



CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS
AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO
NACIONAL
UNIDAD SALTILLO

“Estudio dilatométrico de las transformaciones de fase en Ti-407”

Tesis que presenta:

Ing. Marco Eduardo Ponce Becerra

Para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias

En la especialidad de:

Ingeniería Metalúrgica

Director de tesis:

Dr. Armando Salinas Rodríguez

AGRADECIMIENTOS

Agradecimientos al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca que me fue brindada para dar inicio con mis estudios en la maestría en ciencias en ingeniería metalúrgica dentro del Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico nacional. Unidad Saltillo.

Quiero agradecer principalmente a mi familia por el apoyo que me estuvieron brindando durante todo el trayecto de mi carrera, por haberme guiado por un buen camino y sobre todo por el amor que me han dado desde mi llegada a este mundo.

A mi madre Ana Rosa Becerra Piña por darme siempre la energía que me hacía falta en los momentos más difíciles, a mi padre Eduardo Ponce Zavala por estar siempre cuando más lo necesito y por ser mi ejemplo que seguir, y a mi hermana Soemy Lisset Ponce Becerra por escucharme siempre que más lo necesito y por sus grandes consejos.

Agradezco a todos los doctores y maestros que estuvieron durante este camino, por el conocimiento que me fue transmitido, por los valores y ética profesional que siempre fueron inculcados. Al Dr. Armando Salinas Rodríguez por su apoyo y ayuda que me brindo durante la elaboración del presente trabajo.

A mis compañeros por el gran apoyo que me dieron durante todo el trayecto, por sus consejos y conocimiento que me fueron de gran ayuda y más que nada por su gran amistad que me otorgan.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS.....	i
LISTA DE FIGURA.....	iv
LISTA DE TABLAS	viii
RESUMEN.....	ix
ABSTRACT.....	x
1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. OBJETIVOS.....	2
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
3. JUSTIFICACIÓN.....	3
4. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	4
4.1 ALEACIONES DE TITANIO.....	4
4.2 ELEMENTOS DE ALEACIÓN DEL TITANIO Y SU CLASIFICACIÓN	5
4.3 TITANIO 407	6
4.4 TRANSFORMACIONES DE FASE	14
4.5 CINÉTICA DE TRANSFORMACIÓN DE FASE.....	16
4.6 EFECTO DEL CONTENIDO DE OXÍGENO	17
5. METODOLOGÍA.....	19
5.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL	21
5.2 DILATOMETRÍA	24
5.2.1 DILATOMETRÍA POR HORNO DE RESISTENCIAS	25
6. RESULTADOS Y DISCUSION.....	27
6.1 DIAGRAMA DE FASES Ti-V	27
6.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA INICIAL.....	30
6.3 CURVAS DE DILATOMETRÍA	33
6.3.1 EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DURANTE LOS ENSAYOS DE DILATOMETRÍA.....	45
6.3.1.A CALENTAMIENTO SEGUIDO DE ENFRIAMIENTO LENTO (± 10 °C/MINUTO)	45
6.3.1.B CALENTAMIENTO A 10 °C MINUTO SEGUIDO DE TEMPLE EN AGUA	49
6.3.1.C CARACTERIZACIÓN DE LA FASE β -BCC.....	52

6.3.1.D EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS APLICADOS EN EL DILATÓMETRO SOBRE LA MICRODUREZA.....	61
7. CONCLUSIONES.....	63
BIBLIOGRAFÍA	64

LISTA DE FIGURA

Figura 1. Estructuras cristalinas: a) Estructura hexagonal compacta (fase α). b) Estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase β). (Banerjee, D., Williams, J.C., 2013).....	4
Figura 2.-. Categorías de diagramas de fase de titanio formados con diferentes adiciones de aleación. (Leyens, C., Peters, M., 2003).....	6
Figura 3. Proceso termomecánico para la aleación Ti-407. 407 (Singh, G., Fonseca, J. Q. D., & Preuss, M., 2020).....	8
Figura 4. Efectos de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución y la velocidad de deformación sobre las curvas de flujo y la tenacidad a la fractura de la aleación Ti-407. OQ=Oil Quenching, WQ=Water Quenching, ST=Solution Treatment, AC=Air Cooling. (Dredge, C., M'Saoubi, R., Thomas, B., Hatt, O., Thomas, M., & Jackson, M., 2021).	10
Figura 5. Efectos de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución sobre la microestructura de la aleación Ti-407. (a) Ti-6Al-4V en condición de recocido industrial; (b) Ti-407 enfriada al aire; (c) Ti-407 templada en aceite; (d) Ti-407 templada en agua. (Dredge, C., M'Saoubi, R., Thomas, B., Hatt, O., Thomas, M., & Jackson, M., 2021).	11
Figura 6. Diagrama de fase de la aleación Ti-4V. (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018).	15
Figura 7. Diagrama de fases Ti-V calculado con diferentes porcentajes de oxígeno en comparación con datos experimentales. (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018).....	18
Figura 8. Secuencia de actividades que se utilizó para el desarrollo del trabajo experimental propuesto para la presente investigación.	20
Figura 9. Metodología que se utilizó para la caracterización de la morfología, dimensiones, composición química, distribución de orientaciones, estructura y propiedades mecánicas de los productos de transformación.....	21
Figura 10. Material inicial.	22
Figura 11. Representación esquemática del tratamiento térmico de solución para cada medio de enfriamiento.	23
Figura 12. a) Microscopio óptico (OM) y b) microscopio electrónico de barrido (MEB)...	23
Figura 13. Representación esquemática de un dilatómetro absoluto. (Venegas, 2017).	25
Figura 14. Fotografía a) dilatómetro NETZSCH modelo DIL402PC, y b) componentes principales del dilatómetro.	26
Figura 15. Diagrama de fases Ti-V.	29
Figura 16. Imágenes obtenidas por MO de las microestructuras producidas en la aleación Ti-407 después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas seguido por a) Temple en agua, b) Enfriamiento al aire y c) Enfriamiento en el horno.	31
Figura 17. Imágenes de electrones retrodispersados obtenidas en el MEB de las microestructuras producidas en la aleación Ti-407 después de un tratamiento térmico de	

solución a 940 °C durante dos horas seguido por: a) Templada en agua; b) Enfriada en aire; c) Enfriada dentro del horno (W= α -Widmanstatten, M=martensita, B=beta).	32
Figura 18. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/Lo$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/Lo)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 650°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.	35
Figura 19. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/Lo$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/Lo)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 700°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.	36
Figura 20. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/Lo$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/Lo)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 750°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.	37
Figura 21. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/Lo$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/Lo)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 825°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.	38
Figura 22. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/Lo$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/Lo)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 850°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.	39
Figura 23. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/Lo$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/Lo)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 1000°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.	40
Figura 24. Ejemplo del análisis de resultados de un experimento de dilatometría.	41
Figura 25. Efectos de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre a) la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico, b) la deformación durante el periodo de 180	

minutos de mantenimiento isotérmico a cada temperatura y c) velocidad de expansión durante el mantenimiento isotérmico.	43
Figura 26. (a) Variación de las temperaturas α -solvus y β -transus para el sistema Ti-V obtenidos del diagrama de fases reportado por Lindwall y colaboradores (reproducido en la Figura 6 del presente trabajo). (b) variación de la fracción en volumen de fase α -HCP con la temperatura para la aleación Ti-4V.	45
Figura 27. Microestructuras producidas por el tratamiento térmico aplicado durante la prueba de dilatometría a muestras con microestructura inicial producida por temple en agua. Calentamiento y enfriamiento a ± 10 °C/minuto, mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a las temperaturas indicadas.	47
Figura 28. Microestructuras producidas por el tratamiento térmico aplicado durante la prueba de dilatometría a muestras con microestructura inicial producida por enfriamiento al aire. Calentamiento y enfriamiento a ± 10 °C/minuto, mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a las temperaturas indicadas.	48
Figura 29. Microestructuras producidas por el tratamiento térmico aplicado durante la prueba de dilatometría a muestras con microestructura inicial producida por enfriamiento en el horno. Calentamiento y enfriamiento a ± 10 °C/minuto, mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a las temperaturas indicadas.	48
Figura 30. Efecto del calentamiento a 10 °C/minuto seguido por temple en agua desde las temperaturas indicadas sobre la microestructura de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de temple en agua.	51
Figura 31. Efecto del temple desde las temperaturas indicadas sobre la microestructura de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de enfriamiento en el horno.	52
Figura 32. Deformación plástica de las placas de fase α -HCP causada por la formación de martensita α' -HCP formada como resultado del temple desde 790 °C. (a) Muestra enfriada lentamente después del tratamiento térmico de solución, (b) Muestra templada después del tratamiento térmico de solución.	52
Figura 33. Efecto del temple desde las temperaturas indicadas sobre los patrones de rayos-X de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de temple en agua.	54
Figura 34. Efecto del temple desde las temperaturas indicadas sobre los patrones de rayos-X de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de enfriamiento lento en el horno.	55
Figura 35. Cartas ICSD correspondientes a los patrones de difracción de rayos-X de las fases α -HCP y β -BCC del titanio.	56
Figura 36. Imagen de campo claro y mapa de fases, color rojo α -HCP y verde β -BCC. Obtenido usando la técnica TKD a 20 kV en el MEB-CEC en una muestra sometida a tratamiento térmico de solución a 940 °C, 2 horas, seguida por enfriamiento en el horno y recalentamiento a 770 °C seguido por temple en agua.	58
Figura 37. Imagen de campo claro y mapa de fases, color rojo α -HCP y verde β -BCC. Obtenido usando la técnica TKD a 20 kV en el MEB-CEC en una muestra sometida a	

tratamiento térmico de solución a 940 °C, 2 horas, seguida por temple en agua y recalentamiento a 770 °C seguido por temple en agua.....	59
Figura 38. Imágenes HAADF (“High Angle Annular Dark Field”) y de rayos-X característicos (EDXS) obtenidas en TEM. Muestra sometida a tratamiento térmico de solución a 940 °C, 2 hrs, seguido por temple en agua y recalentamiento a 790 °C durante 15 minutos seguido de temple en agua.....	60
Figura 39. Efecto de la temperatura de recalentamiento sobre la microdureza obtenida después de recalentamiento a temperaturas entre 750-910 °C seguido de temple en agua. TTS=tratamiento térmico de solución a 940 °C (2 horas), TA= Temple en agua, EH=Enfriamiento en el horno, REC=Recalentamiento a temperatura indicada.	62

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química y propiedades físicas de las aleaciones Ti-407, Ti-6Al-4V y Ti-3Al-2.5V. (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016).	7
Tabla 2. Composición del reactivo Kroll.....	22
Tabla 3. Efectos de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre la deformación durante el periodo de 180 minutos de mantenimiento isotérmico a cada temperatura (ε iso), b) la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico (δε iso)	42
Tabla 4. Efecto de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico (δε iso)	42

RESUMEN

La aleación Ti-407 se considera para aplicaciones donde la tenacidad a la fractura es un requisito clave y para componentes que requieren mejoras en los procesos de fabricación, incluida la manufactura a baja temperatura y el aumento de las velocidades de maquinado.

En esta tesis se investigan las transformaciones de fase en la aleación Ti-407 mediante dilatometría en calentamiento continuo e isotérmica. Se investigó el efecto de la microestructura inicial sobre la temperatura β -transus y la evolución de la microestructura durante el calentamiento y mantenimiento isotérmico a temperaturas en el rango 650-1000 °C.

La fenomenología de la transformación $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ o α' se investigó en tres microestructuras distintas: a) $\alpha' + \beta$, b) α -Widmanstätten + $\alpha' + \beta$ y c) $\alpha + \beta$. Estas microestructuras se obtuvieron mediante el uso de medios de enfriamiento diferentes.

El principal resultado de este trabajo de investigación es que la temperatura β -transus para la aleación Ti-407 es 830 °C y es independiente de la microestructura inicial del material. Sin embargo, se observó que la evolución de la microestructura durante el calentamiento es fuertemente dependiente de la microestructura inicial y afecta significativamente la microdureza del material al final de los tratamientos térmicos cuando la temperatura de recalentamiento es inferior a la β -transus.

ABSTRACT

The alloy Ti-407 is considered for applications where fracture toughness is a key requirement and for components that require improvements in manufacturing processes, including low-temperature manufacturing and increased machining speeds.

In this thesis, phase transformations in the Ti-407 alloy are investigated by dilatometry in continuous and isothermal heating. The effect of the initial microstructure on the temperature β -transus and the evolution of the microstructure during heating and isothermal maintenance at temperatures in the range 650-1000 °C was investigated.

The phenomenology of transformation $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ or α' was investigated in three distinct microstructures: a) $\alpha' + \beta$, b) α -Widmanstätten + $\alpha' + \beta$ and c) $\alpha + \beta$. These microstructures were obtained by using different cooling media.

The main result of this research work is that the temperature β -transus for the Ti-407 alloy is 830 °C and is independent of the initial microstructure of the material. However, it was observed that the evolution of the microstructure during heating is strongly dependent on the initial microstructure and significantly affects the microhardness of the material at the end of heat treatments when the reheating temperature is lower than β -transus.

1. INTRODUCCIÓN

El Ti y sus aleaciones exhiben excelentes propiedades específicas debido a su baja densidad, resistencia mecánica y sobre todo su excelente estabilidad a altas temperaturas. Las aleaciones de Ti son materiales utilizados en la industria aeronáutica, aeroespacial, química y militar debido a su resistencia a la corrosión y a la oxidación.

En el sector industrial se ha exhibido una inclinación en el reemplazo de partes de acero muy pesadas por aleaciones de titanio ligeras, como lo es en secciones de aeronaves, incluyendo el fuselaje, tren de aterrizaje y el alabe. (Zachary, K., Gopal, V., Matt, T., M.H. Lorreto., Hamish L. Fraser, 2020). Una de las empresas más importantes que se inclinaron por este reemplazo ha sido Rolls Royce Trent.

En el presente trabajo se llevó a cabo el estudio de las transformaciones de fase en la aleación Ti mediante dilatometría en un instrumento equipado con horno de resistencias y se determinaron los efectos de la microestructura inicial, sobre las transformaciones que dan lugar a la formación de la fase β y la cinética de transformación de la fase β durante el mantenimiento isotérmico.

El efecto del oxígeno en las aleaciones de Ti ha sido investigado intensamente debido a que afecta la cinética de transformación de fase. Por lo tanto, el oxígeno es el soluto intersticial más importante en las aleaciones de titanio porque influye fuertemente la microestructural y propiedades mecánicas. (Liu, Z., Welsch, G, 1988).

2. OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Investigar las transformaciones de fase que ocurren durante el calentamiento y el mantenimiento isotérmico de la aleación Ti-407.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar los efectos de la microestructura inicial sobre las transformaciones de fase que dan lugar a la formación de la fase β en el calentamiento.
- Estudiar la transformación $\alpha \rightarrow \beta$ en condiciones isotérmicas mediante la técnica de dilatometría.

3. JUSTIFICACIÓN

El Ti y sus aleaciones son excelentes materiales para aplicaciones aeronáuticas y aeroespaciales debido a su alta relación resistencia/peso. Estos materiales se utilizan en casi todas las secciones de la aeronave, incluyendo el fuselaje y el tren de aterrizaje.

Se ha encontrado que el desempeño de la aleación Ti-407 es similar al de las aleaciones convencionales Ti-6Al-4V y Ti-3Al-2.5V usadas en las aplicaciones mencionadas. (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016).

La fabricación de componentes ingenieriles a partir de la aleación Ti-407 representa ahorros considerables ya que este material es significativamente más fácil de procesar y maquinar, debido a que exhibe una mejor combinación de ductilidad y resistencia. Esta combinación de propiedades mecánicas, el Ti-407 absorbe más energía durante un impacto y al momento de maquinar esta aleación se reduce el desgaste de la herramienta y utiliza menos fuerza, obteniendo un maquinado más rápido y eficiente que en las aleaciones Ti-6Al-4V y Ti-3Al-2.5V. El Ti-407, en comparación con las aleaciones comerciales de Ti, exhibe una temperatura β -transus inferior.

En la práctica de fabricación, la mayor maleabilidad y menor resistencia a la cedencia de la aleación Ti-407 ofrece ventajas de procesamiento al requerir menor número de recalentamientos (acondicionamientos), menor susceptibilidad al agrietamiento, lo cual resulta en un mejor rendimiento de la aleación Ti-407. (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016).

4. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

4.1 ALEACIONES DE TITANIO

El titanio puro exhibe una transformación alotrópica de la fase HCP- α a la fase BCC- β a una temperatura de aproximadamente 877°C (β -transus). Las celdas unitarias que muestran la estructura cristalina de las fases α y β se ilustran en la Figura 1. (Banerjee, D., Williams, J.C., 2013).

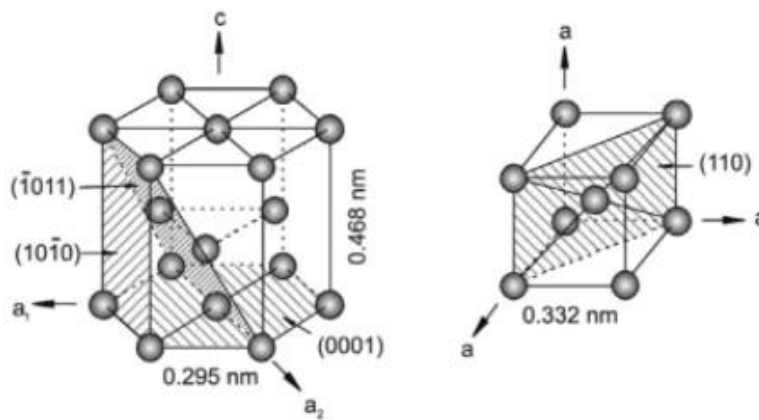


Figura 1. Estructuras cristalinas: a) Estructura hexagonal compacta (fase α). b) Estructura cúbica centrada en el cuerpo (fase β). (Banerjee, D., Williams, J.C., 2013).

La diversidad de aleaciones de titanio para aplicaciones de ingeniería ha aumentado significativamente desde la década de 1980, particularmente en las industrias aeronáutica y aeroespacial, donde la demanda de alto rendimiento estructural y peso ligero es cada vez más imperativa. Por lo tanto, las aleaciones de titanio se han convertido en uno de los materiales más importantes utilizados para componentes estructurales y de motores a reacción en aviones.

La existencia de las dos estructuras cristalinas diferentes y la correspondiente temperatura de transformación alotrópica son muy importantes ya que son la base para la gran variedad de propiedades que poseen las aleaciones de titanio.

Un estudio realizado por Leyens & Peters (Leyens, C., Peters, M., 2003) sobre la deformación plástica de las dos fases muestra la limitada deformabilidad de la estructura HCP (fase α) en comparación con la estructura BCC, (fase β). La mayor disponibilidad de sistemas de deslizamiento de la estructura BCC hace que la fase β exhiba mayor ductilidad y fabricabilidad al facilitar el proceso de deformación plástica.

Las fracciones de las dos fases determinan las propiedades del titanio y sus aleaciones. La fase α es de mayor densidad y presenta una estructura cristalina anisotrópica en comparación con la fase β . Además, la estructura hexagonal compacta presenta una ductilidad reducida y una mayor resistencia a la fluencia. (Leyens, C., Peters, M., 2003).

4.2 ELEMENTOS DE ALEACIÓN DEL TITANIO Y SU CLASIFICACIÓN

Los elementos de aleación del Ti se pueden clasificar como estabilizadores de la fase α , de la fase β o neutros. Los elementos estabilizadores de la fase α extienden el campo de estabilidad de la fase α a temperaturas más altas que las del titanio puro; mientras que los estabilizadores β lo desplazan a temperaturas más bajas. Los neutros, por el contrario, tienen menor influencia en la temperatura β -transus.

Entre los estabilizadores de la fase α , el oxígeno es el elemento más importante. Los solutos intersticiales como aluminio, nitrógeno y carbono también son estabilizadores de esta fase. Los elementos estabilizadores de la fase β se dividen en: β isomorfos (Mo, W, V, Ta, Nb) y β eutectoides (Cu, Mn, Cr, Fe, Co, Ni, H). Los neutros son Zr, Sn y Si. Por lo general, las aleaciones de titanio se clasifican en función de la respuesta a los tratamientos térmicos en aleaciones α , casi α , $\alpha+\beta$ y aleaciones β .

La Figura 2 muestra el efecto de los elementos de aleación del Ti sobre los diagramas de equilibrio binarios. (Leyens, C., Peters, M., 2003).

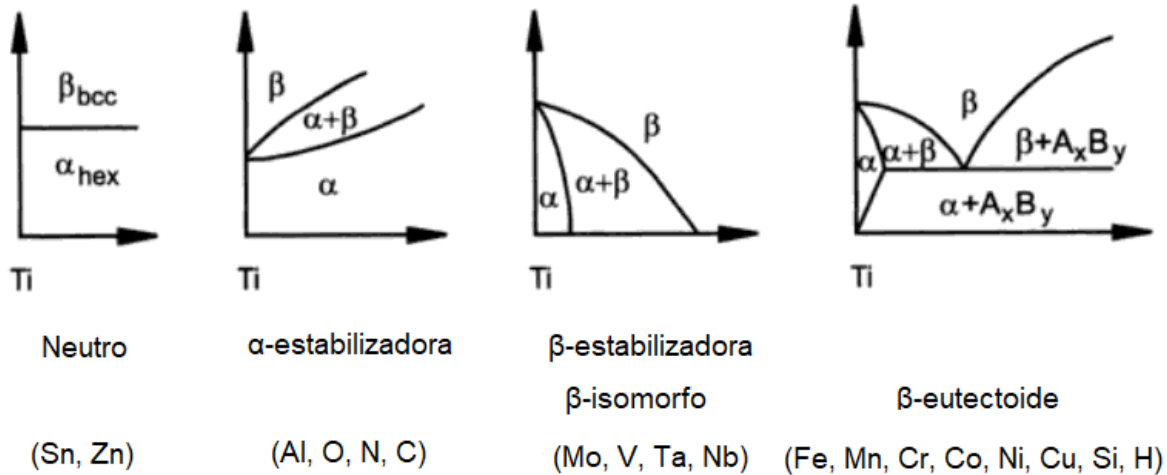


Figura 2.-. Categorías de diagramas de fase de titanio formados con diferentes adiciones de aleación. (Leyens, C., Peters, M., 2003).

Evidentemente, los efectos de los elementos de aleación permiten una flexibilidad amplia en el diseño de aleaciones de Ti para aplicaciones específicas.

4.3 TITANIO 407

La aleación Ti-407 es una aleación Ti α/β , desarrollada por el laboratorio técnico Henderson de TIMET (HTL) en colaboración con TIMET UK. (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016) Este material fue diseñado, principalmente, con el objetivo de mejorar la ductilidad en comparación con las aleaciones Ti-6Al-4V y Ti-3Al-2.5V, para, de esta forma, mejorar la formabilidad y maquinabilidad, incluso a temperatura ambiente.

La aleación se puede utilizar como reemplazo directo de las a aleaciones Ti-6Al-4V o Ti-3Al-2.5V, particularmente en aplicaciones donde la tenacidad a la fractura es un requerimiento primario.

La resistencia a la cedencia es la propiedad de diseño clave, la cual permite obtener un equilibrio óptimo de resistencia/ductilidad para ciertas aplicaciones. Las aleaciones de Ti con bajo contenido de aluminio son menos maleables debido a su mayor contenido de fase α en la microestructura. Sin embargo, la disminución en el contenido de Al disminuye la

resistencia. Por lo tanto, aunque la aleación Ti-407 exhibe una menor resistencia que las otras aleaciones de Ti de uso ingenieril, su mayor ductilidad causa que su capacidad para absorber energía durante un impacto (tenacidad a la fractura) sea mayor, lo cual ofrece ventajas para ciertas aplicaciones. La Tabla 1 muestra comparativamente la composición química y las propiedades físicas de las aleaciones Ti-407, Ti-6Al-4V y Ti 3Al-2.5V. (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016).

Como se puede apreciar, la relación Al/V disminuye de 1.2-1.5 en las aleaciones Ti-6Al-4V y Ti-3Al-2.5V a 0.22 en Ti-407.

Tabla 1. Composición química y propiedades físicas de las aleaciones Ti-407, Ti-6Al-4V y Ti-3Al-2.5V. (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016).

Atributos	Ti-407	Ti64	Ti 3-2.5
Al, %	0.85	6.0	3.0
V, %	3.90	4.0	2.5
O, %	0.15	0.15	0.10
Si, %	0.25	-	-
Fe, %	0.25	0.15	-
ρ , g cm ⁻³	4.53	4.42	4.48
ρ , lbs in ⁻³	0.164	0.160	0.162
$\sim T_{\beta}$, °C	877	996	935
$\sim T_{\beta}$, °F	1610	1825	1715

La aleación Ti-407 exhibe un contenido de aluminio 7 veces menor que la aleación Ti-6Al-4V y 3 veces menor que la aleación Ti 3Al-2.5V. Por lo tanto, se esperaría que el Ti-407, debido a su bajo contenido de aluminio, exhiba una temperatura de transición $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ (β -transus), menor que las otras dos aleaciones mostradas. Guo y colaboradores (Z. Guo., S. Malinov., & W. Sha., 2005) desarrollaron un modelo de redes neuronales artificiales para

estimar la β -transus de aleaciones de Ti a partir de su composición química, El resultado del entrenamiento de estas redes son las siguientes ecuaciones

$$T_{\beta\text{-transus}} = 882 + 21.1[Al]_{eq} - 9.5[Mo]_{eq} \quad (1.1)$$

donde:

$$[Al]_{eq} = [Al] + 0.2[Sn] + 1.1[Si] + 5.8[O] \quad (1.2)$$

y

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 1.2[V] + 0.7[Zr] + 1.3[Cr] + 1.6[Fe] \quad (1.3)$$

De acuerdo con este modelo, las β -transus para las aleaciones Ti-407, Ti64 y Ti3-2.5 son 875.8, 979.1 y 929.0, respectivamente.

