

CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

UNIDAD SALTILLO

"Aplicación de métodos de laboratorio para la determinación del efecto

de la fricción sobre las curvas de flujo a alta temperatura de Ti-407"

Tesis que presenta:

Ing. Lennyn Rodríguez Tovar

Para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias

En la especialidad de:

Ingeniería Metalúrgica

Director de Tesis:

Dr. Armando Salinas Rodríguez

Ramos Arizpe, Coahuila

Julio de 2024

AGRADECIMIENTOS

Primeramente, agradezco a Dios por haberme brindado salud y fortaleza a lo largo del proceso, los planes cambiaron, pero la meta continúo siendo la misma.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONAHCYT) por el apoyo económico brindado durante la maestría y a la Dirección del CINVESTAV Unidad Saltillo por el apoyo brindado para la realización de esta tesis.

Agradecimiento total a mi director de tesis, Dr. Armando Salinas Rodríguez por el gran apoyo recibido para la realización del presente proyecto y llevarla a cabo con éxito también por las enseñanzas inculcadas y sobre todo por la dedicación mostrada, gracias por enseñarme lo grandioso de la investigación.

Agradecimiento especial a mis padres, Carlos y Raquel, gracias infinitamente por apoyarme en mis decisiones y por apoyarme en todo momento para ser mejor cada día, mientras Dios me permita seguir viviendo, todo lo que haga en vida será dedicado para ustedes que sacrificaron y trabajaron día con día para que desde pequeño lograra mis sueños, a mis hermanos Juan Carlos y Ana Paola, gracias por siempre orientarme y aconsejarme, nuestra unión siempre ha sido un factor importante para que juntos superemos cualquier reto en esta vida, los amo.

A mi novia Brenda, gracias por apoyarme en todo momento, fuiste parte fundamental de mi motivación para no rendirme y a pesar de las adversidades salimos adelante, sin duda esto va dedicado con cariño para ti que estuviste en mis peores momentos y ahora mereces estar en los buenos, te amo. A mis grandes amigos, Ramsés, Marco, Salvador, Martín, Erick, Alan, Ricardo, Jorge, Antonio, Yessica y Juan Carlos que juntos formamos una familia donde siempre aprendimos a salir adelante y apoyarnos en todo momento.

Agradecimiento a los auxiliares de investigación que contribuyeron en el desarrollo de la presente investigación, en especial al Dr. Rogelio Deaquino Lara, por el apoyo brindado para llevar a cabo la experimentación, así como las enseñanzas y aportar su amplia experiencia en la presente investigación.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS	i
RESUMEN	xi
ABSTRACT	xii
1. INTRODUCCIÓN	1
2. OBJETIVOS	2
2.1 OBJETIVOS ESPECIFICOS	2
3. JUSTIFICACIÓN	3
4. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	4
4.1 ALEACIONES DE Ti	4
4.2 CLASIFICACIÓN DE ALEACIONES BASE TITANIO	4
4.3 ENSAYO DE COMPRESIÓN UNIAXIAL	9
4.3.1 ABARRILAMIENTO	12
4.4 FRICCIÓN	13
4.4.1 EFECTO DE LA FRICCIÓN	14
4.4.2 COEFICIENTE DE FRICCIÓN (μ)	15
4.5 CONDICIONES DE FRICCIÓN	16
4.5.1 FRICCIÓN ADHERENTE	16
4.5.2 FRICCIÓN DESLIZANTE	17
4.6 LUBRICACIÓN EN ALEACIONES DE TITANIO	18
4.6.1 LUBRICACIÓN BASE GRAFITO COLOIDAL	19
5. METODOLOGÍA	19
5.1 MUESTRA DE Ti-407	19
5.2 ANÁLISIS DE COMPOSICIÓN QUÍMICA POR ABSORCIÓN ATÓMICA	21
5.3 TRATAMIENTO TÉRMICO DE SOLUCIÓN	21
5.4 CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA INICIAL	23
5.5 DILATOMETRÍA	27
5.5.1 DEFINICIÓN DE TEMPERATURAS PARA ENSAYOS DE COMPRE	SIÓN
UNIAXIAL	29

