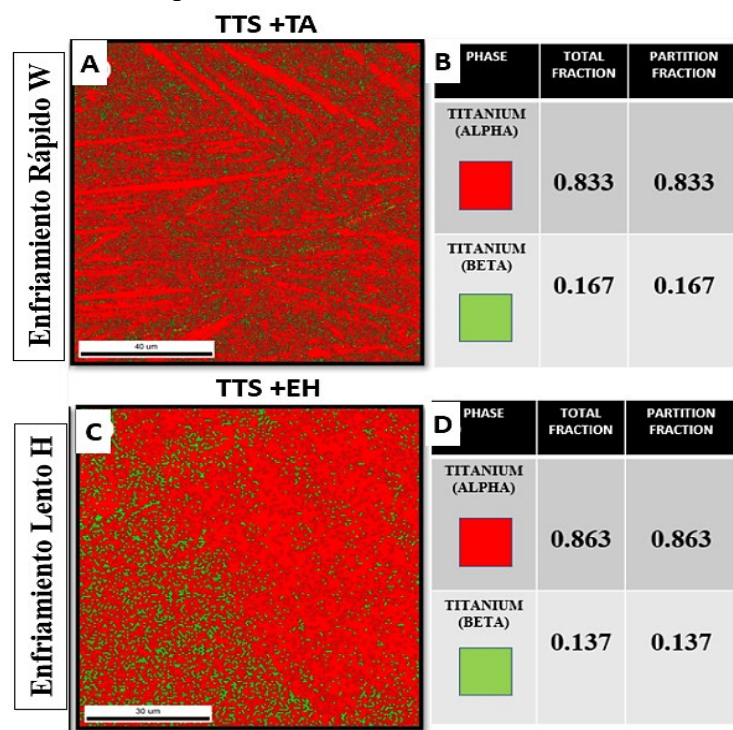


Fig. 5.32 Mapa de fase “Muestra Inicial”. TTS +TA: A) Mapa de fases TA. B) Valores % fase. TTS+ EH: C) Mapa de fases EH. D) Valores % fase.

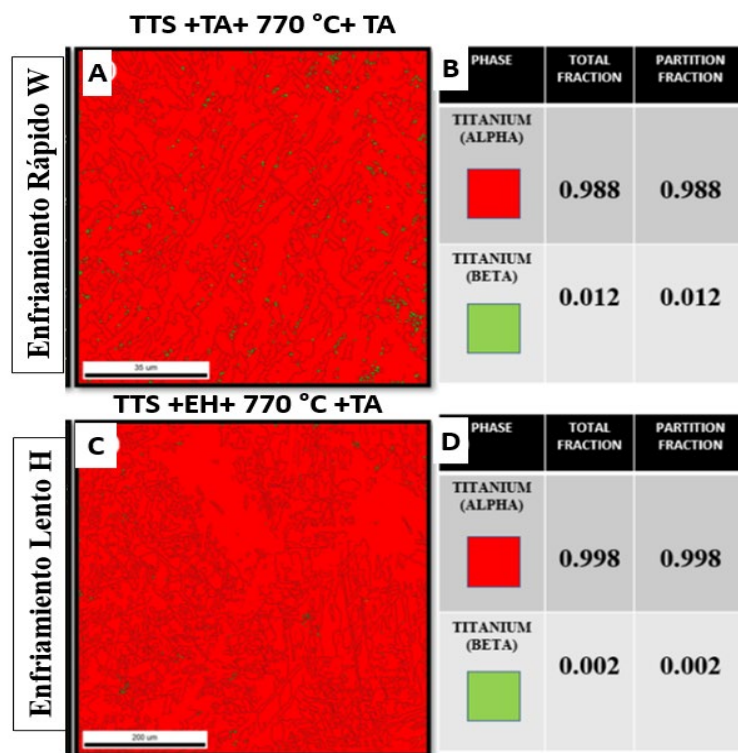


Fig. 5.33 Mapa de fase : TTS +TA+ 770°C+ TA: A) Mapa de fases. B) Valores % fase. TTS+ EH+770°+ TA: C) Mapa de fases TA. D) Valores % fase.