Una ruta de procesamiento termomecánico típica para la aleación Ti-407 (Singh, G., Fonseca, J. Q. D., & Preuss, M., 2020) se ilustra en la Figura 3.

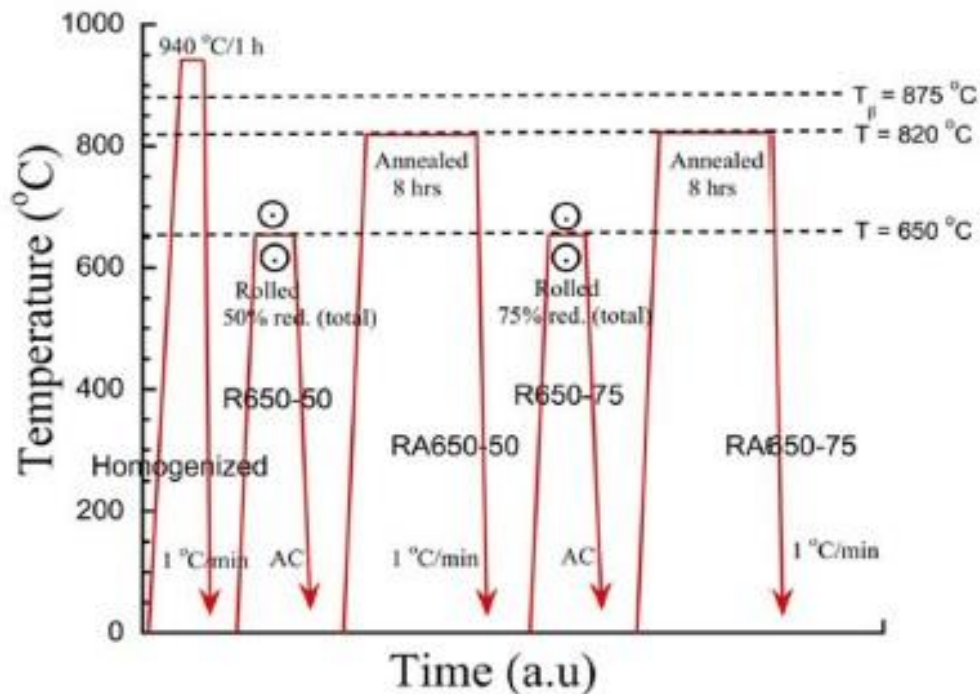


Figura 3. Proceso termomecánico para la aleación Ti-407. 407 (Singh, G., Fonseca, J. Q. D., & Preuss, M., 2020).

Como se puede apreciar, previo a la laminación en caliente, el material se somete a un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante 1 h seguido de un enfriamiento lento a una velocidad de 1 °C/min. La laminación se lleva a cabo en dos etapas a 650 °C con porcentajes de reducción en espesor de 50 y 75%, respectivamente. El material es sometido a un tratamiento de recocido a 820 °C durante 1 hora seguido de enfriamiento a una velocidad de 1 °C/min después de cada etapa de laminación. (Singh, G., Fonseca, J. Q. D., & Preuss, M., 2020) El procesamiento termomecánico de este material es muy complejo.

En general, las aleaciones Ti-6Al-4V, Ti-3Al-2.5V y la aleación Ti-407 son sometidas a tratamientos térmicos de solución y envejecimiento finales.

Recientemente, el comportamiento mecánico de las aleaciones Ti-407 y Ti-6Al-4V fue comparado en función de la microestructura inicial en un estudio enfocado a investigar su maquinabilidad. (Dredge, C., M'Saoubi, R., Thomas, B., Hatt, O., Thomas, M., & Jackson, M., 2021)

La Figura 4 ilustra el efecto de la velocidad de deformación y la velocidad de enfriamiento después de un tratamiento térmico de solución y envejecimiento sobre las curvas de flujo y la tenacidad a la fractura de la aleación Ti-407. Aunque no se especificaron las condiciones de los tratamientos térmicos aplicados a cada aleación, la Figura 4 es reveladora:

- 1) La resistencia de la aleación Ti-407 es menor que la de la aleación Ti-6Al-4V y, cualitativamente, este efecto no depende de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución ni de la velocidad de deformación durante el ensayo de tensión.
- 2) La ductilidad a fractura en tensión de la aleación Ti-407 es significativamente mayor que la de la aleación Ti-6Al-4V. Sin embargo, en este caso, tanto la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución como la velocidad de deformación durante el ensayo de tensión si afectan significativamente la magnitud del alargamiento total a fractura. Resulta interesante notar que la ductilidad a fractura en la aleación Ti-407 enfriada en aceite después del tratamiento térmico de solución es mucho mayor que en cualquier otra condición.
- 3) La tenacidad a la fractura puede estimarse a partir del área bajo las curvas de flujo de la Figura 4. Como se puede apreciar en la Figura 4d, la tenacidad a la fractura de la

aleación Ti-407 es aproximadamente dos veces mayor que la observada en la aleación Ti-6Al-4V a bajas velocidades de deformación y aproximadamente 20% mayor a altas velocidades de deformación. Esta es la gran ventaja de la aleación Ti-407 para algunas aplicaciones en el sector aeronáutico.

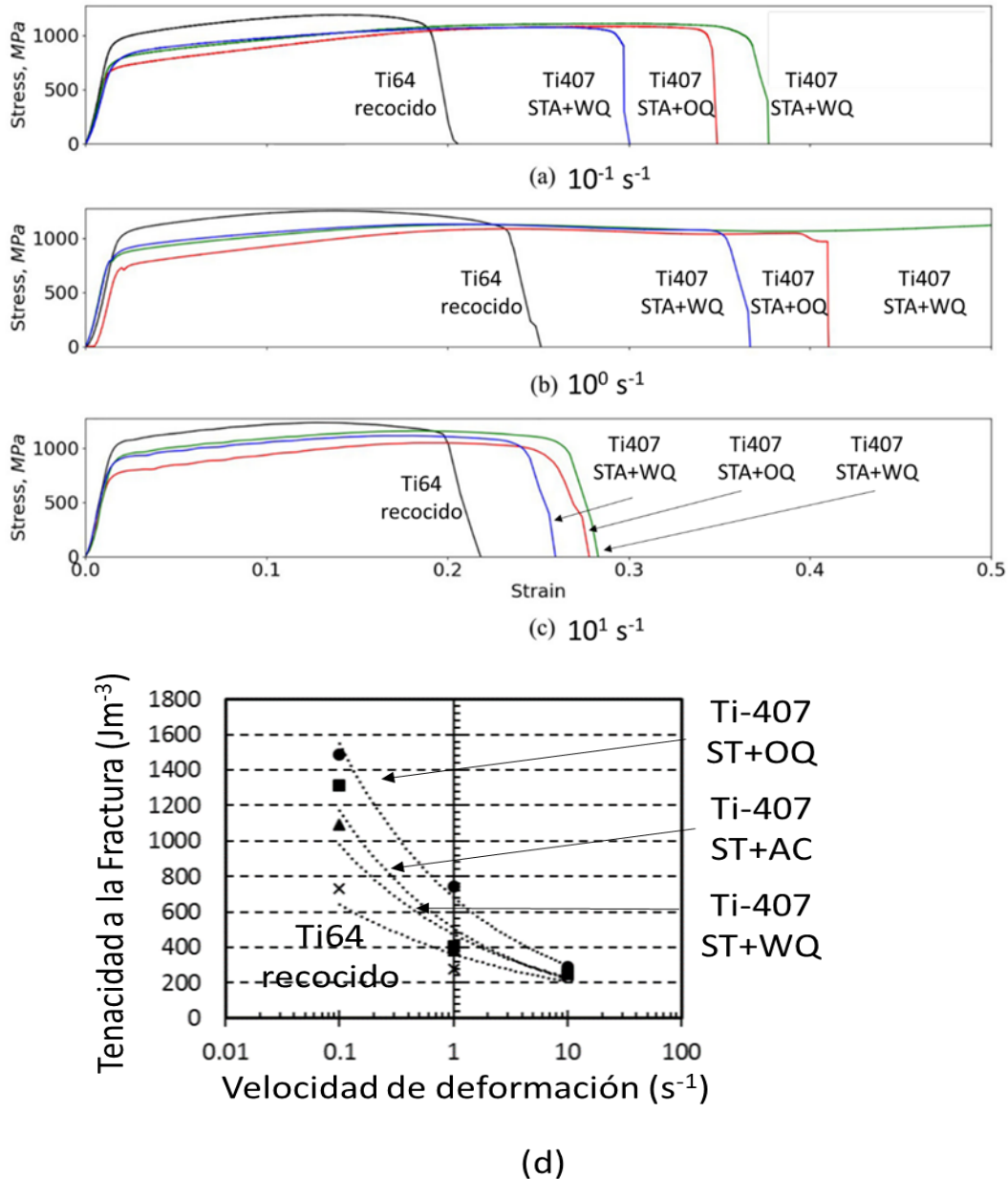


Figura 4. Efectos de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución y la velocidad de deformación sobre las curvas de flujo y la tenacidad a la fractura de la aleación Ti-407. OQ=Oil Quenching, WQ=Water Quenching, ST=Solution Treatment, AC=Air Cooling. (Dredge, C., M'Saoubi, R., Thomas, B., Hatt, O., Thomas, M., & Jackson, M., 2021).

Como se puede apreciar en la Figura 5, el comportamiento mecánico observado puede explicarse en función de las microestructuras formadas como resultado de las transformaciones de fase que se llevan a cabo durante los tratamientos térmicos aplicados. Las Figuras 4 y 5 muestran claramente que la mejor ductilidad en tensión y tenacidad a la fractura se obtienen cuando el material exhibe una microestructura más fina con una combinación óptima de fase α primaria y β -transformada, como la correspondiente a la aleación Ti-407 sometida a un tratamiento térmico de solución seguido por temple en aceite.

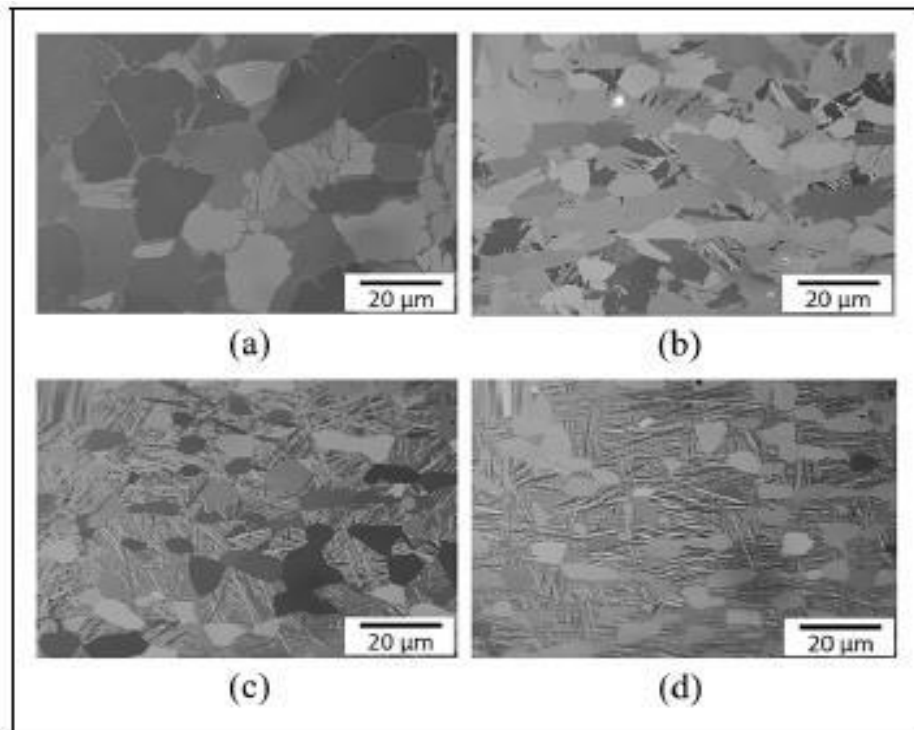


Figura 5. Efectos de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución sobre la microestructura de la aleación Ti-407. (a) Ti-6Al-4V en condición de recocido industrial; (b) Ti-407 enfriada al aire; (c) Ti-407 templada en aceite; (d) Ti-407 templada en agua. (Dredge, C., M'Saoubi, R., Thomas, B., Hatt, O., Thomas, M., & Jackson, M., 2021).

Las aleaciones de Ti se clasifican en cinco familias; α -Ti, aleaciones casi- α , aleaciones ($\alpha+\beta$), aleaciones β y compuestos intermetálicos a base de Ti. Cada una dependiendo de los efectos de los elementos de aleación sobre la microestructura a temperatura ambiente.

Aleaciones tipo α

Las aleaciones tipo α incluyen al Ti comercialmente puro (CP). La microestructura a temperatura ambiente de este material consiste predominantemente de la fase α HCP con cantidades menores (<5% en volumen) de fase β debido a la presencia de Fe, ya sea como una impureza residual de la materia prima, llamada esponja, o como una adición deliberada. CP Ti tiene cuatro grados (1–4), según la composición, con resistencias a la tracción entre 240–550 MPa. Se utiliza principalmente para aplicaciones que requieren resistencia a la corrosión y soldabilidad, pero que no requieren mayor resistencia que la de las otras clases de aleaciones de Ti. (Boyer, R.R., Briggs, R.D., 2005) (Boyer, R., Welsch, G. & Collings, E.W, 1994)

Las aleaciones α , excepto CP Ti, son más difíciles de procesar, debido a su alto contenido de fase HCP, la cual exhibe menor ductilidad y es más difícil de trabajar. (Williams, J.C., Boyer, R.R., 2020)

Aleaciones casi- α

Las aleaciones casi- α contienen principalmente Al, Sn y Zr con cantidades menores de estabilizadores de la fase- β de baja difusividad, tales como Mo o Nb, y algo de Si (hasta 0.5% en peso). Las adiciones de Mo y Nb estabilizan pequeñas cantidades de fase β , la cual es retenida a temperatura ambiente para proporcionar cierto nivel de resistencia, para facilitar el control de la microestructura durante el procesamiento y para mejorar las propiedades y la fabricabilidad. Generalmente, estas aleaciones no se pueden tratar térmicamente para alterar su resistencia, pero se utilizan a temperaturas más altas donde la resistencia a la termofluencia es más importante que las propiedades de tracción. (Boyer, R., Welsch, G. & Collings, E.W, 1994). Aunque las aleaciones casi- α no se pueden tratar térmicamente para promover una mayor resistencia, tienen una excelente resistencia a la fluencia y una buena combinación de otras propiedades. (Lütjering, G., Williams, J.C, 2007) (Williams, J.C., Boyer, R.R., 2020)

Aleaciones alfa + beta

Las aleaciones $\alpha+\beta$ son las aleaciones de titanio más utilizadas para aplicaciones estructurales. Tienen mayores contenidos de estabilizadores de la fase β , entre 4% y 6% en peso. En consecuencia, tienen un contenido de fase β más alto que las aleaciones casi- α y pueden procesarse incluyendo tratamientos térmicos para lograr resistencias más altas. La retención de fase β metaestable a temperatura ambiente o la formación de martensita a partir de la fase β durante el enfriamiento a temperatura ambiente, son los mecanismos clave de endurecimiento. El envejecimiento de aleaciones que contienen fase β metaestable formará α laminar en estas regiones que también proporcionarán una mayor resistencia con una reducción mínima de la ductilidad. La aleación de titanio $\alpha+\beta$ más utilizada es Ti-6Al-4V, que tiene una buena combinación de propiedades. El Ti-6Al-4V se usa generalmente en estado recocido con una resistencia mínima a la tracción de 896 MPa (130 ksi). (Donachie, 2000) (Williams, J.C., Boyer, R.R., 2020)

Aleaciones beta

Las aleaciones de titanio tipo β exhiben una microestructura 100% β metaestable a temperatura ambiente después de un enfriamiento rápido desde el campo de estabilidad de la fase β . El envejecimiento causa la precipitación de la fase α dando como resultado un aumento en resistencia. Para las aleaciones β , la temperatura de envejecimiento es generalmente lo suficientemente alta como para aliviar las tensiones residuales del enfriamiento posterior al tratamiento de solución. Técnicamente, aunque se denominan aleaciones β , estas aleaciones son aleaciones β metaestables, ya que se descompondrán para formar una mezcla de fases $\alpha+\beta$ durante el envejecimiento. (Leyens, C., Peters, M., 2003)

El tamaño del precipitado de la fase α y la fracción en volumen en la matriz de la fase β de una aleación dada se pueden controlar mediante diferentes combinaciones de temperatura y tiempo de envejecimiento. Esta reacción es responsable de las resistencias más altas alcanzables en estas aleaciones en comparación con las aleaciones $\alpha+\beta$. La selección de la temperatura y el tiempo de envejecimiento adecuados permite lograr una variedad de propiedades. La retención del 100% de la fase β a temperatura ambiente después de un enfriamiento rápido desde el campo de la fase β depende de la composición de la aleación y

la velocidad de enfriamiento. Valores típicos de resistencia a la cedencia pueden alcanzar 1000-1200 MPa. (Boyer, R.R., Briggs, R.D., 2005) (Williams, J.C., Boyer, R.R., 2020)

4.4 TRANSFORMACIONES DE FASE

El diagrama de fases para la aleación Ti-4V reportado por Lindwall y colaboradores, se ilustra en la Figura 6 (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018). Ignorando el efecto que 0.8% de Al y contenidos menores de algunos otros elementos puedan tener sobre este diagrama, los efectos sobre la microestructura de la aleación Ti-407 durante el calentamiento y enfriamiento en condiciones de equilibrio pueden estimarse siguiendo la evolución microestructural de una aleación Ti con una fracción molar de V de 0.04.

Resulta interesante notar que a 596 °C la aleación debe exhibir una microestructura consistente de 100% fase α con todo el V en solución. El efecto del Al es expandir la región de estabilidad de la fase α a mayores temperaturas y contenidos de V. Sin embargo, en condiciones de no equilibrio la situación puede ser diferente. En calentamiento, cualquier cantidad de fase β presente en estado metaestable se enriquece en V y puede mantener su estado de metaestabilidad a mayores temperaturas.

En contraste, en condiciones de enfriamiento desde la región de estabilidad de la fase β , esta puede mantenerse en estado metaestable incluso hasta temperatura ambiente. Notar que, a partir de 400 °C, la cantidad de fase β que puede estar presente en la microestructura es prácticamente despreciable. Este análisis sugiere entonces que la microestructura de la aleación Ti-407 depende de las velocidades de calentamiento y enfriamiento durante el procesamiento.

Entonces, realizando un enfriamiento a una velocidad rápida desde la temperatura de 940 °C, la fase β transforma a α' (martensita).

Para una velocidad de enfriamiento lenta desde 940 °C, la fase β transforma a α . Notar que a medida que avanza el enfriamiento hasta 600 °C la solubilidad de V en la fase α disminuye,

por lo tanto, la fase β metaestable se enriquece en V (~ 0.085 en fracción molar de V). Molokanov y colaboradores reportaron que la fase β se estabiliza a una fracción molar de V de 0.12, a una temperatura de ~ 700 °C en la aleación Ti-407. (Molokanov, V.V., Chernov, D.B. & Budberg, P.B., 1977)

Otro aspecto importante es que, dependiendo del efecto del contenido de Al, la aleación en condición β puede cruzar dos veces la línea de equilibrio $\alpha \leftrightarrow (\alpha + \beta)$. El efecto que este fenómeno puede tener sobre la microestructura de la aleación Ti-407 se desconoce. Estos aspectos representan el objetivo y justificación principales para llevar a cabo la presente investigación.

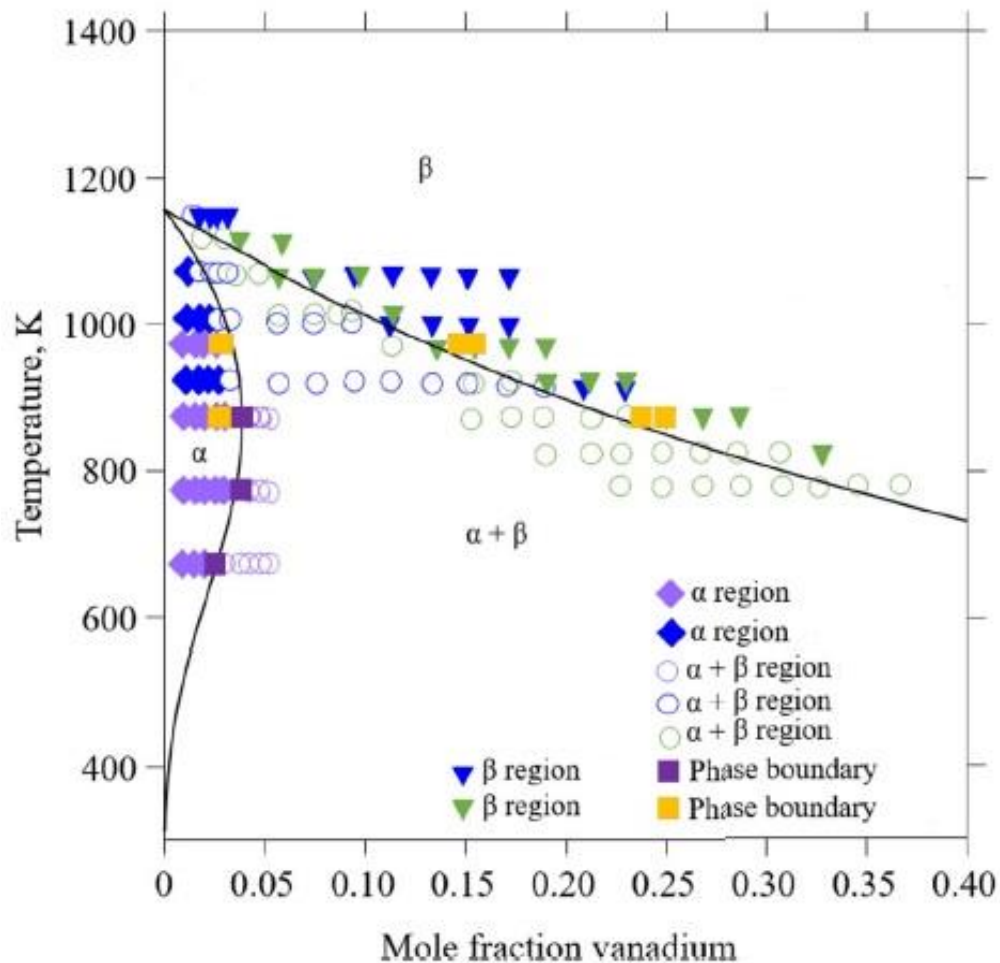


Figura 6. Diagrama de fase de la aleación Ti-4V. (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018).

4.5 CINÉTICA DE TRANSFORMACIÓN DE FASE

La cinética de transformaciones de fase en estado sólido controladas por difusión (nucleación y crecimiento), se representa comúnmente por la ecuación JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov), o mejor conocida como la ecuación de Avrami. De acuerdo con esta cinética, la fracción transformada de la nueva fase está dada por:

$$f = 1 - \exp^{-kt^n} \quad (1.4)$$

Donde n es el orden de la reacción, t el tiempo y k la constante de rapidez. Esta constante k se expresa de la siguiente manera:

$$k = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1.5)$$

Donde Q es la energía de activación para la transformación de fase, R es la constante de los gases ideales, T es la temperatura de transformación y A es una constante en función de otros parámetros como por ejemplo la composición química.