	5.6 Sobr	EFECTO DEL CALENTAMIENTO A LAS TEMPERATURAS DE ENSAYOS E LA MICROESTRUCTURA		
	5.7	PROBETAS PARA ENSAYOS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL		
	5.8	ENSAYOS DE COMPRESIÓN		
	5.9	ANÁLISIS METALOGRÁFICO		
	5.10	ENSAYO DE MICRODUREZA VICKERS		
6.	RES	SULTADOS		
]	5.1 DE LA	EFECTO DE LA RELACIÓN DE ASPECTO (H/D) SOBRE LA GEOMETRÍA AS PROBETAS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL DEFORMADAS41		
]	6.2 Esfui Comp	EFECTO DE LA RELACIÓN DE ASPECTO (H/D) SOBRE LAS CURVAS ERZO-DEFORMACIÓN INGENIERILES DETERMINADAS EN PRESIÓN UNIAXIAL		
]	5.3 INGEN	OBTENCIÓN DE CURVAS DE FLUJO A PARTIR DE CURVAS S-e NIERILES DETERMINADAS EN COMPRESIÓN UNIAXIAL61		
	6.3.	1 CORRECCIÓN ELÁSTICA		
6.3.2 APLICACIÓN DEL MÉTODO GRAFICO PARA OBTENER LAS CUI DE FLUJO σ - ε A PARTIR DE CURVAS <i>S</i> - e_p				
	6.3.3	3 EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE σ _{máximo} Υ σ _{estado estacionario} 82		
	6.3.4 DE 1	4 EFECTO DE LA RELACIÓN DE ASPECTO SOBRE LA UNIFORMIDAD LA MICROESTRUCTURA DE DEFORMACIÓN86		
7.	CON	NCLUSIONES		

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Influencia de los elementos aleantes en los diagramas de fase de aleaciones de Ti (Levens C., Peters M., 2003).
Figura 2. Diagrama de procesamiento por laminación de la aleación Ti-407 (Singh G. et al., 2020).
Figura 3. Micrografías de Ti-407 en condición de rolado a) 50 b) 75% a 650 °C, c) 50 d) 75% a 820 °C (aparición de maclas en incisos a y b) (Singh G. et al., 2020)
Figura 4. Deformación heterogénea dando lugar a la formación de bandas de corte y
abarrilamiento en probetas de compresión uniaxial10
Figura 5. Diagrama esquemático de una máquina de compresión (Nazir A., Jeng J.Y., 2019).
Figura 6. Representación esquemática de un espécimen en forma de barril resultado de la restricción de desplazamiento (Bhaduri Amit 2018)
Figura 7. Efecto de la fricción sobre la Curva de Fluio de Pb a temperatura ambiente
determinada en compresión uniaxial a) sin lubricante, b) con lubricante
Figura 8. Colina de fricción de la distribución de la presión para condiciones de fricción
deslizante v adherente (Bhaduri Amit., 2018)
Figura 9. Dimensiones de muestra de Ti-407
Figura 10. Muestras de Ti-407 cortadas en secciones rectangulares
Figura 11. Equipo para tratamiento térmico de solución
Figura 12. Muestras de Ti-407 posterior a tratamiento térmico de solución
Figura 13. Dimensiones de muestra de Ti-407 posterior a maquinado23
Figura 14. Micrografías de Ti-407 tomadas en MO tratadas térmicamente a 940 °C durante
2hr a) Enfriada en agua b) Enfriada al aire c) Enfriada en horno25
Figura 15. Micrografías de Ti-407 tomadas en MEB a 940 °C durante de 2hrs a) Enfriada en
agua b) Enfriada al aire c) Enfriada en horno26
Figura 16. Obtención de temperatura β-transus durante el calentamiento28
Figura 17. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la fase α29
Figura 18. Efecto del calentamiento y mantenimiento durante 15 minutos a la temperatura de
ensayo de compresión uniaxial sobre la microestructura formada como resultado del temple
en agua: (a) TTS a 940 °C, 2horas, temple en agua, (b) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C
Figura 19. Efecto del calentamiento y mantenimiento durante 15 minutos a la temperatura de
ensayo de compresión uniaxial sobre la microestructura formada como resultado del
enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente: (a) TTS a 940 °C, 2horas, temple en agua,
(b) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C
Figura 20. Efecto del calentamiento y mantenimiento durante 15 minutos a la temperatura de
ensayo de compresión uniaxial sobre la microestructura formada como resultado del