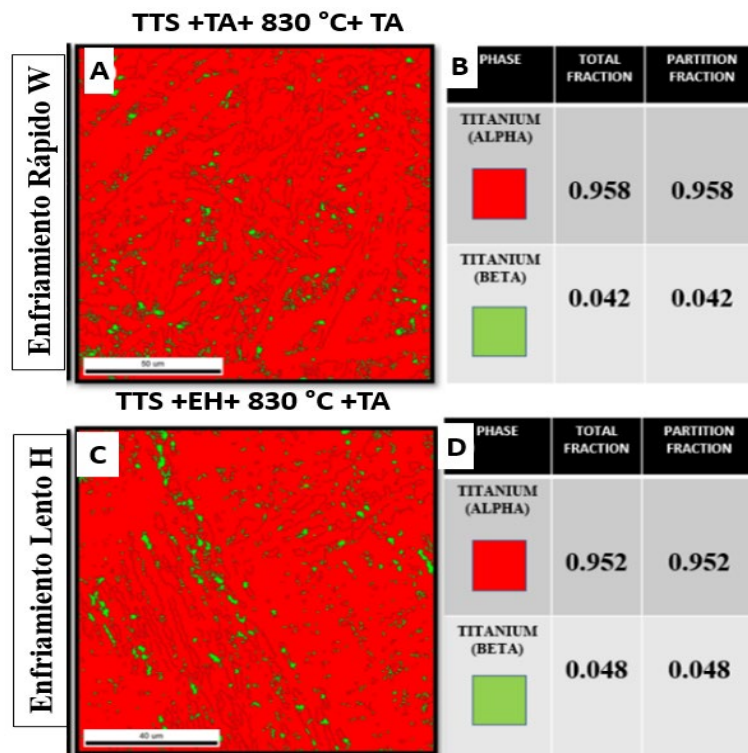


Fig. 5.34 Mapa de fase : TTS +TA+ 830°C+ TA: A) Mapa de fases. B) Valores % fase. TTS+ EH+830°+ TA: C) Mapa de fases TA. D) Valores % fase.

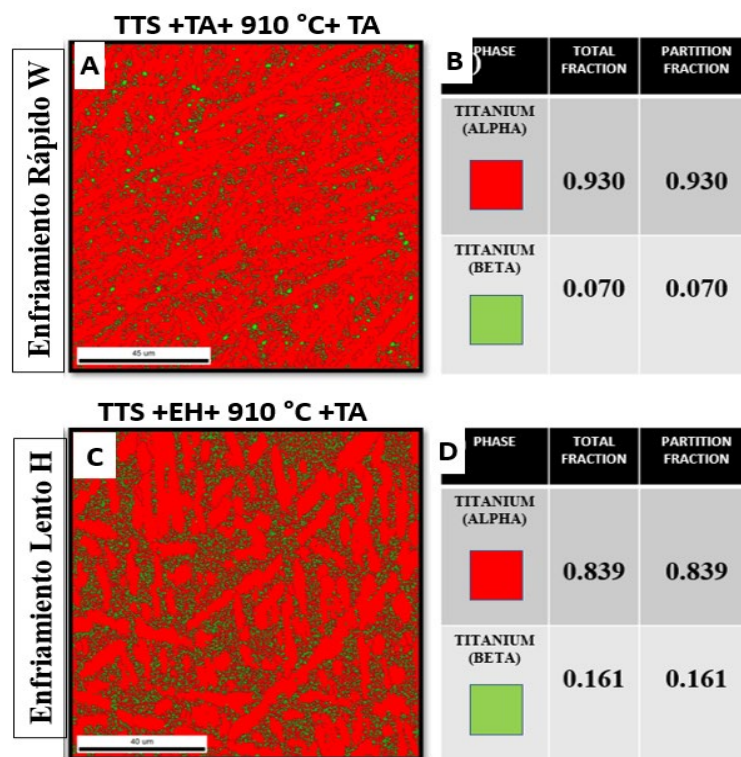


Fig. 5.35 Mapa de fase : TTS +TA+ 910°C+ TA: A) Mapa de fases. B) Valores % fase. TTS+ EH+910°+ TA: C) Mapa de fases TA. D) Valores % fase.

Los mapas de fase obtenidos mediante microscopía de imágenes de orientación (OIM) usando difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD) en el MEB muestran que la fase β está distribuida entre regiones de agujas de martensita o placas Widmanstätten. Aparentemente no hay mucha diferencia entre la cantidad de fase β retenida por el enfriamiento rápido y la cantidad de fase β estabilizada por el enfriamiento lento. Sin embargo, la distribución si cambia. La fase β está más uniformemente distribuida en el material templado.

De acuerdo a los valores obtenidos, se puede notar que la cantidad de fase β es estabilizada durante el enfriamiento lento (EH) o retenida durante el temple (TA) desde la temperatura del TTS presenta un comportamiento característico, en donde disminuye durante el recalentamiento y, una vez que la β -transus es superada (a $^{\circ}\text{T} > 830^{\circ}\text{C}$) aumenta una vez más. En la Fig. 5.36 se muestra la información anterior representada por gráficos para ambos enfriamientos.