El estudio de la cinética de transformación de fase se realiza frecuentemente a través de las curvas de Avrami (curvas "S"), que son una representación gráfica de la evolución de $\ln(\ln(1/(1-f)))$ con el logaritmo del tiempo $\log(t)$. (Tommy de Cock, 2009)

Para controlar con precisión la microestructura y obtener las propiedades mecánicas específicas, es crucial comprender la transformación de fase durante el procesamiento, especialmente para el mecanismo de transformación detrás de ella. Una de estas técnicas más usadas es la dilatometría, esto debido a que es una forma fácil de observar las transformaciones de fase (T. Gloriant, G. Texier, F. Sun, I. Thibon, F. Prima, J.L., 2008) (Il'in, A.A., Kollerov, M.Y., Zasytkin, V.V., 1986) (YiHong Wang, Hongchao Kou, Hui Chang, ZhiShou Zhu, XiaoFan Su, Jinshan Li, Lian Zhou., 2009)

El mejor ejemplo sigue siendo la transformación difusional $\alpha \rightarrow \beta$. La cinética de difusión dependiente del tiempo también puede afectar la redistribución del elemento. (Chen, F., Xu, G., Zhang, X., 2016)

4.6 EFECTO DEL CONTENIDO DE OXÍGENO

En las aleaciones de Ti el oxígeno está presente en varias concentraciones y tiene efectos pronunciados sobre la resistencia, ductilidad y microestructura. Cuando se tienen dos fases presentes en las aleaciones de Ti, el O estabiliza la fase alfa, aumentando la resistencia y el módulo elástico. (Kahveci, AI., Welsch GE., 1986) (Welsch GE, Western C, 1991)

Las aleaciones comerciales suelen contener hasta un 0.2% en peso de O. Las altas concentraciones generalmente se evitan por fragilización, sin embargo, se utilizan concentraciones controladas en las aleaciones de Ti para cumplir niveles de resistencia específicos. Al aumentar la concentración de O en las aleaciones de Ti aumenta la temperatura β -transus. Es de suma importancia conocer la temperatura de β -transus para el correcto diseño de un tratamiento térmico para obtener propiedades mecánicas adecuadas. (Kahveci, AI., Welsch GE., 1986) (Fromm, E., & Hörz. G., 1980)

Debido a la solubilidad del O, es seguro asumir que todas las aleaciones de Ti fabricadas a partir de materias primas de pureza nominal contienen una cantidad no despreciable de O. Una fracción molar de O mayor de 0.03 puede ser disuelta en α -Ti antes de formar un óxido, y con contenidos mayores de O el campo de estabilidad de la fase α y β -transus se incrementan. (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018)

Lindwall y colaboradores calcularon el efecto del contenido de oxígeno sobre el diagrama de fases del sistema Ti-V mediante CALPHAD, el cual es un método semi-empírico desarrollado para el cálculo de diagramas de fase. (Kaufman, L., & Bernstein, H., 1970). Los resultados de este cálculo se ilustran en la Figura 7.

El diagrama calculado indica que al incrementarse el contenido de O las temperaturas de β -transus y β -solvus se incrementan, y la máxima solubilidad de V en Ti disminuye significativamente de 0.038 a 0.016. En consecuencia, la temperatura de máxima solubilidad del V en el Ti se incrementa al aumentar el contenido de O en la aleación Ti-V. El diagrama también muestra claramente como con tan solo 1% de O en solución, la temperatura de β -transus se incrementa a valores superiores a 1146.15 K (873 °C) mientras que para el 2% de O aumenta hasta 936°C. (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018)

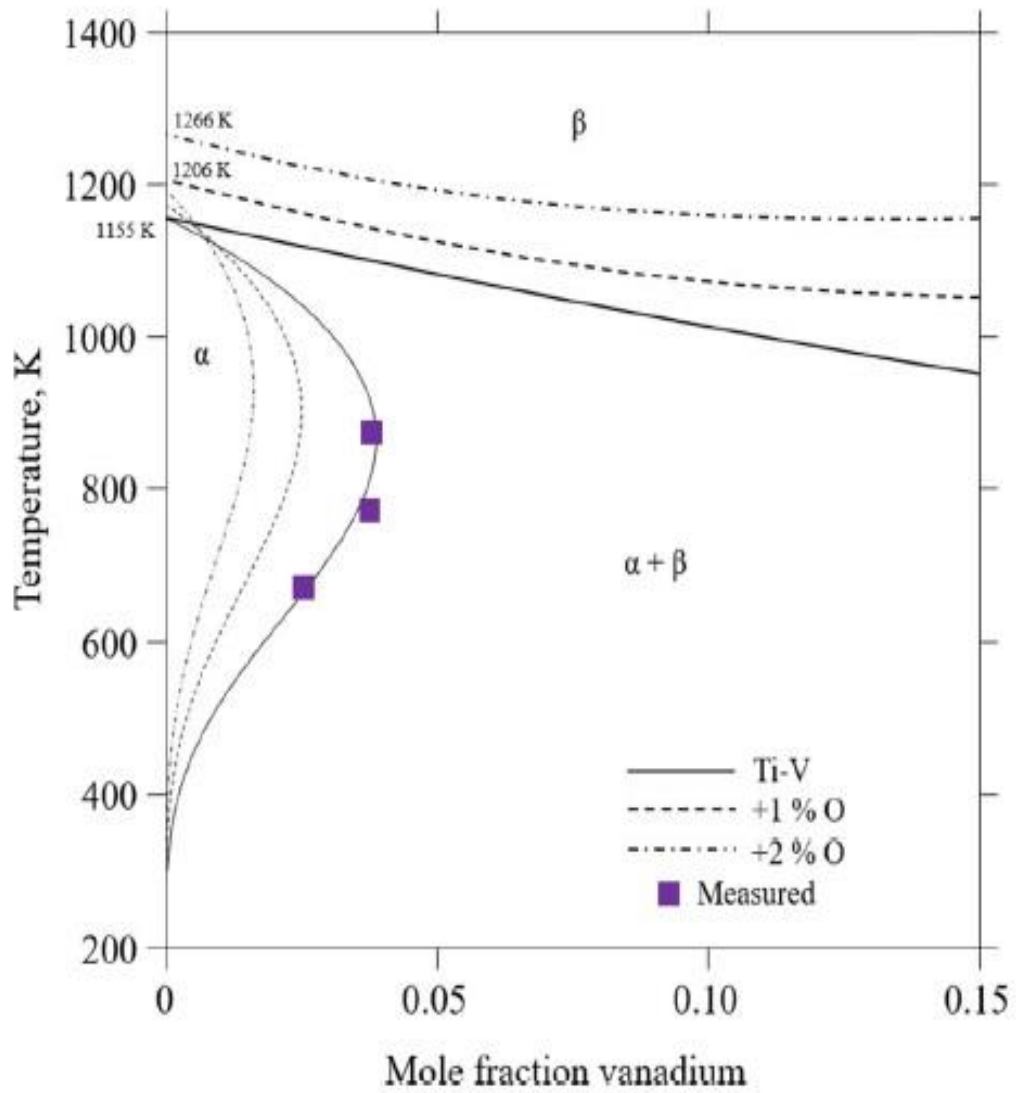


Figura 7. Diagrama de fases Ti-V calculado con diferentes porcentajes de oxígeno en comparación con datos experimentales. (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018).

5. METODOLOGÍA

En este apartado se describe el desarrollo experimental que ha sido implementado para lograr los objetivos del presente trabajo.

La Figura 8 muestra la secuencia de actividades que se desarrolló durante el proceso experimental en el presente estudio.

Como se puede apreciar, la microestructura inicial y las velocidades de calentamiento y enfriamiento son las principales variables de procesamiento que serán evaluadas con respecto al comportamiento de las transformaciones de fase de la aleación Ti-407.

Como se describió en la sección anterior, la microestructura de la aleación Ti-407 depende de la temperatura a partir de la cual se enfría la aleación, ya que ésta afecta el tamaño de grano de la fase β , y de la velocidad de enfriamiento utilizada. Esta variable afecta la temperatura a la cual inicia la transformación $\beta \rightarrow (\alpha+\beta)$ y la naturaleza de los productos de transformación (α , α' y β -metaestable). Por lo tanto, en este trabajo se utilizarán tres velocidades de enfriamiento diferentes (enfriamiento en el horno, enfriamiento al aire y temple en agua) para generar las microestructuras de inicio de la investigación. Cada una de las microestructuras iniciales se someterán a tratamientos térmicos a diferentes temperaturas, con un tiempo de mantenimiento isotérmico de 180 minutos (excepto para la temperatura de 850 °C, que es de 120 min). Las temperaturas seleccionadas son las siguientes: 650 °C, 700 °C, 750 °C, 825 °C, 850 °C y 1000 °C.

Evidentemente, durante el calentamiento estas tres microestructuras afectarán las transformaciones que dan lugar a la formación de la fase β a alta temperatura y, en particular la temperatura conocida como β -transus, $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$. Esta temperatura es de vital importancia en el diseño de rutas de procesamiento por deformación. Por lo tanto, la determinación cuantitativa de los efectos de la microestructura inicial y las diferentes temperaturas de mantenimiento isotérmico representa un objetivo fundamental de la investigación propuesta en este documento.

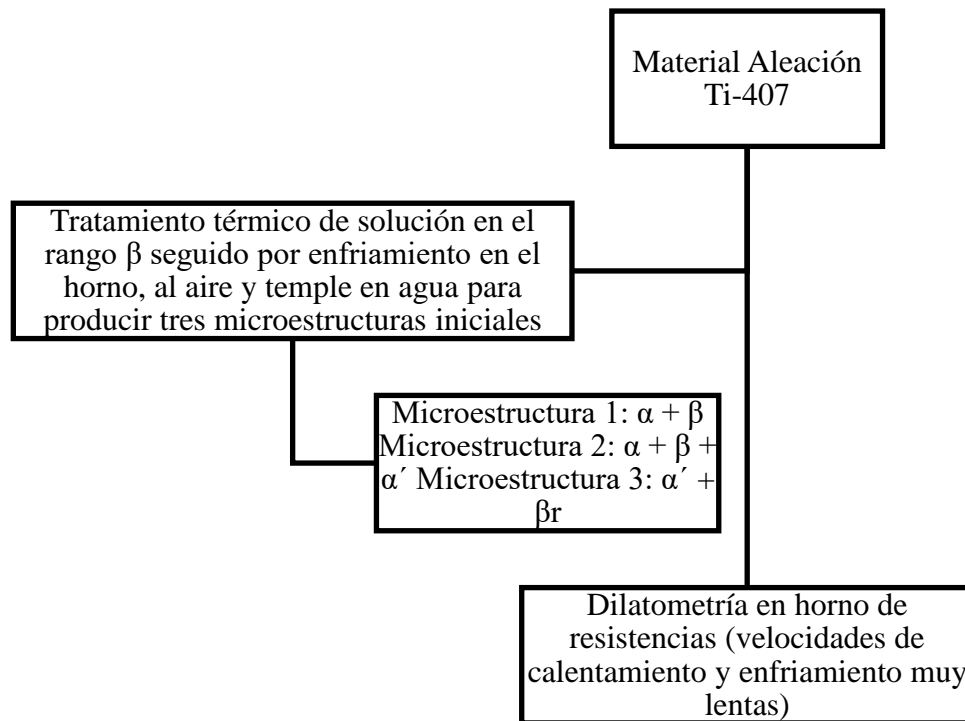


Figura 8. Secuencia de actividades que se utilizó para el desarrollo del trabajo experimental propuesto para la presente investigación.

La parte final del trabajo experimental se ilustra en la Figura 9.

El material inicial consta de 18 probetas que tienen una longitud de 40 mm de longitud y 8.80 mm de diámetro, como se muestra en la Figura 10. Básicamente, las probetas de dilatometría se cortaron transversalmente a $\frac{1}{2}$ de su longitud, se prepararán metalográficamente mediante métodos convencionales y se caracterizarán las microestructuras resultantes de los tratamientos térmicos mediante microscopía de luz reflejada (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). Estas técnicas de caracterización se emplearán selectivamente para determinar la morfología, dimensiones, composición química, distribución de orientaciones y estructura de los productos de transformación.

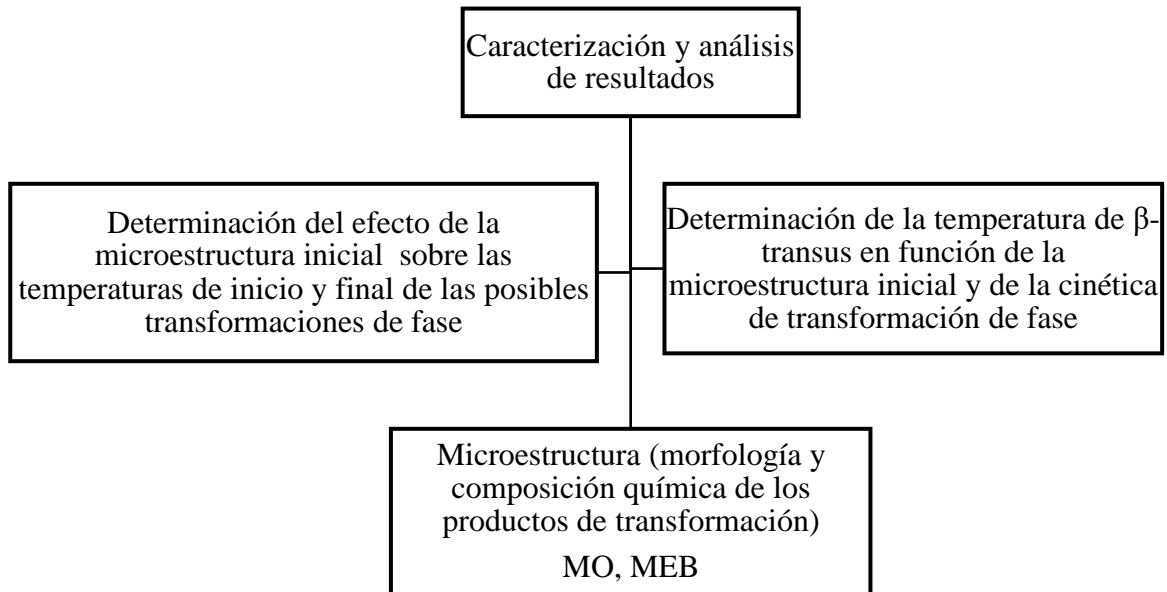


Figura 9. Metodología que se utilizó para la caracterización de la morfología, dimensiones, composición química, distribución de orientaciones, estructura y propiedades mecánicas de los productos de transformación.

El análisis de los resultados experimentales que se obtuvieron en la presente investigación consiste, fundamentalmente, en relacionar los cambios de pendiente en las curvas dilatométricas, con las curvas cinéticas obtenidas mediante la ecuación de Avrami, la fracción transformada y la microestructura observada empleando las técnicas mencionadas.

5.1 ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL

El material fue sometido a un tratamiento térmico de solución a 940 °C empleando una velocidad de calentamiento de 3.5 °C/s. El tiempo de permanencia a esta temperatura fue de 120 minutos y se usaron tres velocidades de enfriamiento diferentes: a) temple en agua, b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno. En la Figura 11 se ilustran esquemáticamente cada uno de los tratamientos térmicos.

A las microestructuras obtenidas por cada uno de los medios de enfriamiento, se les realizó una caracterización de acuerdo con la norma de preparación ASTM E3; las muestras se desbastaron con lijas de SiC desde el grado 320 hasta 1500 granos/plg², el pulido se llevó a cabo con pasta de diamante de 3 y 1 μm y el pulido final se realizó con silica coloidal de 0.02 μm . Por último, se realizó un ataque químico por inmersión, donde se presenta una breve descripción del método de preparación, se exhibe en la Tabla 2.



Figura 10. Material inicial.

Tabla 2. Composición del reactivo Kroll.

Reactivo	Composición	Tiempo de ataque	Características
Kroll	100ml H ₂ O 6ml HF 3ml HNO ₃	10-12 segundos	Revela la microestructura

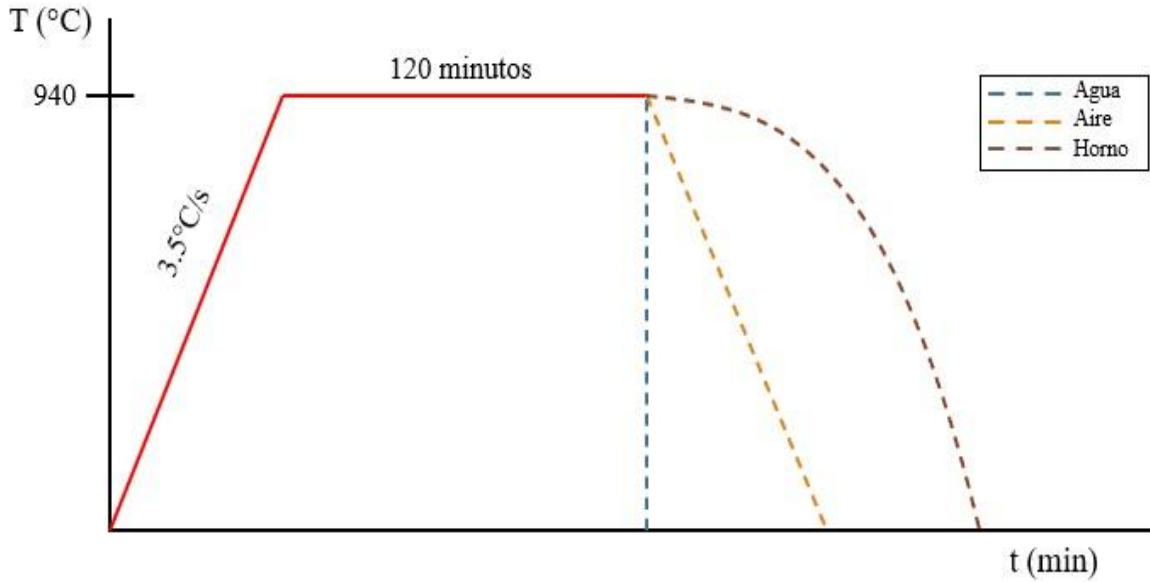


Figura 11. Representación esquemática del tratamiento térmico de solución para cada medio de enfriamiento.

La microestructura obtenida por el ataque químico se observó en un microscopio óptico digital de marca KEYENCE y en un microscopio electrónico de barrido de marca Philips, modelo: XL30-ESEM (Figura 12).

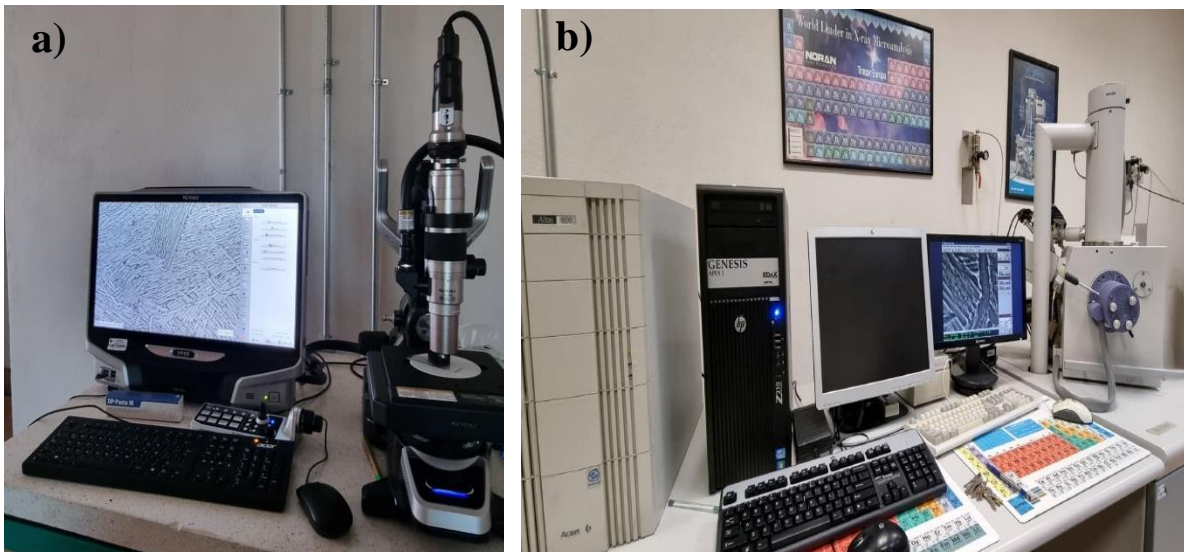


Figura 12. a) Microscopio óptico (OM) y b) microscopio electrónico de barrido (MEB).

5.2 DILATOMETRÍA

La dilatometría es una técnica de análisis térmico para la medición precisa de la dilatación o contracción de los materiales durante el calentamiento o enfriamiento. La dilatación/contracción dependen del coeficiente de expansión térmica y del volumen específico de las fases presentes. La curva dilatométrica obtenida a través de esta técnica muestra las temperaturas de inicio y final de las transformaciones de fase mediante cambios en velocidades de expansión o contracción térmicas ($\delta L/\delta T$), los cuales se manifiestan como cambios de pendiente en las curvas $\delta L-\delta T$ o $\delta L-\delta t$, donde T y t son la temperatura y el tiempo, respectivamente. El cambio de volumen de un material sólido generalmente se mide por el cambio correspondiente en la longitud de la probeta de este material. Por lo tanto, las mediciones del cambio de longitud de los materiales sólidos a menudo se aplican para la determinación de la cinética de transformación de fase de metales y aleaciones.

La dilatación térmica se mide a través de un transformador lineal diferencial variable (TLDV o LVDT por sus siglas en inglés) colocado en el cabezal de medición. Se utiliza un palpador de cuarzo o alúmina que sostiene la muestra y transmite la señal asociada a los cambios de longitud al LVDT. La temperatura de la probeta se mide a través de termopares tipo-K (Cromel-Alumel) o tipo-S (Pt-Pt/Rh). En la Figura 13 se ilustra una representación esquemática de un dilatómetro. (Mohapatra, G., Sommer, F., Mittemeijer, E.J, 2007) (Venegas, 2017)

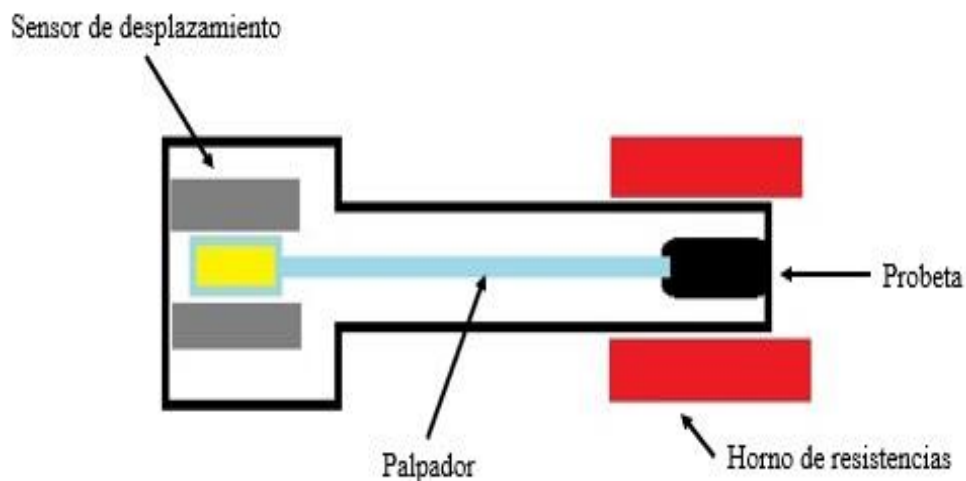


Figura 13. Representación esquemática de un dilatómetro absoluto. (Venegas, 2017).

5.2.1 DILATOMETRÍA POR HORNO DE RESISTENCIAS

Para realizar el trabajo experimental de la presente tesis se utilizó la técnica de análisis térmico por dilatometría empleando un instrumento equipado con un horno de resistencias de la marca NETZSCH modelo DIL402PC. Las velocidades de calentamiento y enfriamiento pueden variarse desde 0.001 K/min hasta 50 K/min usando hornos de acero, cobre, silica fundida o carburo de silicio, o entre 0.001 K/min hasta 100 K/min si se tiene un horno de grafito. El rango de temperaturas que maneja este instrumento es de temperatura ambiente hasta 1200 °C o 1600 °C, dependiendo del tipo de horno. En la Figura 14, se exhibe el dilatómetro DIL402PC utilizado.

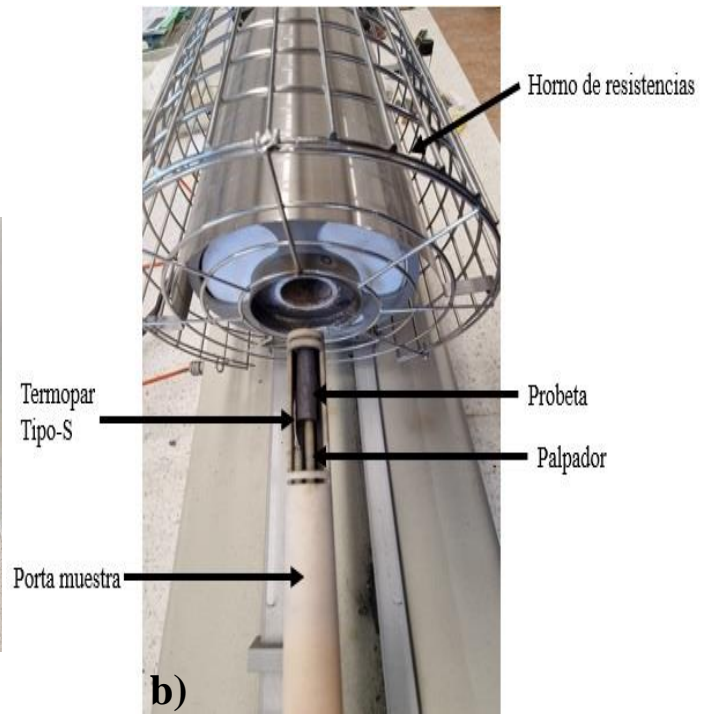


Figura 14. Fotografía a) dilatómetro NETZSCH modelo DIL402PC, y b) componentes principales del dilatómetro.

6. RESULTADOS Y DISCUSION

6.1 DIAGRAMA DE FASES Ti-V

En el diagrama de equilibrio de fases Ti-V de la Figura 15 la línea vertical café está trazada a una fracción molar de 0.04 V, correspondiente al contenido nominal de V de la aleación Ti-407 estudiada en el presente trabajo. La línea morada (solvus) indica el equilibrio entre las regiones α y $\alpha+\beta$ y la línea roja (transus) indica el inicio del campo de estabilidad de la fase β , es decir el equilibrio entre β y $(\alpha+\beta)$. A continuación, se describen las microestructuras que podría exhibir la aleación Ti-407, suponiendo que el contenido de Al no tiene un efecto significativo sobre las fronteras de fase, de relevancia en la presente investigación a las temperaturas de 650, 700, 750, 825, 850 y 1000° C. Estas temperaturas están indicadas por líneas horizontales de color negro en el diagrama de fases.