enfriamiento en el horno hasta temperatura ambiente: (a) TTS a 940 °C, 2horas, enfriamiento
en el horno, (b) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C
Figura 21. Diseño esquemático de distribución de relaciones de aspecto (H/D) en barras
previo a maquinado y corte por erosión
Figura 22. Probetas maquinadas y cortadas a varias relaciones de aspecto para ensayos de
compresión uniaxial
Figura 23. Sistema universal electromecánico de ensayos mecánicos MTS-QTEST/100 para
ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura
Figura 24. Sistema universal electromecánico de ensayos mecánicos MTS-QTEST/100 para
ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura
Figura 25. Equipo Zwick/Roell modelo ZHvµ para microdureza Vickers
Figura 26. Fenómeno de doblado ("foldover" en inglés) que ocurre durante el ensayo de
compresión uniaxial debido a los efectos de la fricción entre el material y los yunques. Notar
como los puntos materiales t, q y s en la figura superior son transferidos de la superficie libre
de la probeta hacia la interfase yunque-material. En la figura inferior este fenómeno no
ocurre, por ejemplo, cuando la interfase está bien lubricada41
Figura 27. Efecto de la relación de aspecto sobre la geometría de las probetas de compresión
uniaxial deformadas a una deformación verdadera de 0.6
Figura 28. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de
probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=0.3. Aleación Ti-407 con
microestructura inicial M1 consistente de α' -HCP (martensita)+ β -BCC metaestable
deformadas a e=-0.6: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C44
Figura 29. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de
probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=0.3 deformadas a e=-0.6. Aleación
Ti-407 con microestructura inicial M2 consistente de α' -HCP (martensita)+ α -HCP
(Widmansttäten)+β-BCC metaestable (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C45
Figura 30. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de
probetas de compresión de probetas con una relación de aspecto H/D=0.3 deformadas a e=-
0.6. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 consistente de α -HCP
(Widmansttäten)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C46
Figura 31. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de
probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=1.75. Aleación Ti-407 con
microestructura inicial M1 consistente de α' -HCP (martensita)+ β -BCC metaestable
deformadas a e=-0.6: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C48
Figura 32. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de
probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=1.75. Aleación Ti-407 con
microestructura inicial M1 consistente de α' -HCP (martensita)+ β -BCC metaestable
deformadas a e=-0.6: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C49
Figura 33. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de
probetas de compresión de probetas con una relación de aspecto H/D=1.75 deformadas a e=-

0.6. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 consistente de α -HCP (Widmansttäten)+β-BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C......51 Figura 34. Efecto de la temperatura de deformación y la relación de aspecto de las probetas de ensayo sobre las curvas esfuerzo-deformación ingenieril de flujo de la aleación Ti-407 con microestructura inicial M1: α'-HCP (martensita)+β-BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, Figura 35. Efecto de la temperatura de deformación y la relación de aspecto de las probetas de ensayo sobre las curvas de flujo de la aleación Ti-407 con microestructura inicial M2: α' -HCP (martensita)+ α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b) 790 °C, 807 Figura 36. Efecto de la temperatura de deformación y la relación de aspecto de las probetas de ensayo sobre las curvas de flujo de la aleación Ti-407 con microestructura inicial M3: α -HCP (Widmansttäten)+β-BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C...... 60 Figura 37. Regiones de flujo observadas en las curvas esfuerzo-deformación ingenieril....61 Figura 38. Efecto de la temperatura sobre el módulo de Young de la aleación Ti-6Al-4V Figura 39. Gráficas S-e y S-e_p para el caso de la curva esfuerzo-deformación ingenieril obtenida en una probeta de compresión uniaxial con microestructura inicial M1 $\alpha' + \beta_{metaestable}$, relación de aspecto H/D=0.3 y ensayada a 760 °C.....63 Figura 40. Efecto de la relación de aspecto (H/D), sobre las gráficas σ -e_p para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 $\alpha' + \beta_{\text{metaestable}}$, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 Figura 41. Efecto de la relación de aspecto (H/D), sobre las gráficas σ -e_p para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M2 $\alpha' + \alpha + \beta_{metaestable}$, deformada en compresión uniaxial: (a) Figura 42. Efecto de la relación de aspecto (H/D), sobre las gráficas σ-e_p para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 α + β _{metaestable}, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.71 Figura 43. Efecto de la relación de aspecto (H_0/D_0) sobre σ para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 σ' + β metaestable, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, Figura 44. Efecto de la relación de aspecto (H_0/D_0) sobre σ para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M2 $\alpha' + \alpha + \beta$ metaestable, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 Figura 45. Efecto de la relación de aspecto (H_o/D_o) sobre σ para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 α + β metaestable, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C,