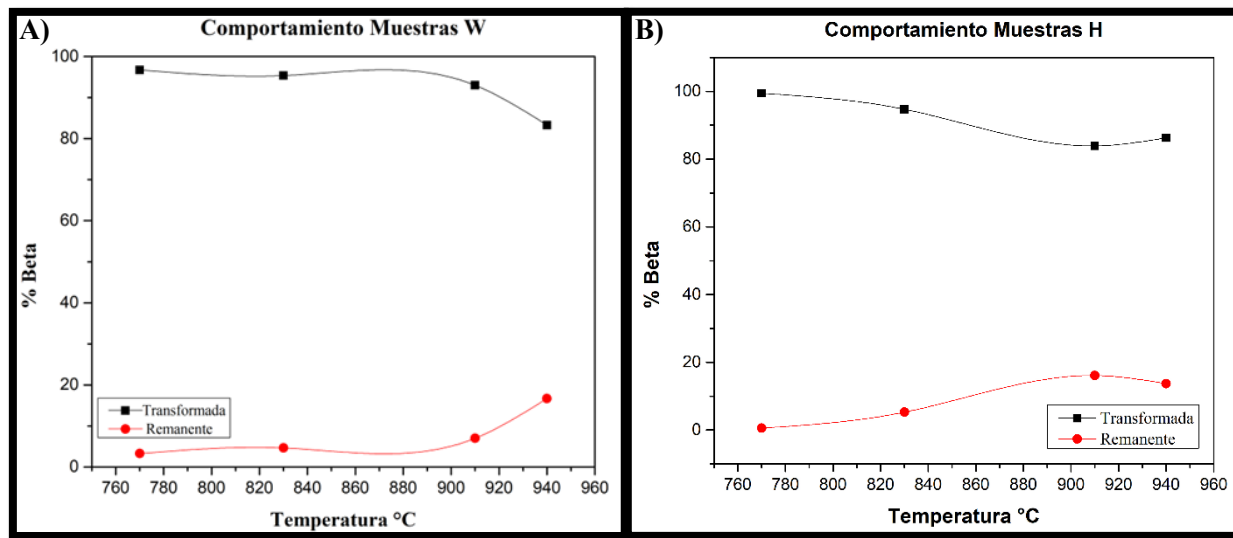


Fig. 5.36 Comportamiento de la cantidad de beta retenida y/o estabilizada. A) Enfriamiento Rápido. B) Enfriamiento Lento.

5.6 Microdureza Vickers

La tabla 5.3 presenta los resultados de las mediciones de microdureza realizadas en la sección transversal de las muestras sometidas a los diferentes tratamientos.

Tabla 5.3 Valores de Microdureza Vickers

		TEMPERATURA DE RECALENTAMIENTO (°C)									TTS
		No. de Medicion	750	770	790	815	830	850	870	890	910
Muestras tipo TTS+TA	1	145.1	149.9	166.9	136.9	133.8	149.9	139.5	161.4	151.1	130.8
	2	148.7	151.1	156.7	132.7	130.3	136.9	140.1	158.7	147.5	121.0
	3	153.5	151.1	142.3	128.3	123.7	133.8	136.3	165.5	158.7	128.8
	4	154.2	152.9	134.3	135.3	131.7	146.9	146.3	154.2	156.1	121.4
	5	154.2	146.3	151.7	141.7	130.8	140.6	139.5	156.1	150.5	124.1
	6	147.5	146.9	163.4	138.5	129.3	148.7	135.8	160.0	156.7	123.7
	7	147.5	160.0	141.2	133.2	123.2	145.1	130.8	154.8	152.3	126.0
	8	151.7	170.5	141.2	120.6	124.6	146.9	133.8	163.4	154.8	123.7
	9	153.5	180.4	140.6	136.9	127.8	146.3	146.9	166.9	150.5	121.9
	10	155.4	159.3	140.6	121.9	128.3	139.0	151.7	155.4	153.5	127.8
	min	145.1	146.3	134.3	120.6	123.2	133.8	130.8	154.2	147.5	121.0
	max	155.4	180.4	166.9	141.7	133.8	149.9	151.7	166.9	158.7	130.8
	prom	151.1	156.8	147.9	132.6	128.4	143.4	140.1	159.6	153.2	124.9
	desvstd	3.6	11.0	11.1	7.0	3.6	5.5	6.5	4.6	3.4	3.3
conf int	2.2	6.8	6.9	4.3	2.2	3.4	4.0	2.8	2.1	2.1	
Muestras tipo TTS+EH	1	122.8	134.3	133.8	126.0	138.5	146.3	156.1	145.7	141.2	108.1
	2	125.5	129.3	137.9	133.2	133.8	152.3	142.2	141.2	142.9	105.2
	3	137.4	129.3	134.8	137.4	130.3	160.7	166.2	147.5	145.7	106.6
	4	142.9	124.1	141.7	146.9	134.8	115.8	153.5	144.6	127.8	99.1
	5	133.8	125.0	125.0	130.8	142.9	142.9	124.1	147.5	144.6	124.1
	6	126.4	131.2	127.4	146.3	145.1	143.4	138.5	144.6	140.1	103.1
	7	127.4	123.7	147.5	124.6	144.6	139.5	139.5	146.9	140.0	106.6
	8	130.8	123.7	130.3	140.1	132.7	145.1	138.5	148.1	132.7	106.6
	9	146.9	124.6	141.2	133.8	130.8	158.7	154.8	144.0	130.3	107.0
	10	141.7	129.8	136.3	133.2	130.3	158.7	151.7	156.1	147.5	116.7
	min	122.8	123.7	125.0	124.6	130.3	115.8	124.1	141.2	127.8	99.1
	max	146.9	134.3	147.5	146.9	145.1	160.7	166.2	156.1	147.5	124.1
	prom	133.6	127.5	135.6	135.2	136.4	146.3	146.5	146.6	139.3	108.3
	desvstd	8.3	3.8	6.9	7.6	5.9	13.1	12.1	3.9	6.8	7.1
conf int	5.2	2.3	4.3	4.7	3.7	8.1	7.5	2.4	4.2	4.4	