1. 650 °C; $\alpha+\beta$, 97% α y 3% β . Solo transforma 3% de $\alpha\rightarrow\beta$.
2. 700 °C; $\alpha+\beta$, 92% α y 8% β . Transforma 8% de $\alpha\rightarrow\beta$.
3. 750 °C; $\alpha+\beta$, 79.3% α y 20.6% β . Transforma 20.6% de $\alpha\rightarrow\beta$.
4. 825 °C; $\alpha+\beta$, 11.9% α y 88% β . Incremento de transformación (88% β) de $\alpha\rightarrow\beta$.
5. 850 °C; 100% β estable.
6. 1000 °C; 100% β estable.

Antes de pasar a la descripción de los resultados experimentales del presente trabajo, es importante describir el comportamiento de transformación de fase de la fase β -BCC del Ti y los posibles efectos que causa la concentración de V durante el enfriamiento en condiciones de equilibrio de acuerdo con el diagrama de fases. En general, la fase β -BCC en aleaciones binarias de Ti puede transformar a martensita con estructura α' -HCP o α'' -ortorrómbica a altas velocidades de enfriamiento, por ejemplo, temple en agua, (Banerjee, S., & Mukhopadhyay P., 2007).

La presencia de elementos de aleación que estabilizan la fase β -BCC, por ejemplo, Fe, Cr, Mo, V, Nb, Ta y W) causan la estabilización de la fase β -BCC a expensas de la martensita . Por ejemplo, en el caso de las aleaciones Ti-V, la fase β -BCC se estabiliza a contenidos de

V entre 16 y 20% e.p. (Menon, E., Chakravartty, J., Wadekar, S., & Banerjee, S., 1982) (Hanada, S., & Izumi, O., 1987) (Koul, M.K., & Breedis, J.F. , 1970). Como se puede apreciar en el diagrama de fases binario Ti-V de la Figura 15, para una aleación con una fracción mol de V de aproximadamente 0.04, estas concentraciones se observan a aproximadamente 600 °C. Por lo tanto, considerando enfriamiento lento en condiciones de equilibrio desde el campo de estabilidad de la fase β -BCC, la microestructura a temperatura ambiente deberá consistir de una mezcla de fases α -HCP y β -BCC metaestable, es decir, estabilizada químicamente. Al continuar el enfriamiento lento a $T < 600$ °C, el diagrama de fases indica la disminución de la solubilidad del V en la fase α -HCP, sin embargo, la fracción en volumen de fase β estabilizada permanece constante hasta temperatura ambiente.

Cuando la velocidad de enfriamiento desde el campo de estabilidad de la fase β se incrementa, por ejemplo, enfriamiento al aire o temple en agua, y la temperatura del baño de temple es inferior a M_s (temperatura de inicio de la transformación martensítica) esta fase transforma a martensita. La transformación puede ser incompleta si la temperatura M_f (final de la transformación martensítica) es inferior a la temperatura del baño de temple e incluso puede no ocurrir si la concentración de V de la fase β a una temperatura dada es mayor a β_d , la mínima concentración de V en Ti requerida para inhibir por completo la transformación martensítica. Es importante señalar que la composición de la fase β estabilizada debido a enriquecimiento con V durante el enfriamiento lento y la composición de la fase β metaestable formada debido a que la temperatura de temple es mayor que la M_f son significativamente diferentes. Para una aleación con 4% V, estas composiciones son 16-20% y 4%, respectivamente.

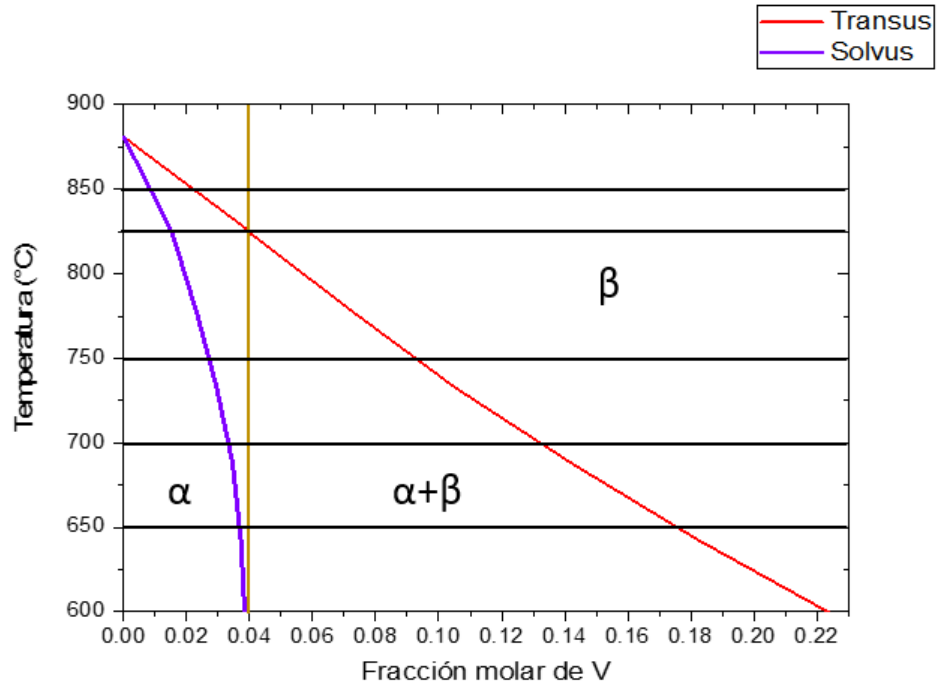


Figura 15. Diagrama de fases Ti-V.

6.2 CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA INICIAL

Con el fin de obtener tres microestructuras iniciales se llevaron a cabo tres tratamientos térmicos de solución a 940 °C durante dos horas, cada uno con distintas velocidades de enfriamiento, los cuales son: templado en agua, al aire y dentro del horno. Las Figuras 16 y 17 ilustran las microestructuras obtenidas después de estos tratamientos térmicos mediante imágenes obtenidas en el MO a una amplificación de 1000X (Figura 16) e imágenes de electrones retrodispersados obtenidas en el MEB empleando una amplificación de 2000X (Figura 17). Las Figuras 16a y 17a ilustran la microestructura producida por el temple en agua: α' -martensita + fase- β metaestable.

Las Figuras 16b y 17b muestran que el enfriamiento al aire produce una microestructura consistente de fase- α -Widmanstätten + α' -martensita + fase- β metaestable y, finalmente, las Figuras 16c y 17c ilustran la microestructura producida mediante enfriamiento en el horno: fase- α Widmanstätten en los límites de grano de β + ligamentos de la fase- β metaestable. Es importante resaltar aquí que la presencia de la fase β -BCC metaestable se infiere de las características morfológicas de las microestructuras presentadas en las Figuras 16 y 17. La presencia de esta fase debe ser comprobada mediante otras técnicas, como se verá más adelante.

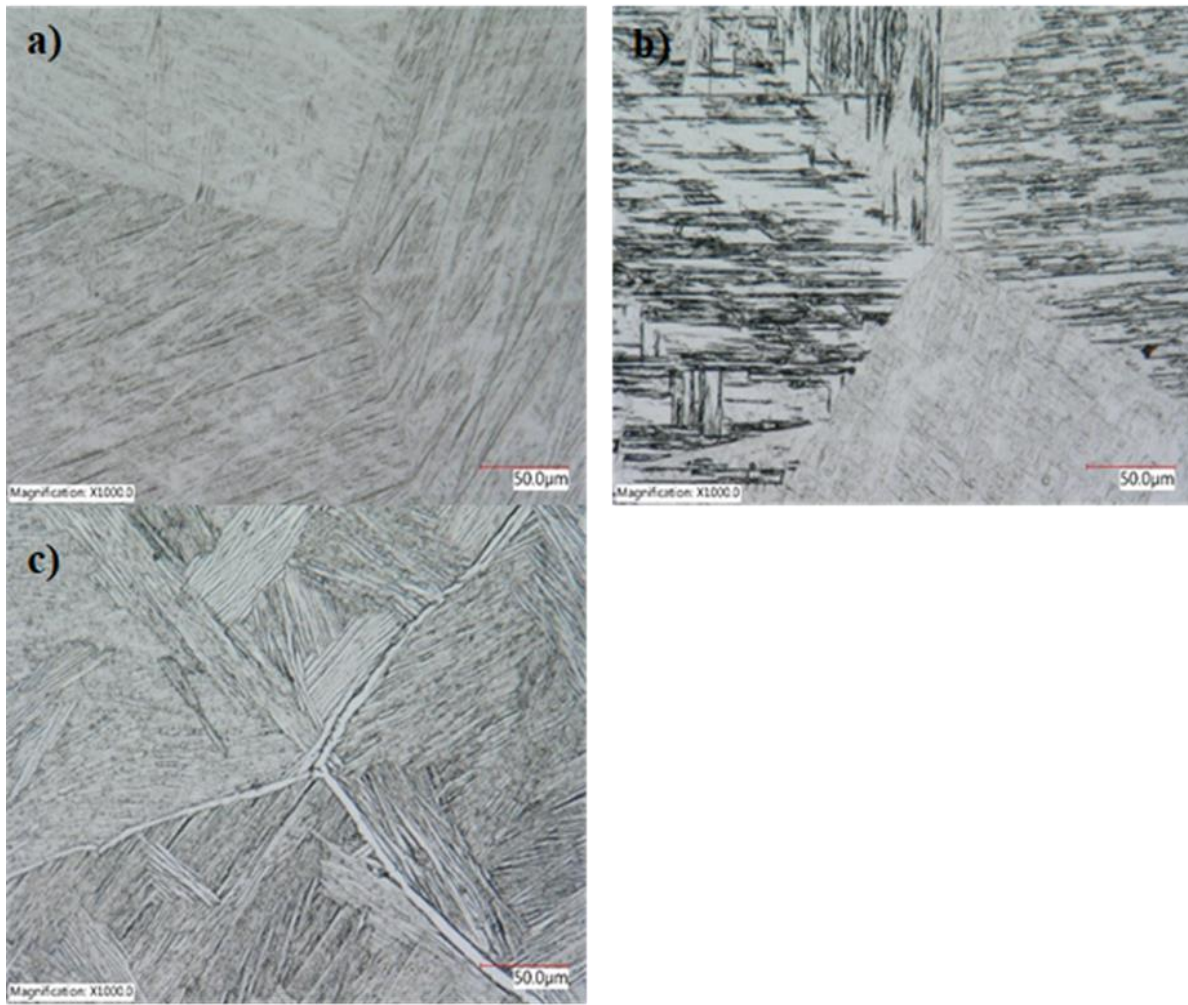


Figura 16. Imágenes obtenidas por MO de las microestructuras producidas en la aleación Ti-407 después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas seguido por a) Temple en agua, b) Enfriamiento al aire y c) Enfriamiento en el horno.

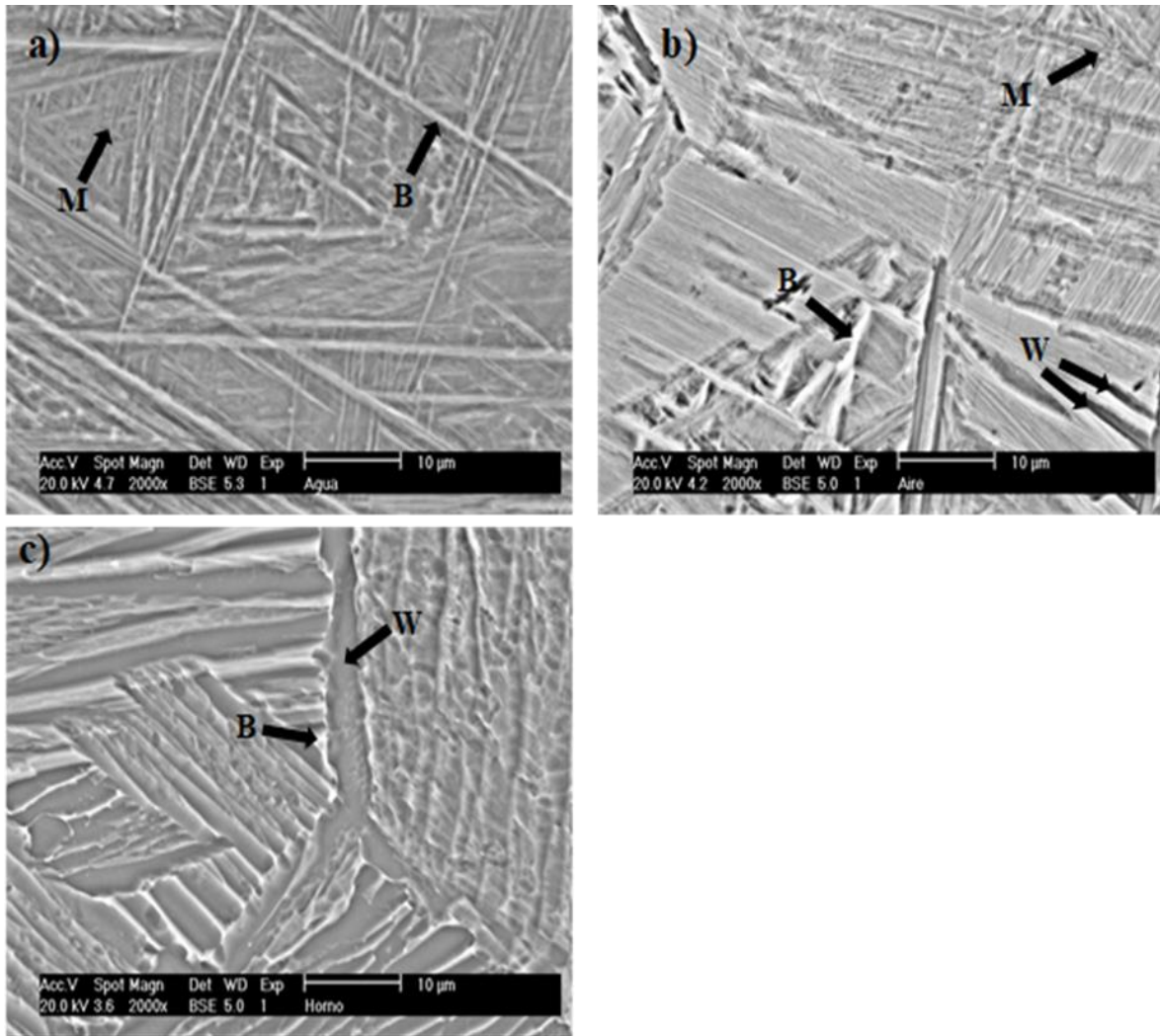


Figura 17. Imágenes de electrones retrodispersados obtenidas en el MEB de las microestructuras producidas en la aleación Ti-407 después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas seguido por. a) Templada en agua; b) Enfriada en aire; c) Enfriada dentro del horno (W= α -Widmanstatten, M=martensita, B=beta).

6.3 CURVAS DE DILATOMETRÍA

Las Figuras 18, 19, 20, 21, 22 y 23 ilustran los efectos de la microestructura inicial sobre las curvas dilatométricas obtenidas para la aleación Ti-407 calentada hasta temperaturas de 650, 700, 750, 800, 825, 850 y 1000 °C, respectivamente, y mantenidas a estas temperaturas durante 180 minutos. Finalmente, las muestras son enfriadas a una velocidad nominal de 10 °C/min en el horno del dilatómetro.

Como se puede apreciar en las Figura 18 a 23, los resultados para cada condición: microestructura inicial (generada por la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución inicial) y temperatura de calentamiento isotérmico, incluyen tres gráficas:

- 1) El perfil térmico del ensayo (curva temperatura en función del tiempo).
- 2) La curva dilatométrica (curva de deformación térmica $\delta L/L_0$ en función del tiempo).
- 3) La curva de la variación de la velocidad de deformación térmica $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ en función del tiempo. Se debe apreciar que, dado que la velocidad de calentamiento es constante en los experimentos, la curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ representa también la variación instantánea del coeficiente de dilatación térmica durante el experimento de dilatometría.

La inercia térmica del horno de resistencias con la que está equipado el dilatómetro causa que durante los tratamientos se presenten regiones de transición, particularmente al inicio del calentamiento y cuando se requieren cambios en la velocidad de calentamiento, por ejemplo, el cambio de 10 °C/minuto a cero (durante el mantenimiento isotérmico). La Figura 24 ilustra estas transiciones para el caso de la muestra calentada hasta 1000 °C. Como se puede apreciar, en dicha figura también se ilustran las definiciones de una serie de parámetros que permiten analizar las curvas dilatométricas en función de los cambios microestructurales que están ocurriendo durante el calentamiento y mantenimiento isotérmicos de las muestras.

La inercia térmica del horno afecta significativamente las velocidades de calentamiento y deformación de la muestra. La velocidad de calentamiento de 10 °C/min se logra hasta después de ~25 minutos de calentamiento alcanzando una temperatura cercana a 130 °C. La velocidad de deformación constante solo se alcanza después de ~45 minutos de calentamiento a una temperatura de aproximadamente 350 °C.

La velocidad de deformación permanece aproximadamente constante en un valor de $1.35 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$ durante aproximadamente 36 minutos hasta que, al alcanzar ~825 °C, se observa un incremento de aproximadamente 15% en la velocidad de deformación a $1.56 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$. Este incremento en la velocidad de deformación se debe al final de la transformación de fase $\alpha \rightarrow \beta$ (β -transus). Una vez que la probeta alcanza 1000 °C, la velocidad de deformación disminuye progresivamente y se requieren aproximadamente 50 minutos para alcanzar una velocidad de deformación constante de aproximadamente $2.97 \times 10^{-5} \text{ min}^{-1}$. Este valor, aunque pequeño no es cero e indica que durante el mantenimiento isotérmico la probeta cambia de longitud debido a algún cambio microestructural en la fase β de la aleación Ti-407, probablemente, crecimiento de grano.

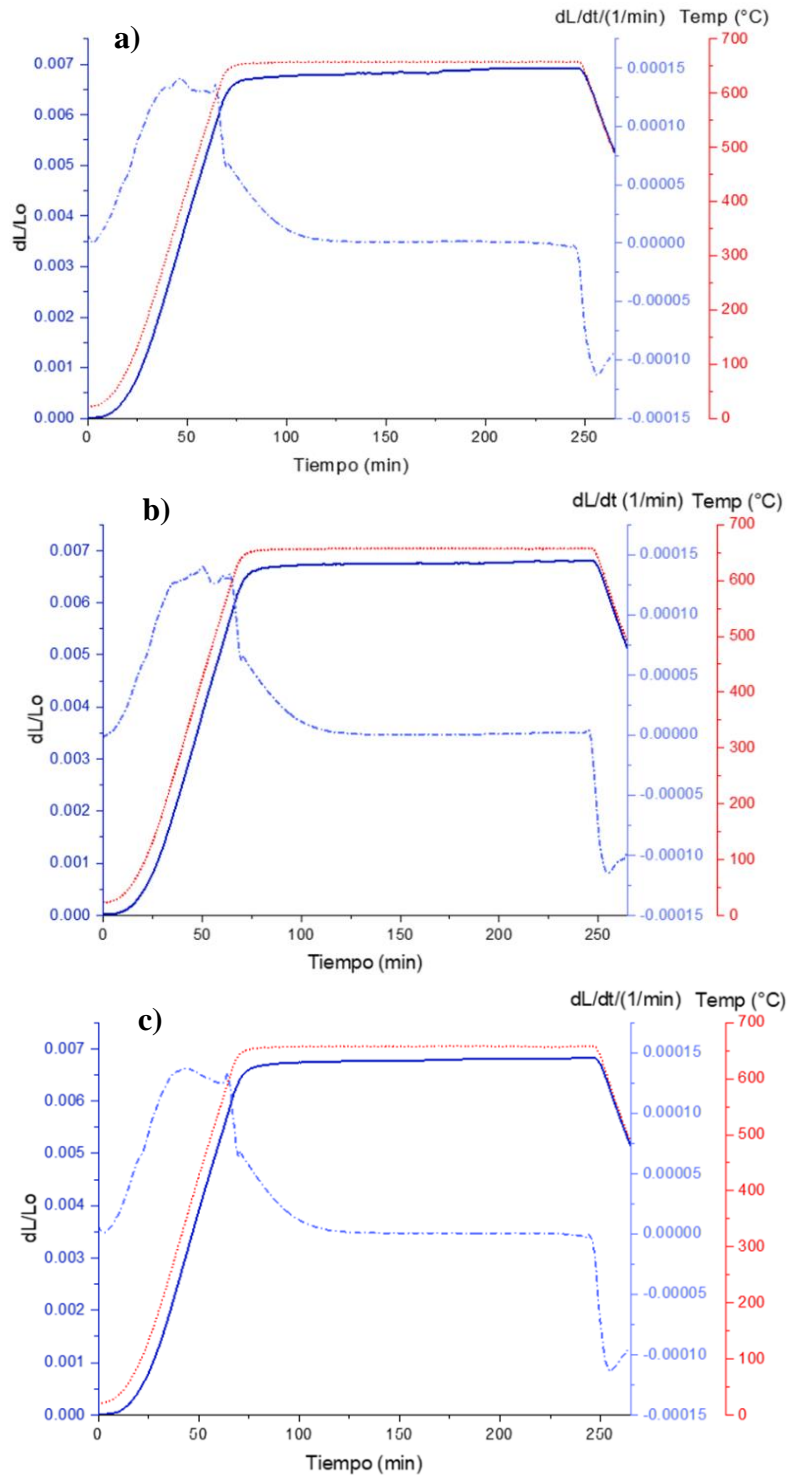


Figura 18. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/L_0$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 650°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.

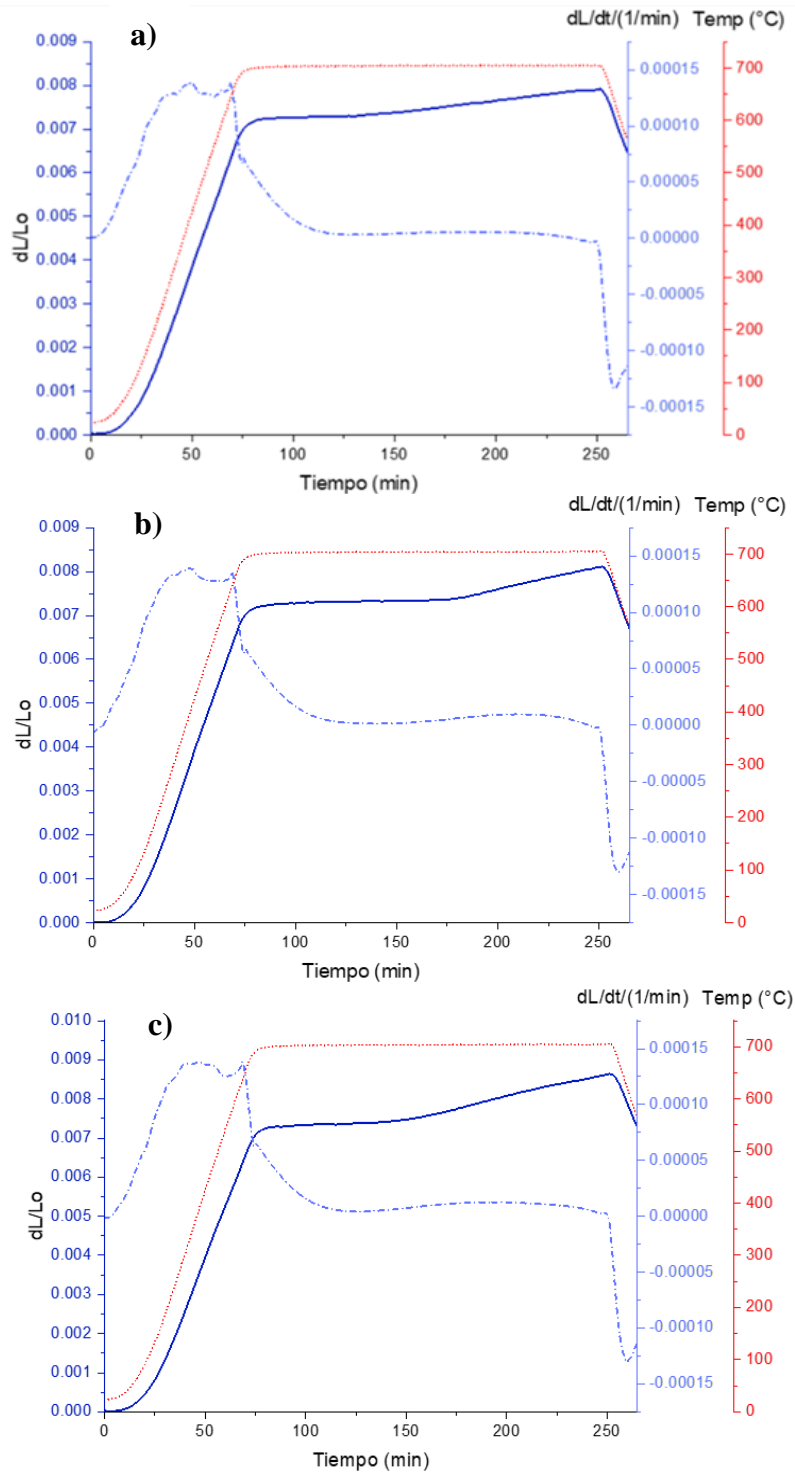


Figura 19. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/L_0$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 700°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfiada a velocidad constante de $\pm 10^\circ\text{C}$. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.

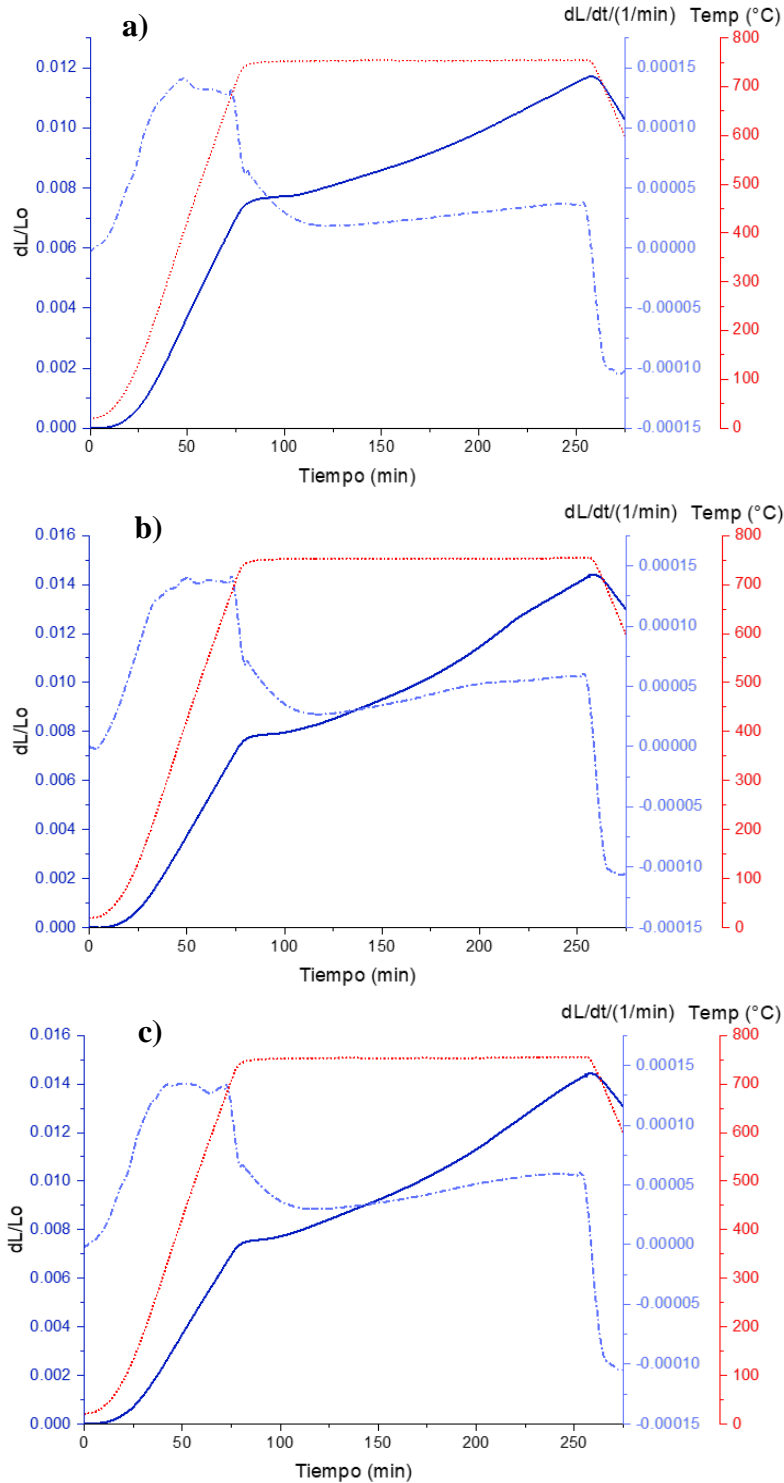


Figura 20. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/L_0$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 750°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.

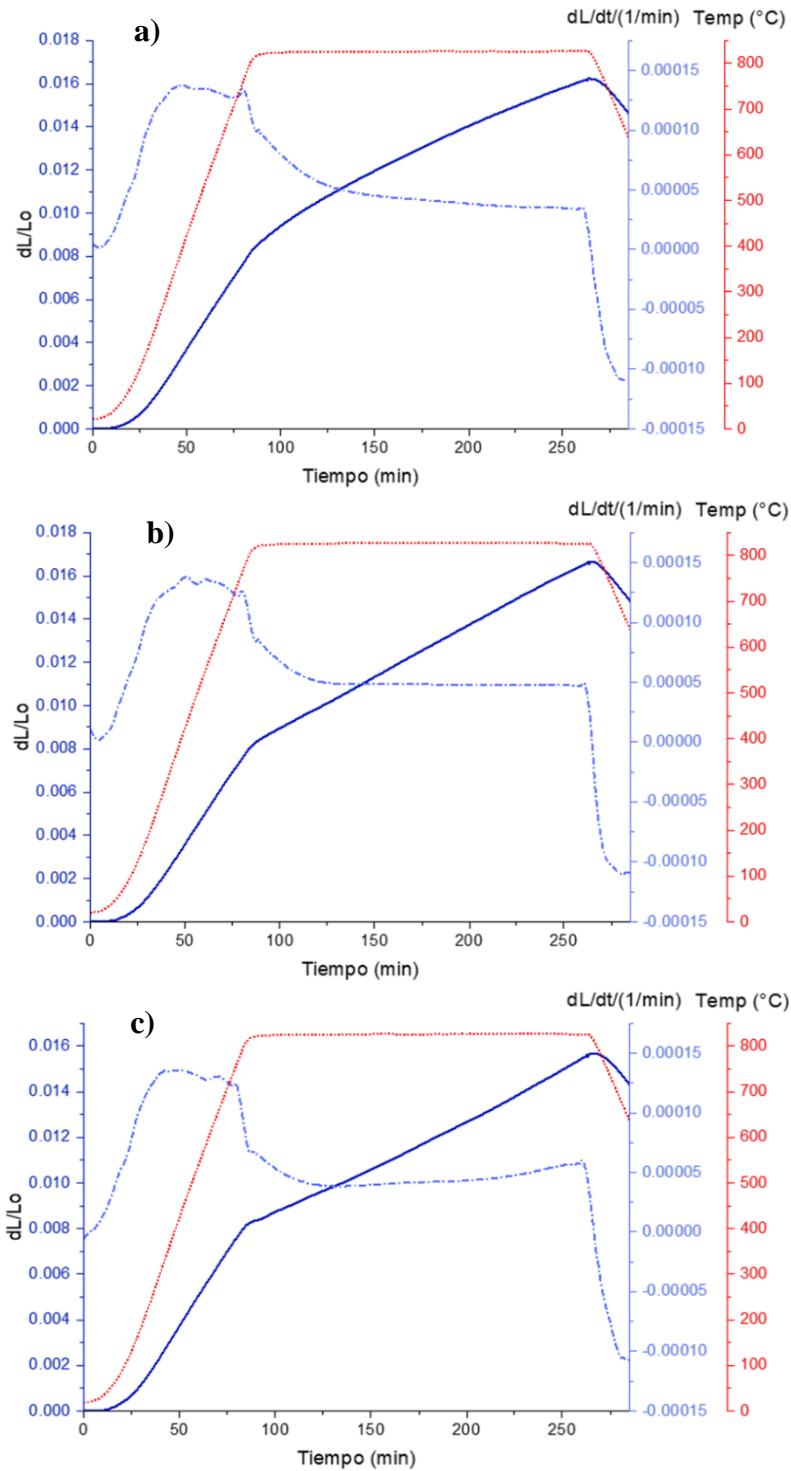


Figura 21. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/L_0$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 825°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.

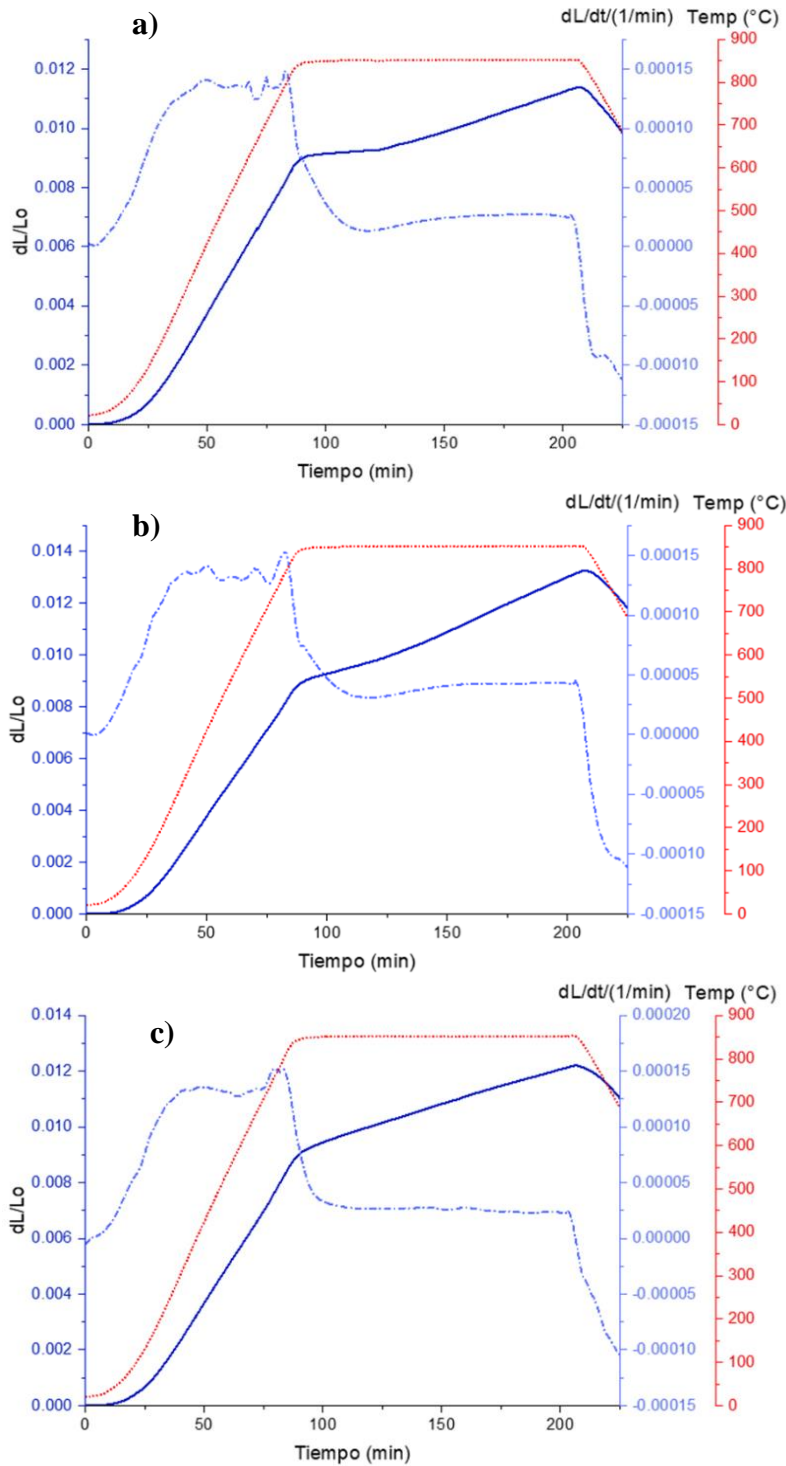


Figura 22. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/L_0$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 850°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de ± 10 °C. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.

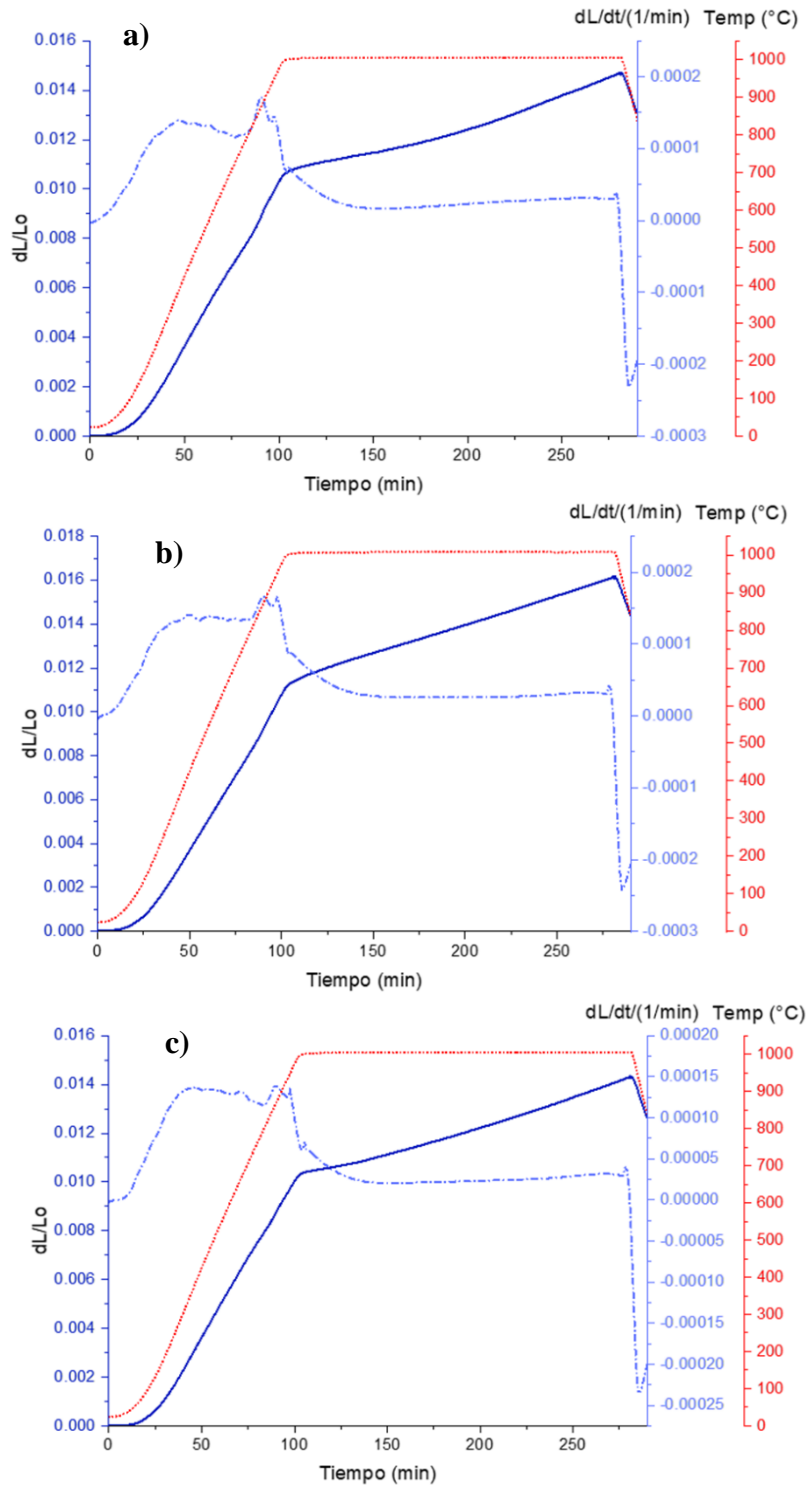


Figura 23. Perfil térmico (curva T-t), curva dilatométrica (curva de $\delta L/L_0$ -t) y curva de variación de la velocidad de deformación térmica (curva $\delta(\delta L/L_0)/\delta t$ -t) para la aleación Ti-407 calentada hasta 1000°C, mantenida 180 minutos a esa temperatura y enfriada a velocidad constante de $\pm 10^\circ\text{C}$. Microestructura inicial obtenida mediante un tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido por: a) temple en agua b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento en el horno.

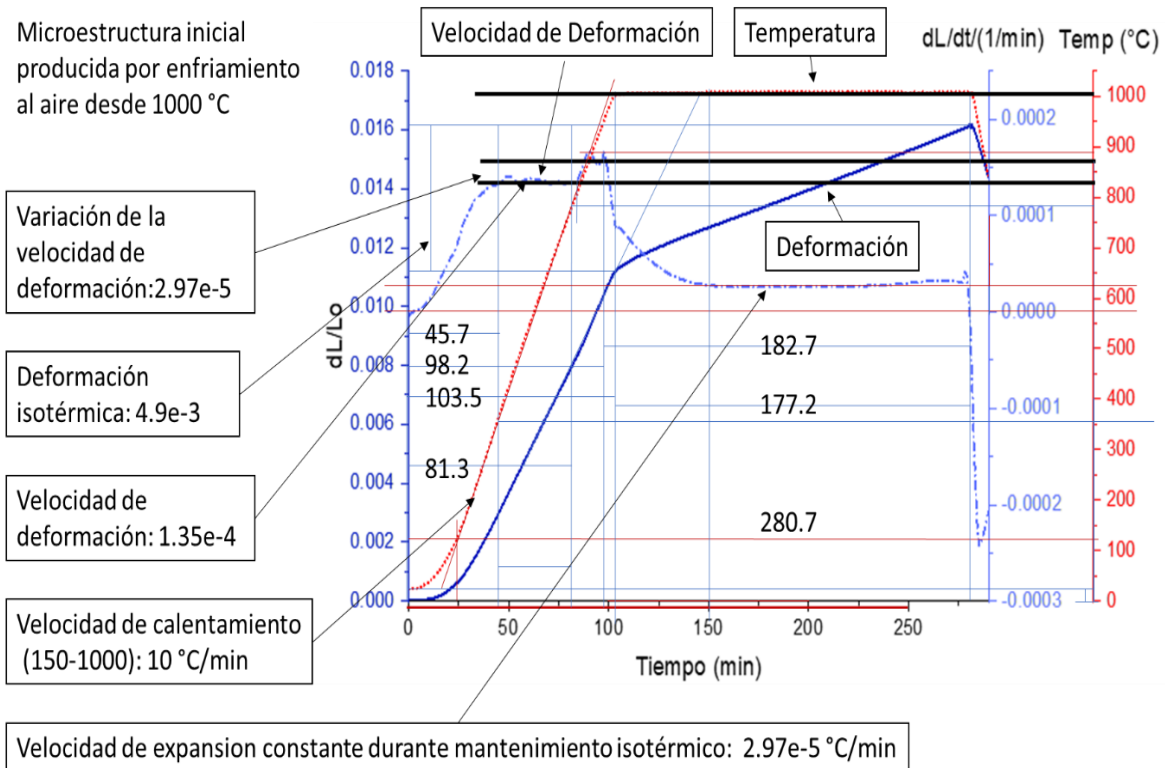


Figura 24. Ejemplo del análisis de resultados de un experimento de dilatometría.

Otra posibilidad es que la cinética de la transformación $\alpha \rightarrow \beta$ sea demasiado lenta y que una fracción pequeña de la fase α permanezca en estado metaestable a temperaturas mayores a β -transus. En este caso, la transformación $\alpha \rightarrow \beta$ continúa ocurriendo durante el mantenimiento isotérmico a temperaturas tan altas como 1000 °C. La deformación isotérmica en el caso de la muestra tratada a 1000 °C fue 4.93×10^{-3} , como se muestra en la Figura 24.

Las Tablas 3 y 4 listan los efectos de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre: a) la deformación durante el periodo de 180 minutos de mantenimiento isotérmico a cada temperatura (Tabla 3), b) la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico (Tabla 3) y c) la velocidad de expansión durante el periodo de 180 minutos de mantenimiento isotérmico (Tabla 4). Los datos presentados en estas dos tablas se ilustran en forma gráfica en la Figura 25.

Como se puede apreciar claramente, los datos obtenidos mediante dilatometría pueden usarse para determinar de una manera precisa la temperatura del final de la transformación de fase $(\alpha+\beta)\rightarrow\beta$ en la aleación Ti-407.

Tabla 3. Efectos de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre la deformación durante el periodo de 180 minutos de mantenimiento isotérmico a cada temperatura (ϵ iso), b) la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico ($\delta\epsilon$ iso)

T °C	agua		aire		horno		promedio	
	ϵ iso	$\delta\epsilon$ iso	ϵ iso	$\delta\epsilon$ iso	ϵ iso	$\delta\epsilon$ iso	ϵ iso	$\delta\epsilon$ iso
650	2.28E-04	1.00E-05	4.45E-04	1.35E-05	8.06E-04	1.40E-05	4.93E-04	1.25E-05
700	1.30E-03	1.25E-05	1.17E-03	1.25E-05	1.76E-03	1.45E-05	1.41E-03	1.32E-05
750	4.78E-03	1.32E-05	6.85E-03	8.80E-06	7.14E-03	8.85E-06	6.26E-03	1.03E-05
825	7.92E-03	1.19E-05	8.67E-03	1.19E-05	7.46E-03	1.19E-05	8.02E-03	1.19E-05
850	3.30E-03	2.50E-05	4.21E-03	2.76E-05	3.58E-03	2.31E-05	3.70E-03	2.52E-05
1000	4.14E-03	2.17E-05	4.90E-03	2.97E-05	4.28E-03	5.41E-05	4.44E-03	3.52E-05

Tabla 4. Efecto de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico ($\delta\epsilon$ iso)

T °C	$\delta\epsilon/\delta t$ iso		
	agua	aire	horno
650	0.00E+00	0.00E+00	0.00E+00
700	5.95E-06	5.01E-06	9.40E-06
750	2.82E-05	4.35E-05	4.50E-05
825	4.02E-05	4.80E-05	5.00E-05
850	2.50E-05	1.14E-05	1.98E-05
1000	2.73E-05	2.97E-05	2.34E-05