Los valores promedio de la mediciones efectuadas, permiten observar que:

1. El temple en agua después del TTS causa un incremento en dureza de aproximadamente 15% con respecto al valor obtenido cuando el enfriamiento fue lento.
2. El recalentamiento a temperaturas entre 750 y 910 °C seguido por temple en agua causa, en general, un incremento en la dureza.

3. El incremento en dureza debido al recalentamiento de las muestras depende de la temperatura de recalentamiento y, en general, es mayor para el caso de las muestras que fueron templadas en agua al final del TTS.

4. A lo largo del diámetro de la sección transversal de las muestras la microdureza exhibe una variabilidad significativa con valores promedio que varían entre ± 3.7 para muestras templadas en agua después del TTS y ± 4.7 para muestras enfriadas lentamente después del TTS. En la Fig. 5.37 se ilustra esta variabilidad para las muestras sometidas al TTS y para las muestras recalentadas a 750, 830, 850 y 910 °C.

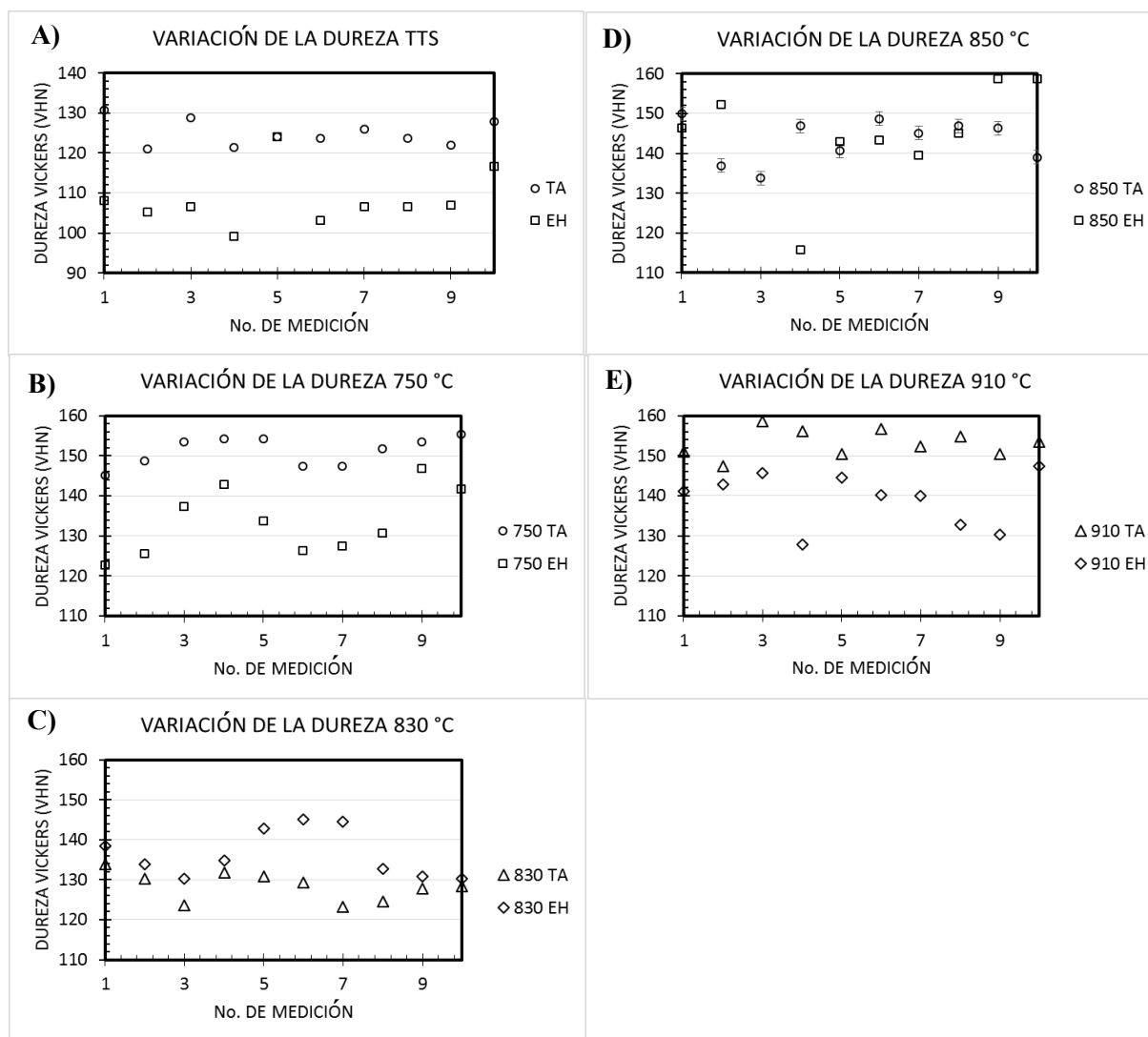


Fig.5.37 Variabilidad de microdureza en las muestras recalentadas. A) TTS. B) 750°C. C) 830°C. D) 850°C. E) 910°C.

A pesar de la variabilidad observada en la mediciones de microdureza, se consideraron los valores promedio, máximo y mínimo los cuales fueron graficadas en función de la temperatura de recalentamiento. Fig. 5.38.

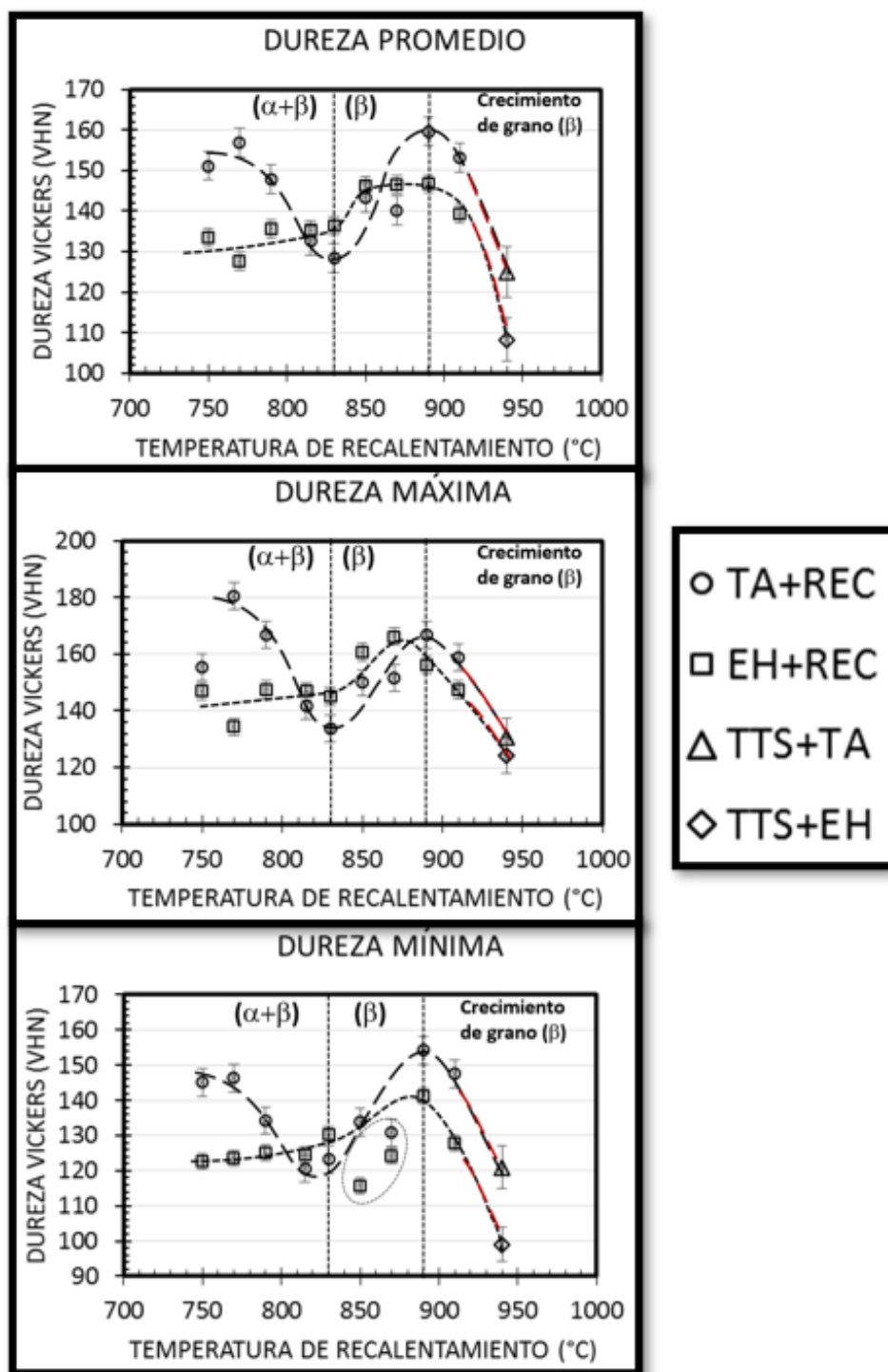


Fig. 5.38 Gráficos de Dureza Promedio, máxima y mínima

La figura anterior muestra los 3 gráficos, la dureza promedio, mínima y máxima de las muestras sometidas a recalentamiento después del TTS + TA. Apremiar que el valor de dureza disminuye al aumentar la temperatura de recalentamiento hasta un valor mínimo observado a una temperatura de 830 y 840°C. No obstante, a temperatura mayores la microdureza aumenta hasta un máximo en la temperatura 890°C para posteriormente disminuir. Notar que la microdureza observada en las muestras sometidas al TTS + TA puede obtenerse extrapolando a 940 °C el valor de la dureza observada a 910 °C.