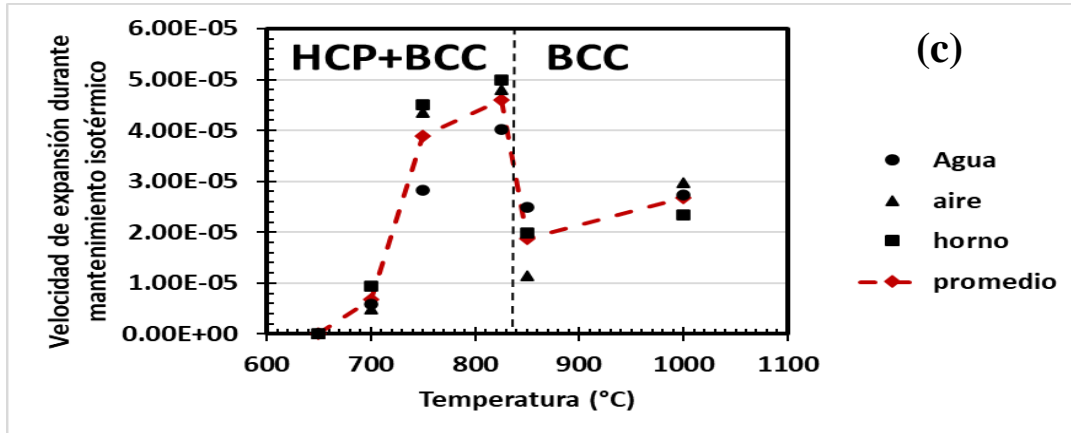
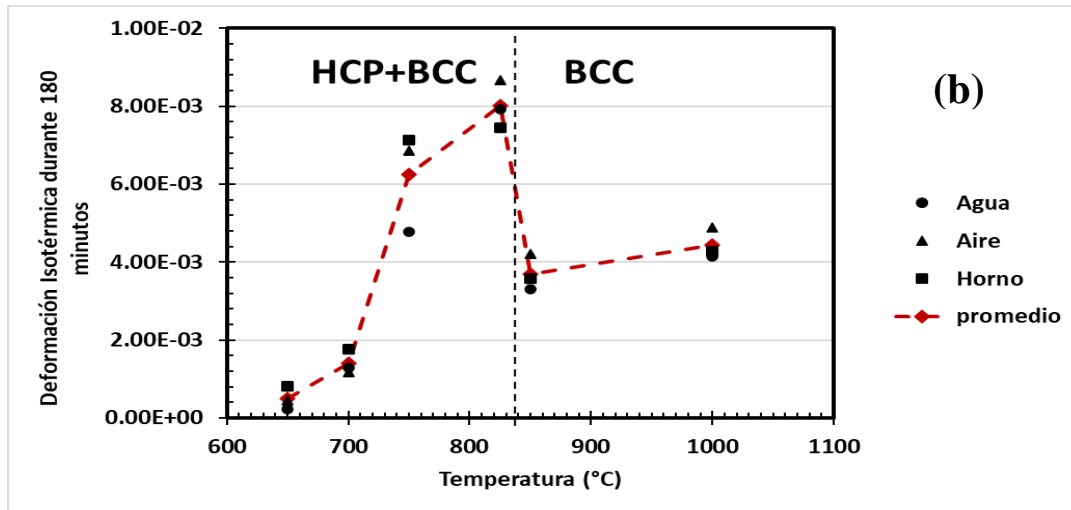
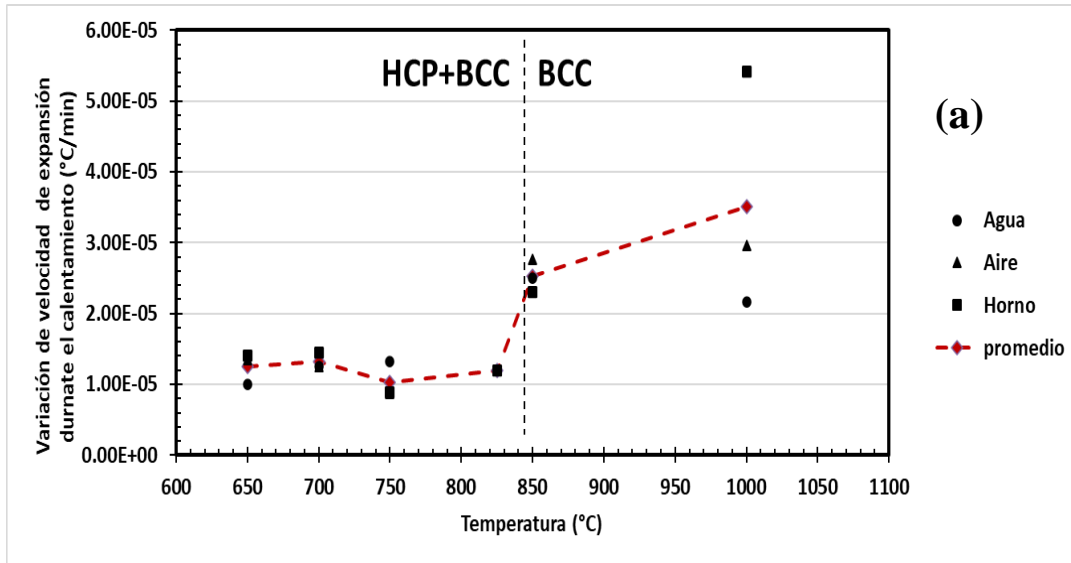
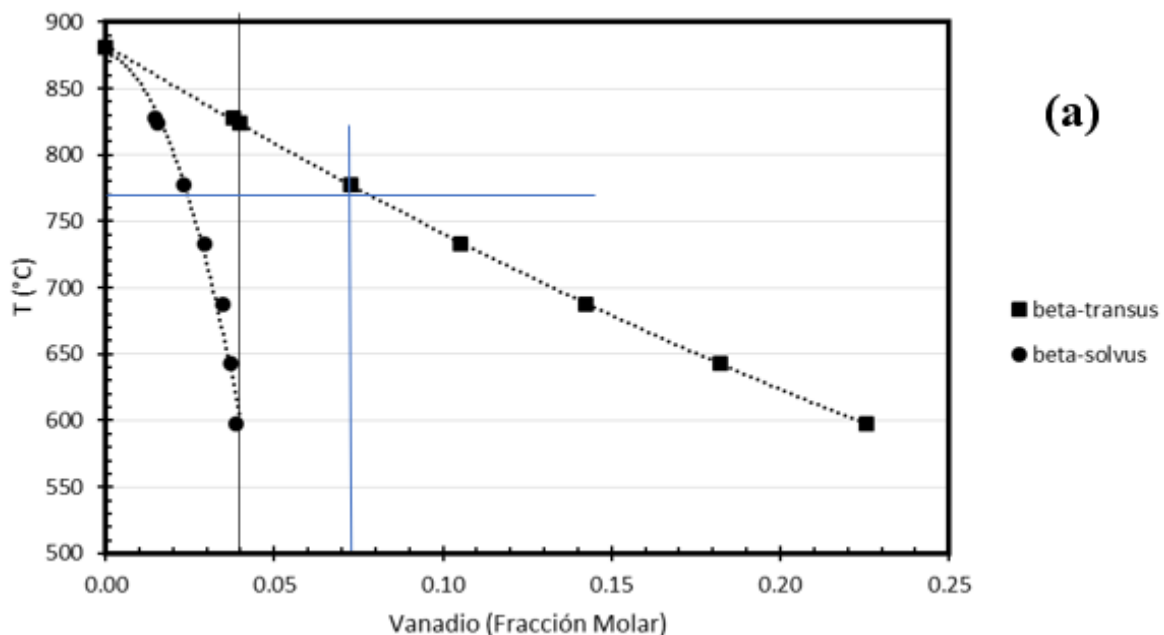


Figura 25. Efectos de la microestructura inicial y la temperatura de calentamiento isotérmico sobre a) la variación de la velocidad de deformación durante el periodo de calentamiento a la temperatura de mantenimiento isotérmico, b) la deformación durante el periodo de 180 minutos de mantenimiento isotérmico a cada temperatura y c) velocidad de expansión durante el mantenimiento isotérmico.

La Figura 26a ilustra la variación de las temperaturas α -solvus y β -transus para el sistema Ti-V obtenidos del diagrama de fases reportado por Lindwall y colaboradores (Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E., 2018) (reproducido en la Figura 6 del presente trabajo). La Figura 27b muestra la variación de la fracción en volumen de fase α -HCP con la temperatura de acuerdo con el diagrama. Como se puede apreciar, para la aleación Ti-4V la fracción en volumen de la fase β se incrementa rápidamente a partir de 750 °C hasta alcanzar la temperatura β -transus de aproximadamente 820 °C. Por lo tanto, podría esperarse que dicha temperatura fuera ligeramente más alta para la aleación Ti-407 ya que el diagrama de Lindwall no toma en cuenta los contenidos de Al y O en dicha aleación. Sin embargo, de acuerdo con los resultados de dilatometría presentados en la Figura 24, la temperatura de β -transus para la aleación Ti-407 empleada en el presente trabajo es aproximadamente 835 °C. Es importante resaltar que este valor, aunque ligeramente más alto que el predicho por el diagrama de fases, es significativamente más bajo que el valor de 875 °C calculado a partir de la composición química de la aleación usando el modelo de redes neuronales desarrollado por Guo y colaboradores (Z. Guo., S. Malinov., & W. Sha., 2005) y que algunos valores reportados en la literatura abierta para esta aleación (James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P., 2016).



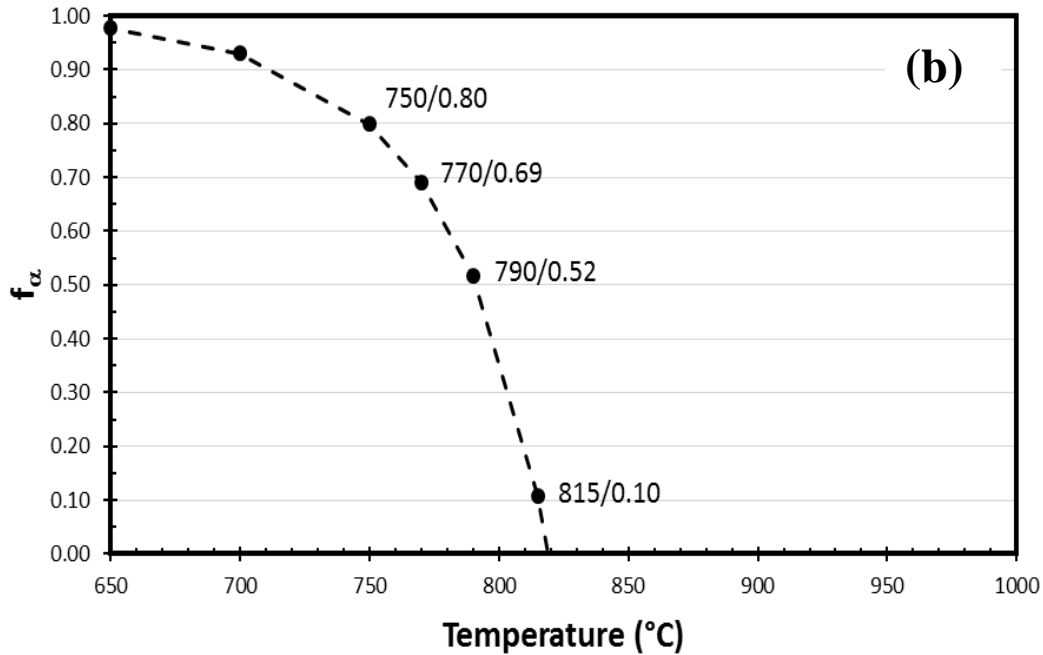


Figura 26. (a) Variación de las temperaturas α -solvus y β -transus para el sistema Ti-V obtenidos del diagrama de fases reportado por Lindwall y colaboradores (reproducido en la Figura 6 del presente trabajo). (b) variación de la fracción en volumen de fase α -HCP con la temperatura para la aleación Ti-4V.

6.3.1 EVOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DURANTE LOS ENSAYOS DE DILATOMETRÍA.

6.3.1.A CALENTAMIENTO SEGUIDO DE ENFRIAMIENTO LENTO (± 10 °C/MINUTO)

Como se mostró en las secciones anteriores, durante el calentamiento a velocidad constante ocurren cambios de longitud (deformación térmica) a velocidad de deformación constante (expansión lineal),

$$\varepsilon_t = \frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \Delta T \quad (1.6)$$

Donde α es el coeficiente de expansión lineal del material. Adicionalmente, durante el calentamiento pueden ocurrir cambios de estructura cristalina debidos a transformaciones de fase. La presencia de otra fase con estructura cristalina diferente y, por lo tanto, con coeficiente de expansión térmica diferente, modifica la velocidad de expansión de la aleación dando lugar a un comportamiento no lineal con cambios en la pendiente en la curva dilatométrica.

Como se puede observar en las Figuras 18-23, previo al inicio del mantenimiento isotérmico las curvas de velocidad de deformación en función del tiempo exhiben un periodo de transición donde la muestra se expande más rápidamente que a menores temperaturas. Este efecto es mucho más notable en las muestras donde el calentamiento se extendió hasta temperaturas mayores a 825 °C, como ilustra la Figura 23.

Las Figuras 27, 28 y 29 ilustran la microestructura observada en la sección transversal de las muestras sometidas a los ensayos de dilatometría. Como se mencionó anteriormente, la velocidad de enfriamiento al final de cada prueba fue 10 °C/min, por lo tanto, las microestructuras de las figuras 27-29 son el resultado de un enfriamiento lento.

Como se mostró en la Figura 16a, la microestructura producida por el temple en agua consiste de α' -martensita y fase- β metaestable retenida (estabilizada térmicamente). En la figura 27 puede apreciarse que el calentamiento y mantenimiento de esta microestructura a temperaturas de hasta 750 °C seguido de enfriamiento lento causa cambios morfológicos en la martensita y formación de fase α -HCP. Sin embargo, el calentamiento y mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a temperaturas mayores, 825, 850 y 1000 °C, causa que, durante el enfriamiento lento a 10 °C/minuto, la microestructura sea transformada a una microestructura consistente de fase α -HCP con morfología alotriomorfa (con placas laterales con morfología Widmanstätten) en los límites de grano y con arreglos tipo tejido de sesta (“basketwave”) de placas Widmanstätten en el interior de estos.

Cuando la microestructura inicial de las probetas dilatométricas consiste de una mezcla de fase- α -Widmanstätten + α' -martensita + fase- β metaestable (estabilizada química y térmicamente), producida por el enfriamiento al aire después del tratamiento térmico de solución a 940 °C (Figura 16b), las microestructuras resultantes son similares a las observadas cuando la microestructura inicial es la producida por enfriamiento al aire. La

Figura 28 muestra claramente que, como en el caso de las muestras con microestructura inicial de martensita, cuando el calentamiento se lleva a temperaturas de 825, 850 y 1000 °C, el enfriamiento lento produce una vez más una microestructura consistente de fase α -HCP intergranular y colonias de placas tipo Widmanstätten intergranulares.

Como se puede apreciar en la Figura 29, cuando la microestructura inicial consiste de colonias de placas Widmanstätten de fase α -HCP, la microestructura al final de los ensayos de dilatometría a temperaturas entre 650 y 1000 °C consiste de colonias de placas Widmanstätten cuyo espesor aumenta a medida que la temperatura de mantenimiento isotérmico durante el ensayo aumenta.

Con base a estas observaciones, se puede concluir que el enfriamiento lento a 10 °C/minuto después de un calentamiento y mantenimiento isotérmico a $T \geq 825$ °C (presumiblemente mayor que la temperatura β -transus) durante 180 minutos, produce microestructuras consistentes de fase α -HCP intergranular con morfología alotriomorfa y placas laterales Widmanstätten, y colonias en arreglos de tejido de cesta de placas Widmanstätten intergranulares. Por lo tanto, se puede concluir que este último tipo de microestructura es debido al enfriamiento desde temperaturas superiores a la temperatura β -transus indicada por el diagrama de fases de la Figura 26b, y los resultados de las pruebas de dilatometría presentados en las Figuras 18-23 y 25.

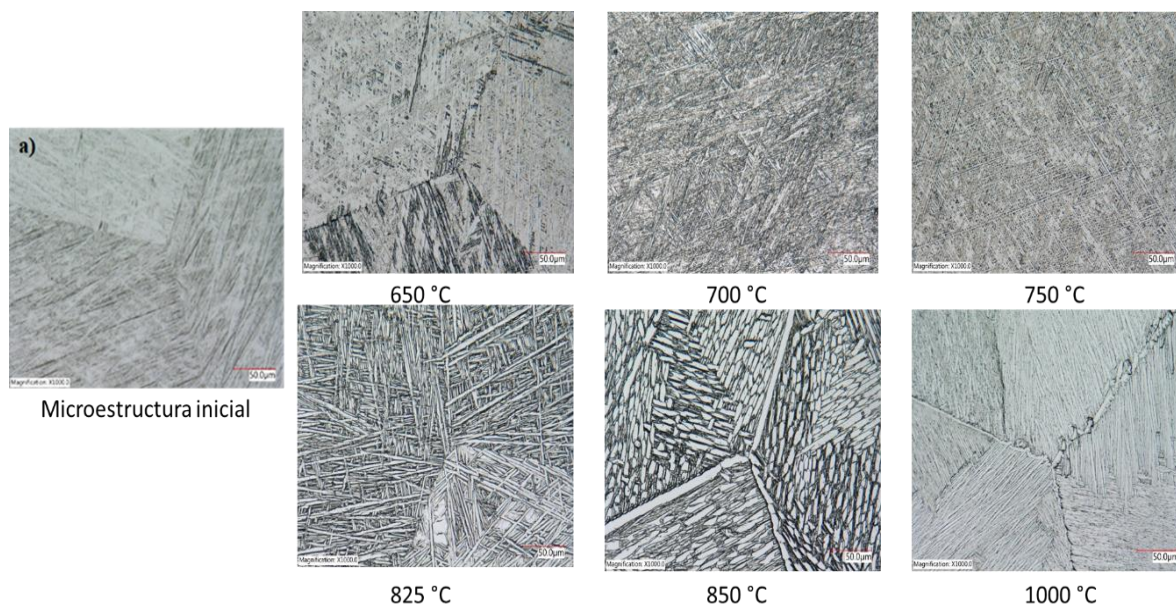


Figura 27. Microestructuras producidas por el tratamiento térmico aplicado durante la prueba de dilatometría a muestras con microestructura inicial producida por temple en agua. Calentamiento y enfriamiento a ± 10 °C/minuto, mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a las temperaturas indicadas.

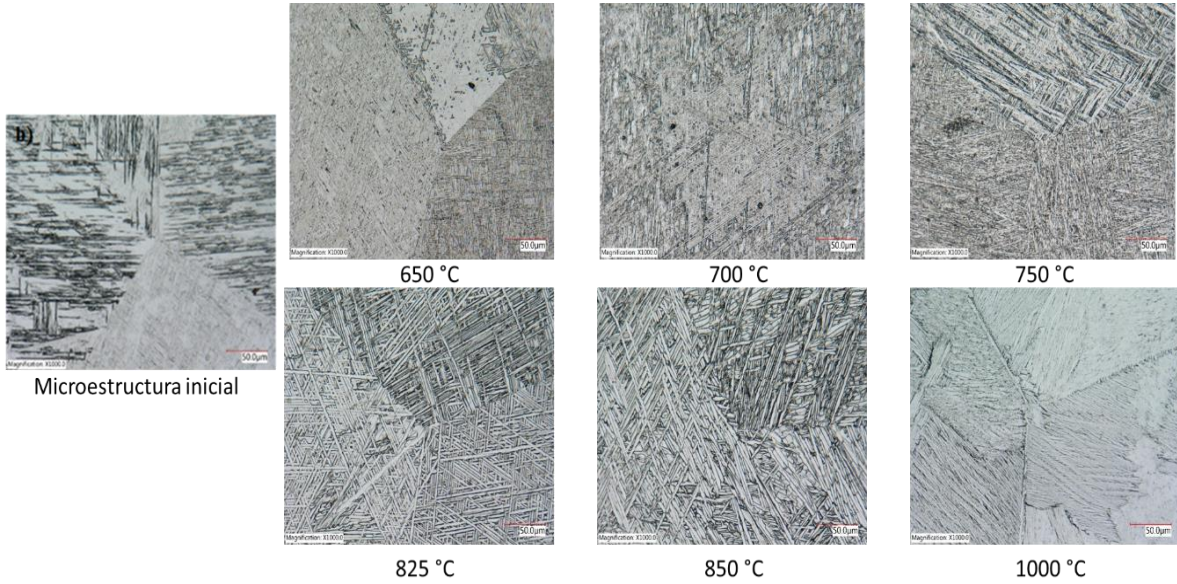


Figura 28. Microestructuras producidas por el tratamiento térmico aplicado durante la prueba de dilatometría a muestras con microestructura inicial producida por enfriamiento al aire. Calentamiento y enfriamiento a ± 10 °C/minuto, mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a las temperaturas indicadas.

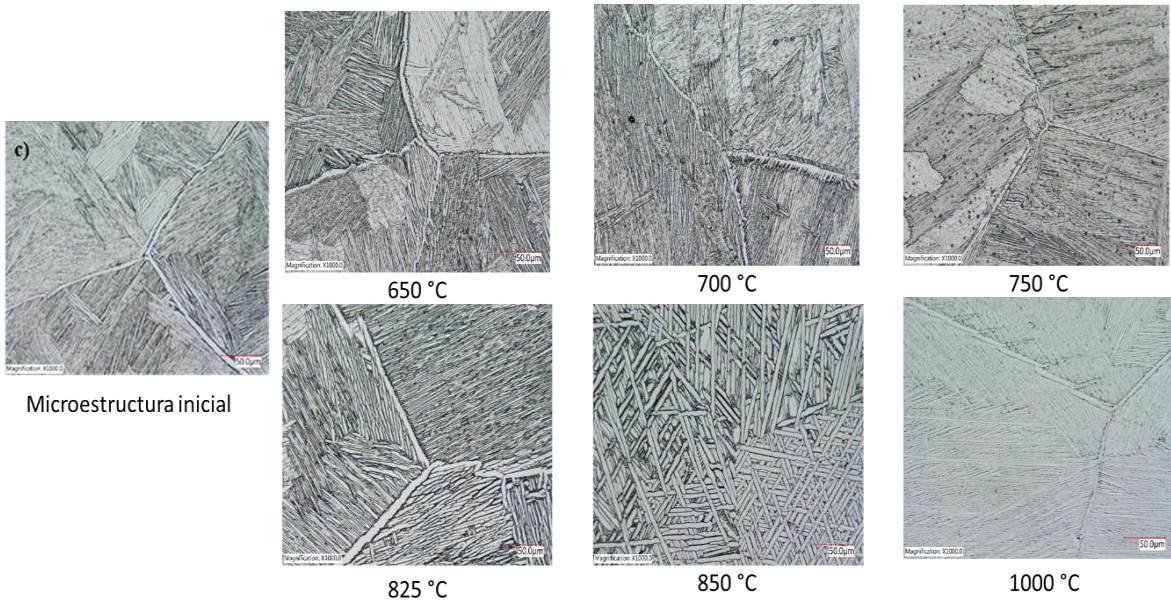


Figura 29. Microestructuras producidas por el tratamiento térmico aplicado durante la prueba de dilatometría a muestras con microestructura inicial producida por enfriamiento en el horno. Calentamiento y enfriamiento a ± 10 °C/minuto, mantenimiento isotérmico durante 180 minutos a las temperaturas indicadas.

6.3.1.B CALENTAMIENTO A 10 °C MINUTO SEGUIDO DE TEMPLE EN AGUA

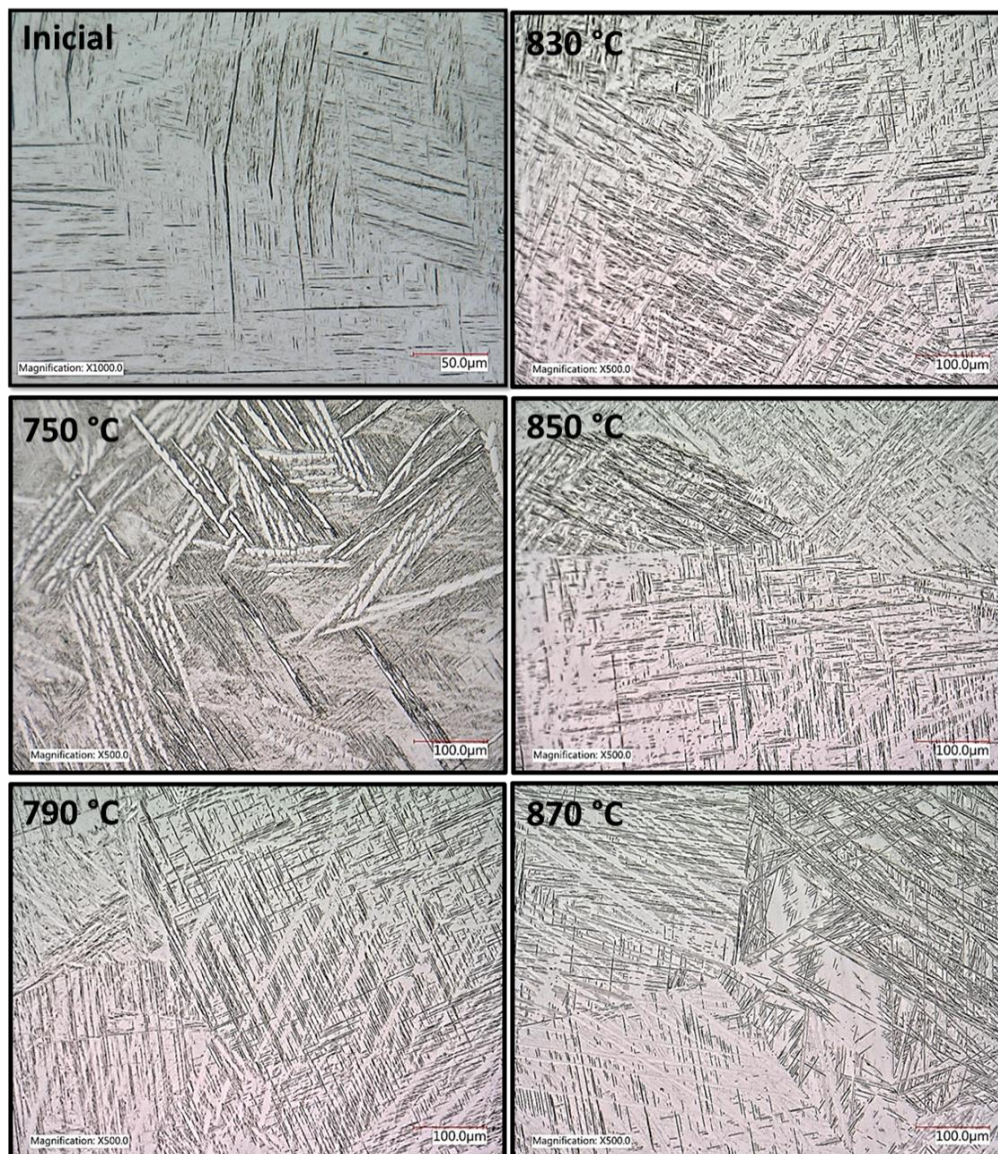
Las Figuras 30 y 31 ilustran el efecto del temple en agua sobre las microestructuras de muestras sometidas a tratamientos térmicos de solución a 940 °C durante dos horas y templadas en agua (Fig. 30) o enfriamiento lento en el horno (Fig. 31), recalentadas a temperaturas entre 750 y 910 °C y finalmente templadas en agua. Como se puede apreciar, las muestras recalentadas a temperaturas superiores a 830 °C exhiben una microestructura 100 % martensítica, independientemente de su microestructura inicial. En contraste las microestructuras de muestras templadas desde temperaturas inferiores a 830 °C exhiben una microestructura bifásica consistente de placas de fase α -HCP Widmanstätten y agujas de martensita. Por lo tanto, las muestras templadas desde 830 °C o temperaturas mayores exhibirán una microestructura consistente de 100 % fase β -Ti. Estas observaciones confirman que temperatura β -transus estimada a partir de las curvas dilatométricas para la aleación Ti-407.

La formación de martensita en muestras templadas desde temperaturas inferiores a la temperatura β -transus causa deformación severa de la fase α -HCP coexistente. Este efecto se puede apreciar claramente en la Figura 32, la cual ilustra la deformación plástica de las placas de fase α -HCP causada por la formación de martensita α' -HCP formada como resultado del temple desde 790 °C.