El efecto de la temperatura de recalentamiento sobre la microdureza de las muestras sometidas a TTS + EH muestra un comportamiento similar al observado para las muestras de TTS +TA para el caso de las temperaturas superiores a 830-840 °C. No obstante, como se puede apreciar en las gráficas, para temperaturas de recalentamiento menores a 830°C solo provoca un ligero aumento en la dureza al incrementar la temperatura de recalentamiento. Dicho comportamiento se puede explicar en términos de los efectos del calentamiento sobre las diferentes microestructuras de las muestras al final del TTS.

Un punto importante por mencionar es que tanto la fase α' -HCP y β -BCC retenida presentes en las muestras sometidas a TTS +TA deben transformarse a (α -HCP + β -BCC) durante el calentamiento. Las cantidades relativas de α -HCP y β -BCC dependen de la temperatura de recalentamiento. Sin embargo, la transformación de α' -HCP $\rightarrow$ α -HCP y la disminución en el contenido de V en la fase β -BCC provocan la disminución en los valores de microdureza observada hasta temperaturas de recalentamiento 830-840 °C. En mayores temperaturas, la microestructura a la temperatura de recalentamiento β -BCC, la cual transforma a α' -HCP durante el temple final. Cuando la temperatura de recalentamiento es menor a 830°C la microestructura a la temperatura de recalentamiento es (α -HCP + β -BCC) y por lo tanto, solo la fracción en volumen de fase β -BCC presente puede transformar a α' -HCP al efectuar el temple final. A pesar de esto, no hay que olvidar que depende del contenido de V en β -BCC y de la Ms de dicha fase en el rango bifásico a $T < 830^\circ\text{C}$.

En el caso de las muestras sometidas a TTS + EH, la microestructura al inicio del recalentamiento es (α -HCP + β -BCC) y, por lo tanto, el ligero aumento en la dureza observado cuando el temperatura de recalentamiento se incrementa desde 750 hasta

aproximadamente 830°C, lo cual se debe a la transformación de β -BCC $\rightarrow$ α' -HCP durante el temple final.

Finalmente, en el caso de la disminución en la dureza observada cuando las temperaturas de recalentamiento son superiores a 890 °C pueden atribuir al notable crecimiento de grano de la fase β -BCC, el cual afecta negativamente la transformación martensítica.

6.Conclusiones

6.1 Estimación de β -Transus por medio del diagrama Ti-V

A. La implementación de la regla de palanca, permitió obtener las cantidades relativas de las fases α -HCP y β - BCC para las temperaturas de estudio, las cuales a través de un diagrama de % Beta vs $^{\circ}\text{T}$ mostró que el valor para β -Transus es aproximadamente 835°C .

6.2 Caracterización por microscopía de luz reflejada.

A. El efecto de la velocidad de enfriamiento en la microestructura Inicial con TTS: 940°C promueve la formación de 2 tipos de microestructuras. El enfriamiento EH produce una microestructura de placas paralelas de fase α -HCP con morfología Widmanstätten arregladas en paquetes con diferentes orientaciones. Dichas placas crecen a partir de los límites de grano de β , así mismo en las interfases entre las placas de α están delineadas por fase β estabilizada químicamente. Por otro lado, el enfriamiento TA a diferencia de EH, no hay fase α o α' formada en los límites de grano de la fase β -BCC. En este caso gracias a la alta velocidad de enfriamiento se produce una estructura de agujas de martensita y β retenida alrededor de estas.

B. Como resultado de las diferentes temperatura de recalentamiento, las muestras TTS+ EH + $^{\circ}\text{T}$ (750 - 910°C)+ TA. Dicho procedimiento al efectuarse a temperaturas menores a β -transus causa que la fase β transforme a martensita con algo de fase α remanente con morfología de placas Widmanstätten irregulares. En cambio si la temperatura es mayor a β -transus seguido del temple, a diferencia de lo anterior β transforma a martensita o α con morfología de placas Widmanstätten irregulares, la cual depende de la temperatura desde la cual se efectuó el temple.

C. La variación del proceso en las muestras a TTS+ TA + T (750 - 910°C)+ TA. En este caso a diferencia de las muestras sometidas a EH presenta un comportamiento diferente. A temperaturas inferiores a 850°C se genera una microestructura formada de una mezcla de placas α -HCP con morfología Widmanstätten (preexistentes), fase β -BCC retenida y fase α' -HCP con morfología acicular, esta ultima formada a partir de la fase β presente a la temperatura de recalentamiento. Adicionalmente la microestructura resultante a temperatura

superiores a 830°C consiste en casi 100% de fase α' -HCP con morfología acicular y fase β -BCC retenida.

6.3 Difracción de Rayos X

A. La técnica de difracción de rayos X utilizada pone en evidencia que las muestras de tipo TA y EH a temperaturas en el rango 750-910°C y templadas a temperatura ambiente no exhiben picos de difracción correspondientes a la fase β -BCC. Lo cual en un principio se pensó que la fase β -BCC presente en la temperatura de recalentamiento transforme en su totalidad, sin embargo no es así ya que mediante el análisis EBSD se contrarresta este punto. La razón es que la cantidad de fase β -BCC retenida o estabilizada es muy pequeña y no puede detectarse mediante la técnica de DRX implementada.

6.4 Microscopía Electrónica de Barrido

A. Las imágenes por Electrones retrodispersados (BSE) a mayores magnificaciones permite reforzar la información obtenida por medio microscopía Óptica, en donde se puso en evidencia el mismo comportamiento de las microestructuras, sin embargo, es importante resaltar la presencia de la fase beta estabilizada o retenida en ambas velocidades de enfriamiento.

B. Los mapas de orientación y mapas de fase generados por el análisis EBSD brindan información importante. Los mapas de orientación concluyen que tanto las agujas de martensita como las placas de α con morfología Widmanstätten se encuentran presentes en diferentes paquetes de orientación.

C. Por otro lado, los mapas de fase mostraron que la fase beta se encuentra distribuida entre las regiones de agujas de martensita o placas de α Widmanstätten (siendo en las muestras templadas donde se exhibe una mejor distribución), en donde aparentemente no se observó una gran diferencia entre las cantidades obtenidas de fase β retenida por el enfriamiento rápido y la cantidad de fase β estabilizada por el enfriamiento lento para las temperaturas de recalentamiento.

6.5 Microdureza Vickers

A. El TA después del TTS provoca un aumento en la dureza de aproximadamente 15% con respecto a los valores obtenidos en EH.

B.El efecto del recalentamiento a temperaturas entre 750 y 910°C seguido de temple en agua provoca en pocas palabras un aumento en la dureza. El incremento de la dureza depende de la temperatura de recalentamiento a la cual sea sometida la aleación y en general, los valores son mayores en las muestras que fueron templadas en agua al final del TTS.

C.Pequeñas variaciones observadas en las mediciones de microdureza de las muestras recalentadas a 750, 830, 850 y 910 °C se analizaron tomando en consideración los valores promedio, máximos y mínimos, concluyendo que dichas variaciones dependen de la velocidad de enfriamiento después del TTS, temperatura de recalentamiento , temperatura β -transus, así como el contenido de V en la fase β -BCC y de la Ms de dicha fase.

7.Referencias bibliográficas

- [1] Pinilla-Navarro, O., Siado-Guillen, A., Cely-Bautista, M. M., Romero-Mejia, I., & Jaramillo-Colpas, J. (2018). Caracterización microestructural de la aleación de titanio Ti6Al4V oxidada térmicamente. *Prospectiva*, 16(2), 68-74.
- [2] H. Sibum, et al., *Titanium, Titanium Alloys, and Titanium Compounds*, 2002
- [3] F. H. Froes, "The Production of Low-cost Titanium Powders", *JOM*, vol. 50, pp. 41-43, 1998
- [4] M. A. Hunter, "Metallic Titanium", *Journal of the American Chemical Society*, vol. 32, pp. 330–336, 1910
- [5] V. G. Gopienko and O. D. Neikov, *Production of Titanium and Titanium Alloy Powders in Handbook of Non-Ferrous Metal Powders Elsevier*, pp. 314-323, 2008
- [6] G. Crowley, "How to Extract Low-cost Titanium", *Advanced Materials & Processes*, vol. 161, pp. 25-27, 2003
- [7] S. J. Gerdemann, "Titanium Process Technologies", *Advanced Materials & Processes*, vol. 159, pp. 41-43, 2001
- [8] G. Z. Chen, et al., "Direct Electrochemical Reduction of Titanium Dioxide to Titanium in Molten Calcium Chloride", *Nature*, vol. 407, pp. 361-364, 2000
- [9] "Metalysis Leads Charge for Change in Titanium Production", *Metal Powder Report*, vol. 64, pp. 6-11, 2009
- [10] J. L. Murray, *Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys*, 1st ed, ASM International, pp. 1-345, 1987
- [11] M. J. Donachie, *Titanium. A Technical Guide*, USA, ASM International, 2018.
- [12] Bucher, E., Heiniger, F., and Müller, J., anomalies in the superconducting transition of HCP titanium alloys, in the *Low temperature Physics -LT9 (Proc. 9th. Cong., Columbus, OH, Sept. 1964)*, ed. By J.G. Daunt et al., Plenum Press, 1965, pp. 482-486.