Hasta este punto, la evidencia experimental presentada indica que la microestructura inicial de la aleación afecta la evolución de la microestructura hasta la temperatura β -transus. La evolución de la microestructura a mayores temperaturas no parece ser afectada por la microestructura inicial. La microestructura resultante del enfriamiento desde diferentes temperaturas en el rango 650-1000 °C tampoco es afectada por la microestructura inicial del material, aunque la velocidad de enfriamiento si tiene un efecto relevante.

El enfriamiento lento en el horno causa que la fase β -Ti transforme a placas de fase α -HCP Widmanstätten con diferentes morfologías. Las placas intergranulares exhiben morfología alotriomorfa con placas laterales Widmanstätten. Las fases intergranulares exhiben en

arreglos de placas paralelas en colonias con diferentes orientaciones que resultan en arreglos tipo tejido de cesta. En contraste, el enfriamiento rápido producido por el temple en aguas causa la formación de agujas de martensita α' -HCP. La formación de esta fase causa deformación en la fase α -HCP (placas Widmanstätten pre-existentes) cuando la temperatura de recalentamiento es inferior a la β -transus y ambas fases coexisten durante el enfriamiento a temperatura ambiente. Resulta interesante notar que la morfología de la fase α -HCP formada a partir de la fase β -Ti no depende de la temperatura a partir de la cual se inicia el enfriamiento, pero solo es afectada por la velocidad de enfriamiento, como se mencionó anteriormente.



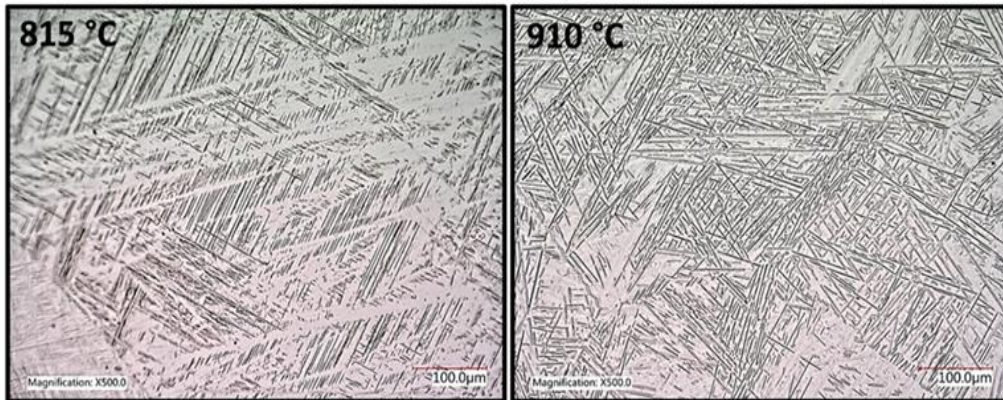
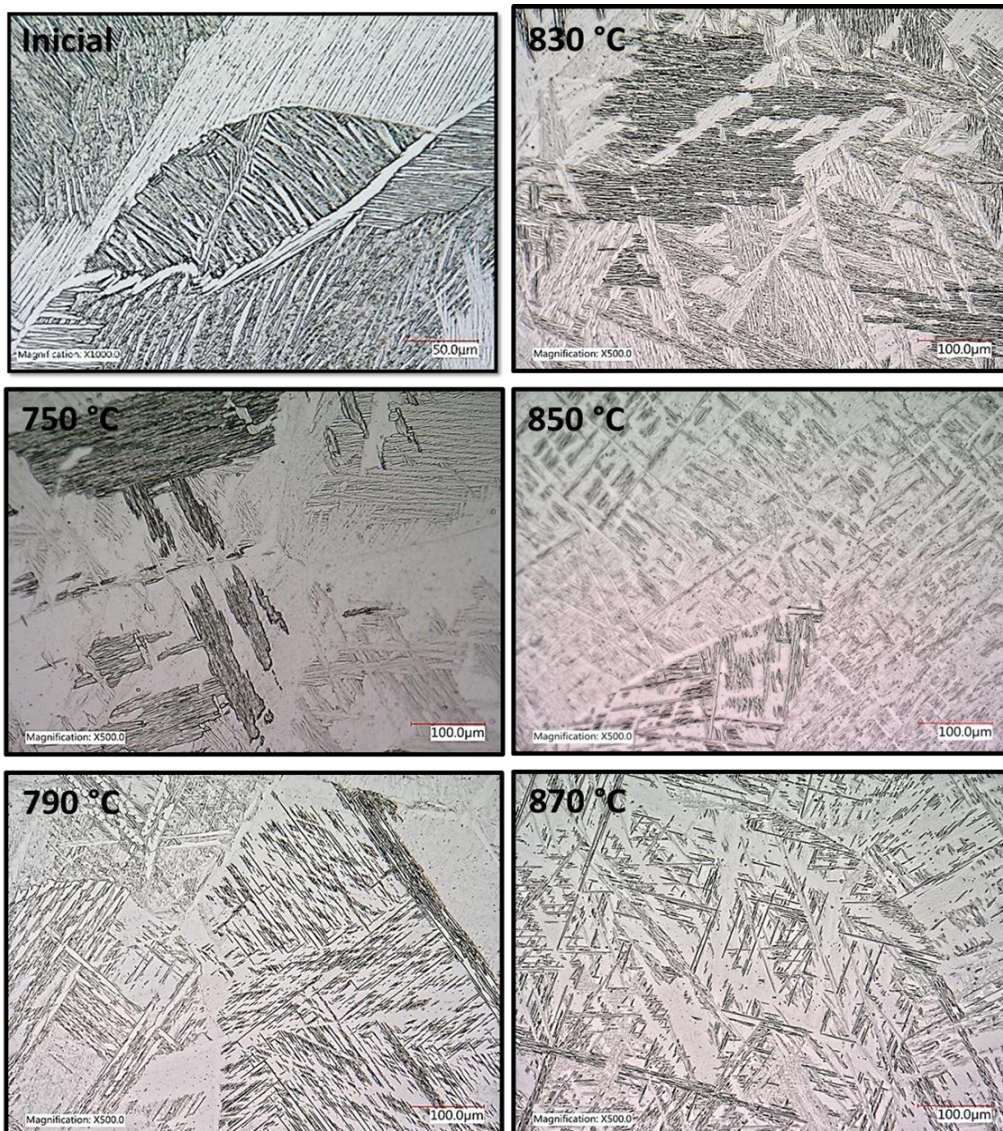


Figura 30. Efecto del calentamiento a 10 °C/minuto seguido por temple en agua desde las temperaturas indicadas sobre la microestructura de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de temple en agua.



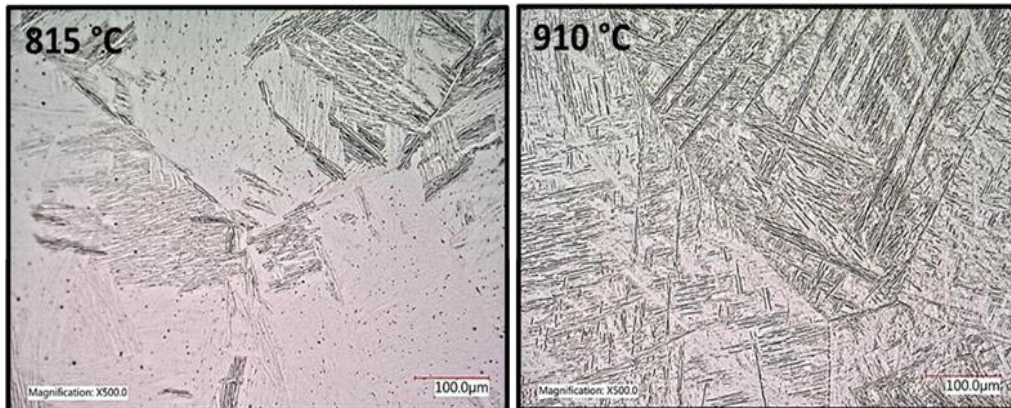


Figura 31. Efecto del temple desde las temperaturas indicadas sobre la microestructura de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de enfriamiento en el horno.

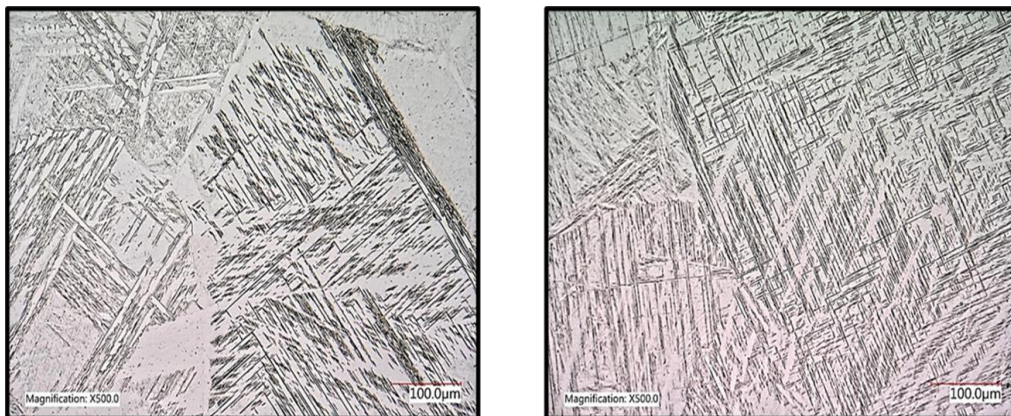
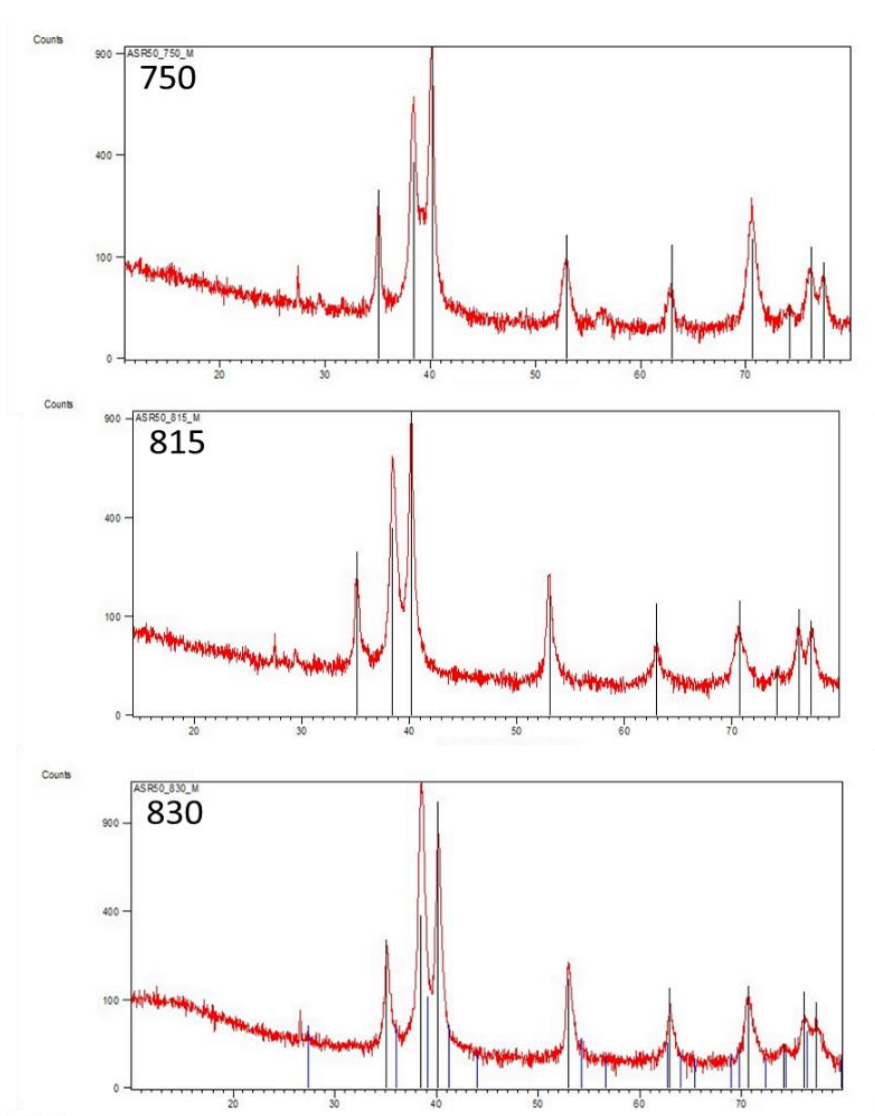


Figura 32. Deformación plástica de las placas de fase α -HCP causada por la formación de martensita α' -HCP formada como resultado del temple desde 790 °C. (a) Muestra enfriada lentamente después del tratamiento térmico de solución, (b) Muestra templada después del tratamiento térmico de solución.

6.3.1.C CARACTERIZACIÓN DE LA FASE β -BCC

Las Figuras 33 y 34 ilustran los patrones de difracción de rayos-X obtenidos en muestras templadas desde temperaturas entre 750 y 910 °C. Como se puede apreciar en la Figura 26, la cantidad de fase β presente a estas temperaturas varía desde 20% a 750 °C hasta aproximadamente 10% a 815 °C y finalmente 100% a temperaturas entre 830 y 910 °C.

Como se puede observar en la Figura 35, las reflexiones $(0002)_\alpha$ y $(111)_\beta$ aparecen a 38.421° y $38.37^\circ 2\theta$, respectivamente y, por lo tanto, pueden aparecer traslapados en los patrones de difracción experimentales. Sin embargo, la reflexión $(200)_\beta$ que aparece a $44.6^\circ 2\theta$ no se traslapa con ninguna reflexión de la fase α -HCP. Por lo tanto, esta última reflexión puede usarse como un indicador de la presencia de la fase β -BCC metaestable o estabilizada. Como se puede apreciar en las Figuras 33 y 34, en ninguno de los patrones experimentales aparece esta reflexión de la fase β . Por lo tanto, se puede concluir que esta fase, de estar presente en las microestructuras mostradas en las Figuras 30 y 31, la fracción en volumen deberá ser inferior a $\sim 5\%$, el límite de detección típico para una fase dada empleando la técnica de difracción de rayos-X.



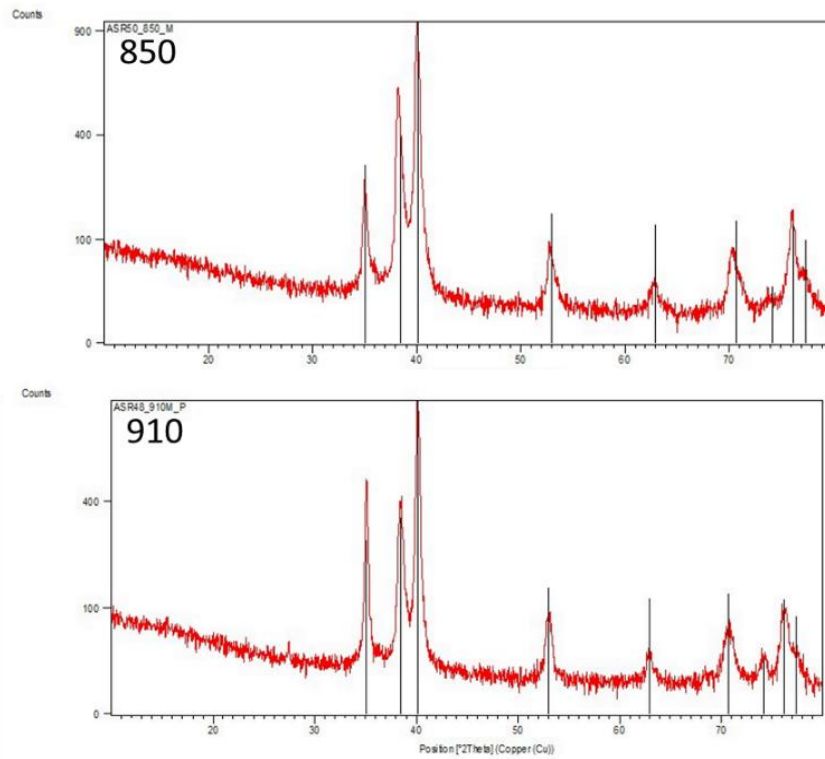
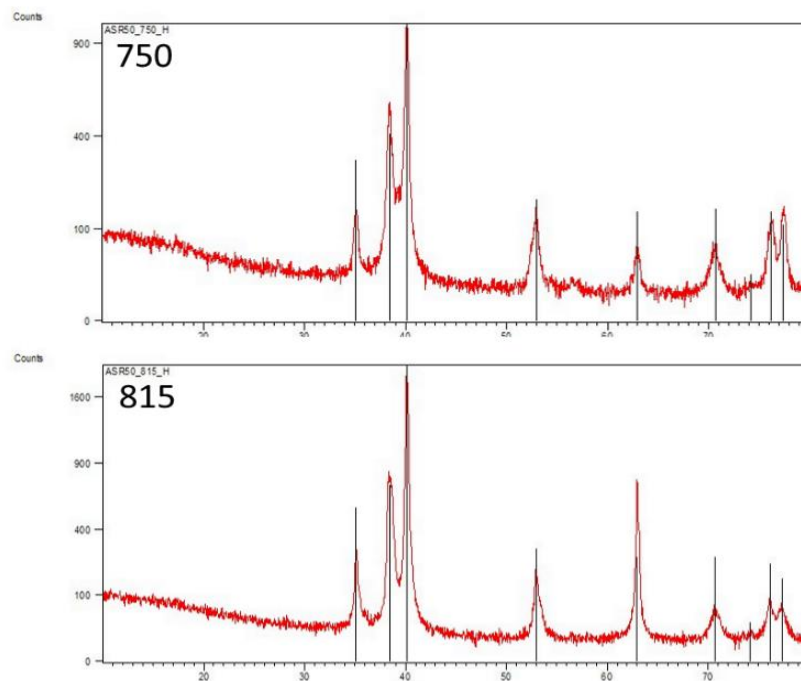


Figura 33. Efecto del temple desde las temperaturas indicadas sobre los patrones de rayos-X de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de temple en agua.



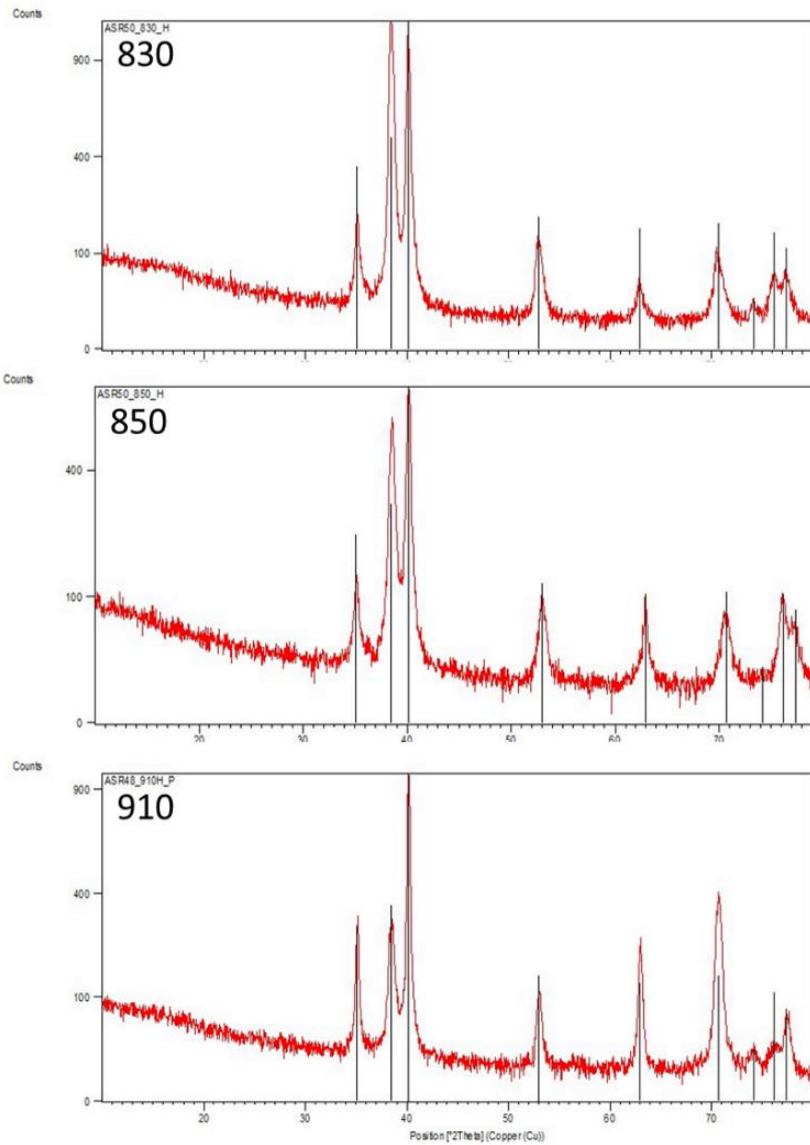
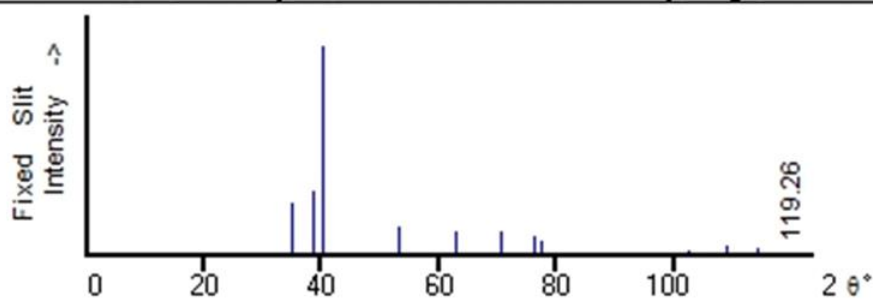


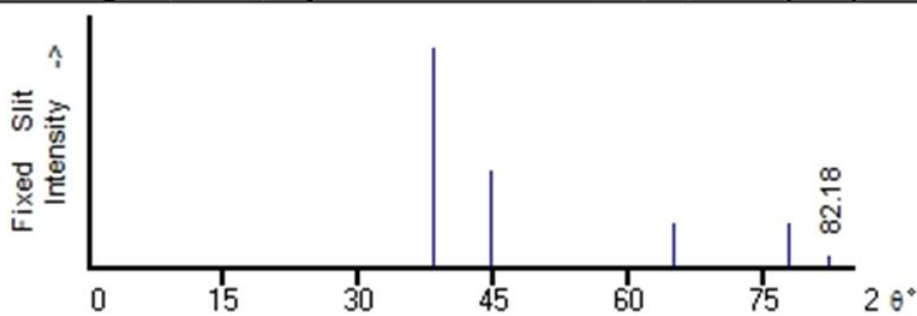
Figura 34. Efecto del temple desde las temperaturas indicadas sobre los patrones de rayos-X de muestras sometidas a un tratamiento térmico de solución durante 2 horas a 940 °C seguido de enfriamiento lento en el horno.

Ti
Titanium
Ref: Sailer, R., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, I



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
35.093	25	1	0	0	74.157	1	2	0	0	102.36	2	2	0	3
38.421	30	0	0	2	76.218	9	1	1	2	105.79	1	2	1	0
40.170	100	1	0	1	77.368	6	2	0	1	109.04	4	2	1	1
53.004	13	1	0	2	82.290	1	0	0	4	114.27	3	1	1	4
62.949	11	1	1	0	86.759	1	2	0	2	119.25	1	2	1	2
70.661	11	1	0	3	92.729	1	1	0	4					

Ti
Titanium
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++
Ref: Haglund, J et al., Phys. Rev. B: Condens. Matter, 48, 11685 (1993)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
38.370	999*	1	1	1	64.910	202	2	2	0	82.180	53	2	2	2
44.600	442	2	0	0	77.991	193	3	1	1					

Figura 35. Cartas ICSD correspondientes a los patrones de difracción de rayos-X de las fases α -HCP y β -BCC del titanio.

Con el objetivo de establecer la presencia de la fase β -BCC estabilizada o metaestable en las microestructuras de las Figuras 36 y 37, se utilizó la técnica de difracción de Kikuchi (TKD="Transmission Kikuchi Diffraction") en el MEB-CEC de alta resolución. Las Figuras 36 y 37 ilustran las imágenes de campo claro y los mapas de fase obtenidos en las muestras sometidas al tratamiento térmico de solución a 940 °C durante 2 horas seguidos por enfriamiento en el horno (Figura 36) o temple en agua (Figura 37) y recalentadas a 770 °C seguidas por temple en agua. De acuerdo con el diagrama de la Figura 26b, a 770 °C la microestructura de la aleación Ti-407 consiste de aproximadamente 70% fase α -HCP y 30% fase β -BCC. De acuerdo con el diagrama de fases de la Figura 26a, la concentración en fracción molar de V en la fase β -BCC a esa temperatura es aproximadamente 0.075. Por lo tanto, dicha fase debe transformar a martensita durante el enfriamiento rápido. Como se puede apreciar, en ambas micrografías pueden apreciarse placas de martensita. Sin embargo, también es posible observar ligamentos de fase β -BCC entre granos de fase α -HCP.

Finalmente, la Figura 38 ilustra una serie de imágenes HAADF ("High Angle Annular Dark Field") obtenidas en el microscopio electrónico de transmisión en modo STEM. El contraste en este tipo de imágenes se debe principalmente a diferencias en número atómico promedio. Por lo tanto, las regiones más brillantes en las imágenes corresponden a zonas de mayor número atómico ricas en V, como se puede apreciar al analizar los mapas de rayos-X característicos.

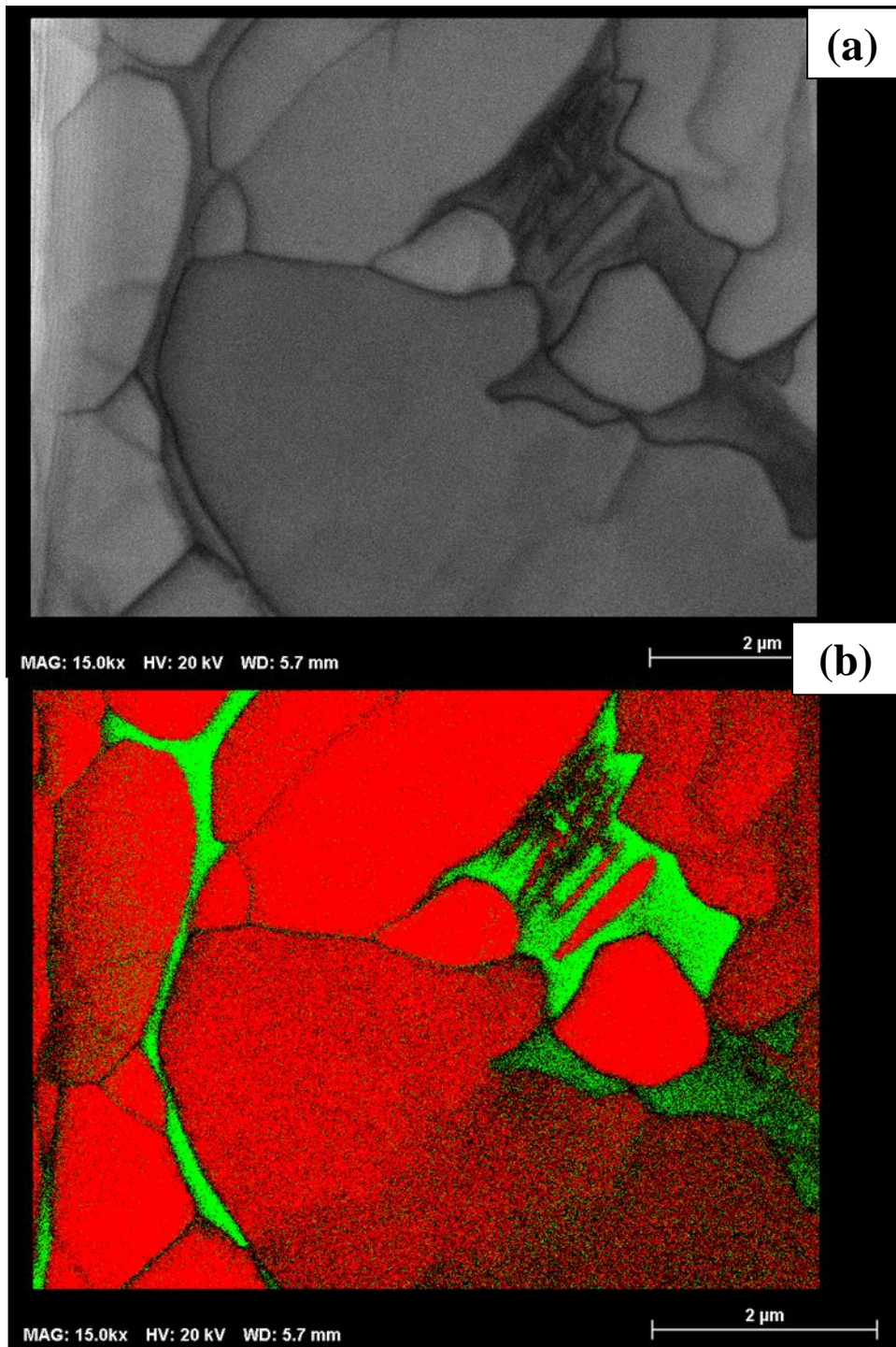


Figura 36. Imagen de campo claro y mapa de fases, color rojo α -HCP y verde β -BCC. Obtenido usando la técnica TKD a 20 kV en el MEB-CEC en una muestra sometida a tratamiento térmico de solución a 940 °C, 2 horas, seguida por enfriamiento en el horno y recalentamiento a 770 °C seguido por temple en agua.

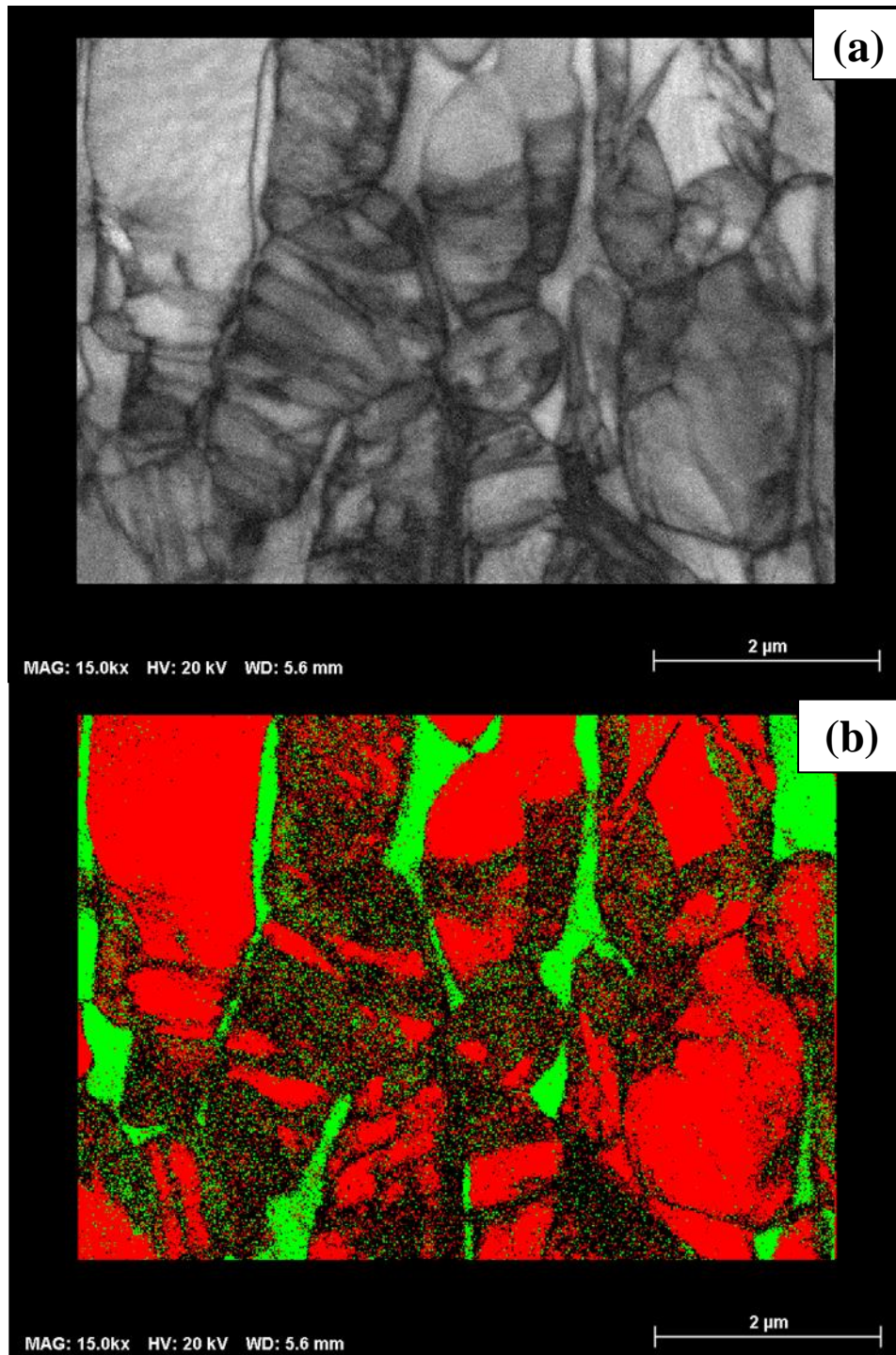


Figura 37. Imagen de campo claro y mapa de fases, color rojo α -HCP y verde β -BCC. Obtenido usando la técnica TKD a 20 kV en el MEB-CEC en una muestra sometida a tratamiento térmico de solución a 940 °C, 2 horas, seguida por temple en agua y recalentamiento a 770 °C seguido por temple en agua.

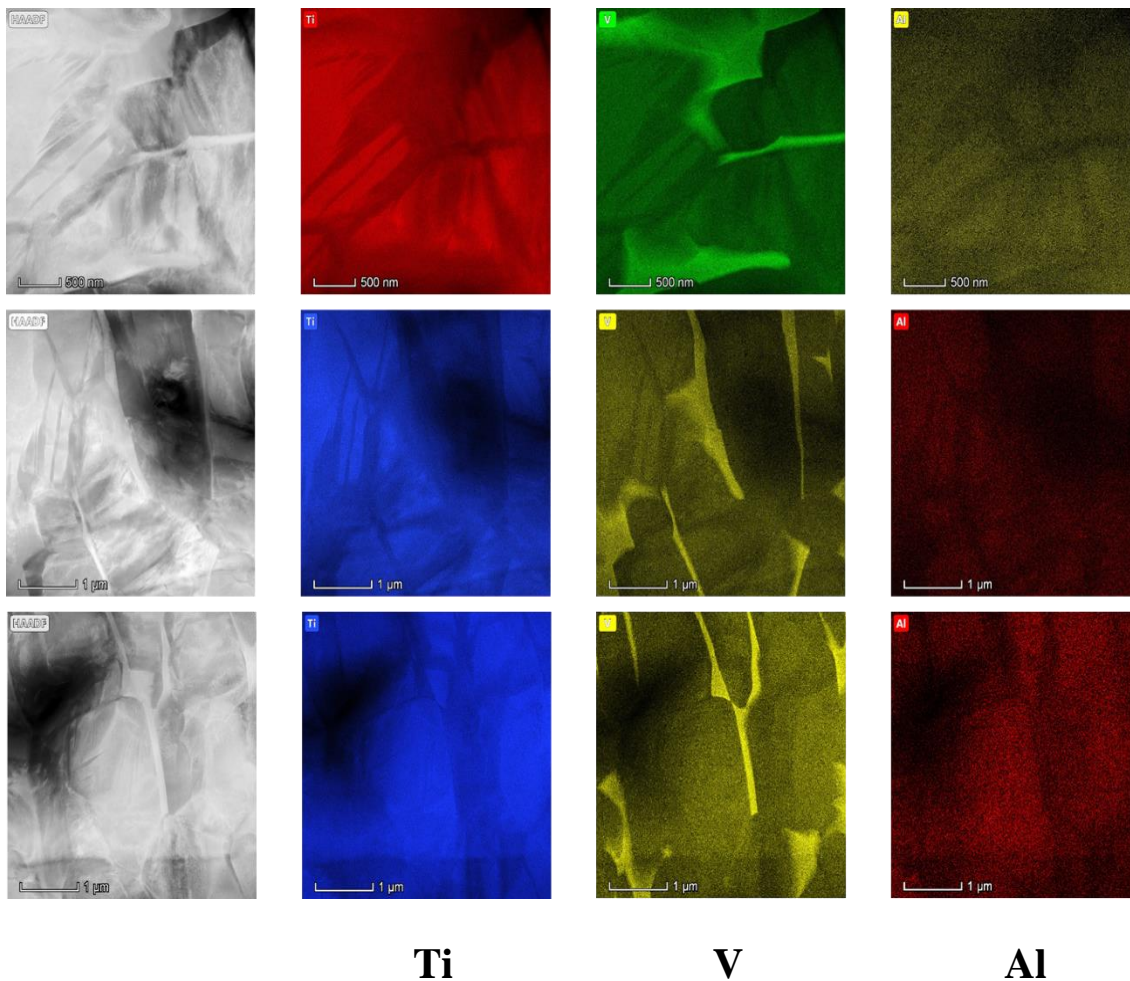


Figura 38. Imágenes HAADF (“High Angle Annular Dark Field”) y de rayos-X característicos (EDXS) obtenidas en TEM. Muestra sometida a tratamiento térmico de solución a 940 °C, 2 hrs, seguido por temple en agua y recalentamiento a 790 °C durante 15 minutos seguido de temple en agua.

6.3.1.D EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS APLICADOS EN EL DILATÓMETRO SOBRE LA MICRODUREZA.

La Figura 39 ilustra el efecto de la microestructura inicial (martensita vs placas Widmanstätten) la microdureza obtenida después de recalentamiento a temperaturas entre 750-910 °C seguido de temple en agua. Como se puede apreciar, la microdureza inicial causada por el temple desde 940 °C es mayor que la observada en las muestras enfriadas lentamente. Por otra parte, el efecto del recalentamiento sobre la microdureza obtenida después del temple en agua depende fuertemente de la microestructura inicial a temperaturas entre 750 y 830 °C. Como se puede observar en la Figura 39, en las muestras con microestructura inicial de placas Widmanstätten la microdureza se mantiene aproximadamente constante a temperaturas entre 750 y 815 °C. El recalentamiento a mayores temperaturas causa que la microdureza aumente progresivamente hasta alcanzar un máximo a aproximadamente 870 °C. A mayores temperaturas la microdureza disminuye. En contraste, la microdureza de las muestras con microestructura martensítica se mantiene constante únicamente entre 750 y 790 °C. El recalentamiento a mayores temperaturas causa una disminución rápida de la microdureza observándose un mínimo a 830 °C. A partir de esta temperatura, la microdureza se incrementa hasta un máximo cuando la temperatura de recalentamiento alcanza 890 °C. El incremento de la temperatura de recalentamiento a 910 °C causa una disminución en la microdureza observada después del temple en agua.

La disminución de la dureza de las muestras con microestructura inicial martensítica se debe a la transformación de esta fase a α -HCP durante el calentamiento. Por lo tanto, al alcanzar la temperatura entre 815 y 830 °C, cuando prácticamente la fracción de fase α -HCP es cero, la transformación a martensita debida al temple de la fase β -BCC produce microdureza similares a las observadas en las muestras con microestructura inicial de placas Widmanstätten. El incremento en la microdureza observado a partir de 830 °C hasta 870 y 890 °C se debe a la transformación martensítica de una microestructura totalmente β -BCC a la temperatura de recalentamiento. Finalmente, la disminución de la microdureza al incrementarse la temperatura de recalentamiento hasta 910 °C se puede deber al efecto del incremento en el tamaño de grano de la fase β -BCC a esa temperatura.

La gráfica presentada en la Figura 39, a pesar de su complejidad, muestra claramente una vez más que la temperatura β -transus para la aleación Ti-407 es 830 °C, al menos 40-50 °C menor que la reportada en la literatura abierta. Este resultado reviste una gran importancia tecnológica dado que las rutas de procesamiento por deformación y los tratamientos térmicos para esta aleación dependen de la microestructura deseada en los productos finales.

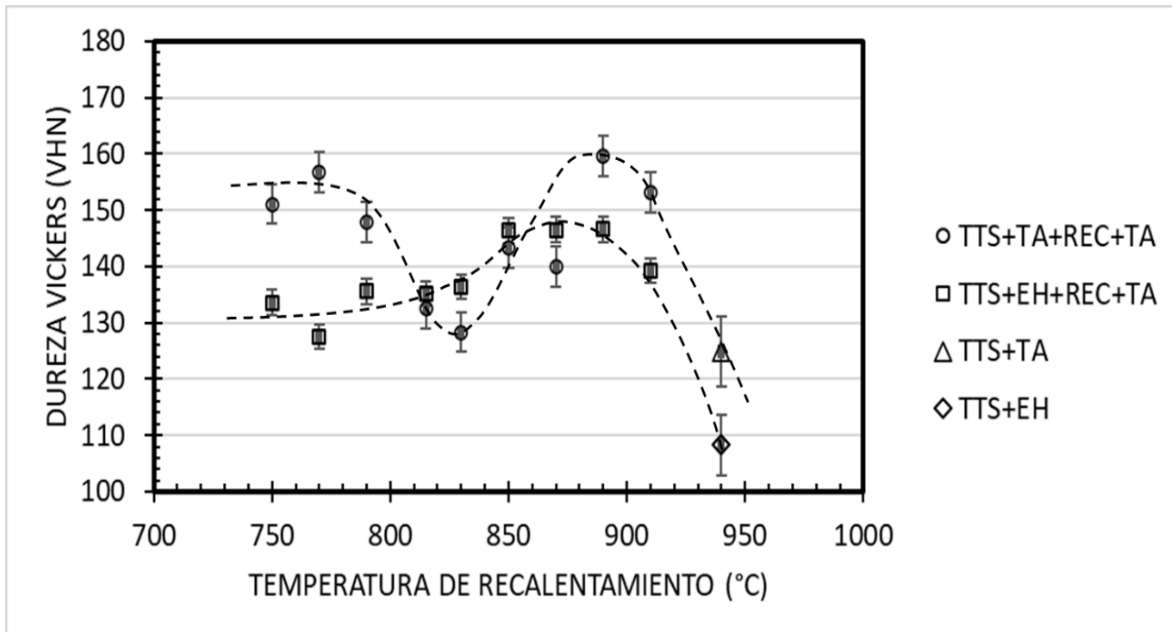


Figura 39. Efecto de la temperatura de recalentamiento sobre la microdureza obtenida después de recalentamiento a temperaturas entre 750-910 °C seguido de temple en agua. TTS=tratamiento térmico de solución a 940 °C (2 horas), TA= Temple en agua, EH=Enfriamiento en el horno, REC=Recalentamiento a temperatura indicada.

7. CONCLUSIONES

La fenomenología de la transformación $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ o α' se investigó en tres microestructuras distintas: a) $\alpha' + \beta$, b) α -Widmanstätten + $\alpha' + \beta$ y c) $\alpha + \beta$. Estas microestructuras se obtuvieron mediante el uso de medios de enfriamiento diferentes (temple en agua, enfriamiento al aire y enfriamiento lento en el horno).

El principal resultado de este trabajo de investigación es que la temperatura β -transus para la aleación Ti-407 es 830 °C y es independiente de la microestructura inicial del material. Sin embargo, se observó que la evolución de la microestructura durante el calentamiento es fuertemente dependiente de la microestructura inicial y afecta significativamente la microdureza del material al final de los tratamientos térmicos cuando la temperatura de recalentamiento es inferior a la β -transus.

El presente trabajo también demostró que es posible seguir la transformación anisotérmica $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$ en la aleación Ti-407 mediante experimentos de calentamiento continuo. En principio, la fenomenología observada de esta transformación puede describirse empleando el diagrama de fases binario Ti-V disponible en la literatura abierta. Los resultados obtenidos indican que el contenido de Al en este material no afecta significativamente las transformaciones de fases, al menos en la aleación Ti-407 con hasta 1% de Al.

BIBLIOGRAFÍA

- Avrami, M. (1939). Kinetics of phase change. I General theory. *The Journal of chemical physics*, 7 (12), 1103-1112.
- Banerjee, D., Williams, J.C. (2013). Perspectives on Titanium Science and Technology. *Acta Materialia*, 61, 844-879. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.043>.
- Banerjee, S., & Mukhopadhyay P. (2007). *Phase transformations*. Elsevier, 12.
- Boyer, R., Welsch, G. & Collings, E.W. (1994). *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*, ASM Intl, Matls Park, OH.
- Boyer, R.R., Briggs, R.D. (2005). The use of β titanium alloys in the aerospace industry. *J. of Materi Eng and Perform* 14,, 681–685. doi:<https://doi.org/10.1361/105994905X75448>
- Chen, F., Xu, G., Zhang, X. (2016). Exploring the Phase Transformation in β -Quenched Ti-55531 Alloy During Continuous Heating via Dilatometric Measurement, Microstructure Characterization, and Diffusion Analysis. *Metall Mater Trans*, 47, 5383–5394. doi:<https://doi.org/10.1007/s11661-016-3714-1>
- Donachie, M. (2000). *Titanium-A Technical Guide*. 2nd ed.; ASM International: Materials. OH, USA.
- Dredge, C., M'Saoubi, R., Thomas, B., Hatt, O., Thomas, M., & Jackson, M. (2021). A low-cost machinability approach to accelerate titanium alloy development. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 235(10), 1618–1632. doi:<https://doi.org/10.1177/0954405420937865>
- Fromm, E., & Hörz. G. (1980). Hydrogen, nitrogen, oxygen, and carbon in metals. *International Metals Reviews*, 25:1, 269-311. doi:10.1179/imtr.1980.25.1.269
- Hanada, S., & Izumi, O. (1987). Correlation of tensile properties, deformation modes, and phase stability in commercial β -phase titanium alloys. *Metallurgical Transactions A*, 18, 265–271.
- Il'in, A.A., Kollerov, M.Y., Zasytkin, V.V. (1986). Volume changes occurring in (α + β)-titanium alloys during polymorphic transformation. *Metal Science and Heat Treatment*, 28, 68–72. doi:<https://doi.org/10.1007/BF00735553>
- James, S., Kosaka, Y., Thomas, R., & Garrat, P. (2016). Timetal®407: A titanium alloy to enable cos reduction proceedings of the 13thWorld. 721-725.
- Kahveci, AI., Welsch GE. (1986). Effect of Oxygen on the Hardness and Alpha / Beta Phase Ratio of Ti-6Al-4V Alloy. *Scripta Metallurgica*, 20, 1287-1290. doi:[https://doi.org/10.1016/0036-9748\(86\)90050-5](https://doi.org/10.1016/0036-9748(86)90050-5).

- Kaufman, L., & Bernstein, H. (1970). Computer calculation of phase diagrams With special reference to refractory metals. United States: Academic Press Inc.
- Koul, M.K., & Breedis, J.F. . (1970). Phase transformations in beta isomorphous titanium alloys. *Acta Metallurgica*, 18, 579-588.
- Leyens, C., Peters, M. (2003). Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications. Weinheim, Germany.
- Lindwall, G., Wang, P., Kattner, U. R., & Campbell, C. E. (2018). The Effect of Oxygen on Phase Equilibria in the Ti-V System: Impacts on the AM Processing of Ti Alloys. *Impacts on the AM Processing of Ti Alloys*, 70(9), 1692–1705. doi:<https://doi.org/10.1007/s11837-018-3008-8>
- Liu, Z., Welsch, G. (1988). Effects of Oxygen and Heat Treatment on the Mechanical Properties of Alpha and Beta Titanium Alloys. *Metall Mater Trans A* 19, 527-542. doi:<https://doi.org/10.1007/BF02649267>
- Lütjering, G., Williams, J.C. (2007). High Temperature Alloys. (B. H. Springer, Ed.) doi:https://doi.org/10.1007/978-3-540-73036-1_6
- Menon, E., Chakravarty, J., Wadekar, S., & Banerjee, S. (1982). Stress induced martensitic transformation in Ti-20V. *Journal de Physique Colloques*, 43(C4), C4-321-C4-326.
- Mohapatra, G., Sommer, F., Mittemeijer, E.J. (2007). Calibration of a quenching and deformation differential dilatometer upon heating and cooling: Thermal expansion of Fe and Fe–Ni alloys. *Thermochimica Acta*, 453, 31-41. doi:<https://doi.org/10.1016/j.tca.2006.11.007>.
- Molokanov, V.V., Chernov, D.B. & Budberg, P.B. (1977). Solubility of vanadium in α titanium. *Met Sci Heat Treat* 19, 704–705. doi:<https://doi.org/10.1007/BF00673866>
- Singh, G., Fonseca, J. Q. D., & Preuss, M. (2020). Microstructure evolution and deformation texture during rolling of TIMETAL® 407. *Materialia*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100596>
- T. Gloriant, G. Texier, F. Sun, I. Thibon, F. Prima, J.L. (2008). Characterization of nanophase precipitation in a metastable β titanium-based alloy by electrical resistivity, dilatometry and neutron diffraction. *Scripta Materialia*, 58, 271-274.
- Tommy de Cock. (2009). Estudio y modelización de la recristalización estática de aceros ferríticos (tesis doctoral). Universidad Complutense de Madrid, Madrid.
- Venegas, H. A. (2017). Efecto de la microestructura en la cinética de austenizado durante el calentamiento continuo de un acero AISI 1080 (Tesis de maestría). Centro de investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional. Unidad Saltillo.

- Welsch GE, Western C. (1991). Hardness versus strength correlation for oxygen-strengthened Ti-6Al-4V alloy. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25, 1957-1962.
- Williams, J.C., Boyer, R.R. (2020). Opportunities and Issues in the Application of Titanium Alloys for Aerospace Components. *Metals* 10, no. 6: 705. . doi:<https://doi.org/10.3390/met10060705>
- YiHong Wang, Hongchao Kou, Hui Chang, ZhiShou Zhu, XiaoFan Su, Jinshan Li, Lian Zhou. (2009). Phase transformation in TC21 alloy during continuous heating. *Journal of Alloys and Compounds*, 472, 252-256.
- Z. Guo., S. Malinov., & W. Sha. (2005). Modelling beta transus temperature of titanium alloys using artificial neural network. *Computational Materials Science*, 32, 1-12.
- Zachary, K., Gopal, V., Matt, T., M.H. Lorreto., Hamish L. Fraser. (2020). A Comparative Study on the Substructure Evolution and Mechanical Properties of TIMETAL® 407 and Ti-64. (M. W. Conf., Ed.) 321(11045), 7. doi:10.1051/mateconf/202032111045