- [13] Stanford, N., Bate, P.S. Crystallographic variant selection in Ti-6Al-4V and Ti 407. *Acta de Mater*, volumen 1 52, 5215-5224. 2014.
- [14] M. Jackson and K. Dring, "Materials Perspective - A Review of Advances in Processing and Metallurgy of Titanium Alloys", *Materials Science and Technology*, vol. 22, pp. 881-887, 2006.
- [15] I. I. Kornilov, "Interaction of Titanium with Elements of the Periodic System" in *Proceedings of the Science, Technology and Application of Titanium Conference*, pp. 407-421, 1970
- [16] Minerali e Pietre, "Gli Ossidi del Titanio", available at: <http://www.mineraliepietre.com/storeimgs/Gli%20ossidi%20del%20titanio%20parte%201.pdf>, 2006
- [17] Gil, F.J., Planell, J.A. Aplicaciones biomédicas del titanio y sus aleaciones. *Biomecánica*. Vol 1, 34-42. 2013.
- [18] F. H. Froes, et al., "Titanium in the Family Automobile: The Cost Challenge", *JOM*, vol. 56, pp. 40-44, Feb 2004
- [19] González, L. (2013). Trabajo de investigación bibliográfica estructura y propiedades de fatiga del titanio y sus aleaciones usadas como biomateriales. *Universidad, Ciencia y Tecnología*, 17(67), 92-108.
- [20] T. Ahmed and H.M. Flower, *Mater. Sci. Technol.* 10, 272 (1994)
- [21] J.L. Murray, *Phase Diagrams Bin. Vanadium Alloys*, ed. J.F. Smith (Cambridge: ASM International, 1989), pp. 297–306.
- [22] V.V. Molokanov, D. Chernov, and P. Budberg, *Met. Sci. Heat Treat.* 19, 704 (1977).
- [23] The Effect of Oxygen on Phase Equilibria in the Ti-V System: Impacts on the AM Processing of Ti Alloys.
- [24] J. L. Murray, *Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys*, 2nd ed, ASM International, pp. 115-235, 1995

- [25] C. Leyens, M. Peters, Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications, Wiley-VCH, 2003.
- [26] P. Beiss, et al., International Atlas of Powder Metallurgical Microstructures. Princeton, New Jersey, U.S.A., ASM International, pp. 134-135, 2002
- [27] G. Lütjering and J. C. Williams, Titanium: Engineering Materials and Processes, 1st ed. Manchester, UK, Springer, pp. 1-356, 2003
- [28] V. A. Joshi, Titanium Alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features, Taylor & Francis, pp. 1-15, 2006
- [29] A. D. Hartman, et al., "Producing Lower-cost Titanium for Automotive Applications", JOM, vol. 50, pp. 16-19, 1998
- [30] F. Froes, "Tenth World Titanium Conference", Materials Technology & Advanced Performance Materials, pp. 109-114, 2004
- [31] G. Welsch, R. Boyer, E.W. Collings, Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, ASM International, Materials Park, Ohio, 1993.
- [32] Maykuth, D.J., Ogden, H.R, and Jaffe, R.I., Titanium- Vanadium, Titanium tungsten., the effects of allowing elements in titanium: Volume B. Physical and chemical properties, deformation and transformation characteristics, DMIC Report 136B, Battelle memorial institute, May 29,2015
- [33] Ghelen,P.,C The crystallographic structure of Ti- Al, Ti-V, in [JAF70],pp.349-357.
- [34] M. J. Donachie, Titanium. A Technical Guide, 2nd Edition ed. Ohio, USA, ASM International, pp. 1-137, 2000
- [35] Chandrasekaran, V., Taggart, R., and Polonis, D.H, Phase separation processes in the beta phase of Ti-V binary alloys , Metallography 5, 393-398 (1972).
- [36] Delgado, J. Estudio de la influencia sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de la altura de fabricación para la aleación Ti6Al4V Eli procesada mediante la tecnología aditiva Electron Beam Melting. Valencia. Trabajo Fin de Máster.

[37] Greta Lindwall, Peisheng Wang, Ursula R. Kattner, and Carelyn e. Campbell Jom, Vol. 70, No. 9, p. 1962-1705, 2018

[38]F. Ermanis, P.A. Farrar, and H. Margolin, Trans. Met. Soc. 221, 904 (1961).

[39] Charlesworth, J.P. and MADSEN, P.E, Effect of heat treatment on the superconducting critical current of cold-worked Titanium- Vanadium; Part I, Report No. AERE-R-6534, Atomic Energy research Establishment, Harwell, UK, Oct. 1970.

[40] American society and testing material(1977). Etchant tables and composition. LECO Corporation. Page(35-51).