Figura 46. Efecto de la microestructura inicial sobre las curvas de flujo plástico de la aleación
Ti-407 deformada en compresión uniaxial a varias temperaturas: (a) $\alpha' + \beta_{metaestable}$, (b)
$\alpha' + \alpha + \beta_{\text{metaestable}}$, (c) $\alpha + \beta_{\text{metaestable}}$,
Figura 47. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado
en compresión uniaxial a 760 °C80
Figura 48. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado
en compresión uniaxial a 790 °C80
Figura 49. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado
en compresión uniaxial a 807 °C81
Figura 50. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado
en compresión uniaxial a 850 °C81
Figura 51. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre los
esfuerzos máximos observados en probetas de compresión con relaciones de aspecto
$H_o/D_o=1.75 \text{ y} H_o/D_o=0.3$: (a) M1: $\alpha'+\beta$ -metaestable, (b) M2: $\alpha+\beta$ -metaestable, (c): M3: $\alpha+\beta-\beta$ -metaestable, (c): M3: $\alpha+\beta-\beta-\beta$ -metaestable, (c): M3: $\alpha+\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-\beta-$
metaestable
Figura 52. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre los
esfuerzos de flujo en estado estacionario observados en probetas de compresión con
relaciones de aspecto $H_o/D_o=1.75$ y $H_o/D_o=0.3$: (a) M1: $\alpha'+\beta$ -metaestable, (b) M2: $\alpha+\beta$ -
metaestable, (c): M3: α + β -metaestable
Figura 53. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre la
diferencia, en porcentaje, entre los esfuerzos de flujo máximos observados para probetas con
relación de aspecto 1.75 (baja fricción) y 0.3 (alta fricción)
Figura 54. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre la
diferencia, en porcentaje, entre los esfuerzos de flujo en estado estacionario máximos
observados para probetas con relación de aspecto 1.75 (baja fricción) y 0.3 (alta fricción).
Figura 55. Diagrama de fases Ti-V
Figura 56. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro
de probeta) correspondientes a temple en agua (760 °C)
Figura 57. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro
de probeta) correspondientes a temple en agua (790 °C)
Figura 58. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro
de probeta) correspondientes a temple en agua (807 °C)
Figura 59. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro
de probeta) correspondientes a temple en agua (850 °C).
Figura 60. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada
(regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a
temple en agua (/60 °C)94

Figura 61. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a Figura 62. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a Figura 63. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a temple en agua (850 °C)......96 Figura 64. Microestructuras de la aleación Ti407 sometida a: (a) un tratamiento térmico de solución durante 2 horas seguido por temple en agua, (b) calentada a las temperaturas indicadas en las etiquetas y templadas en agua, y (c) deformadas en compresión uniaxial a una deformación ingenieril de -0.6 y enfriada al aire. Las probetas de compresión tenían una relación de aspecto de 1.75 y la microestructura corresponde a la región de deformación intensa en el centro de la probeta......97 Figura 65. Microestructuras de la aleación Ti407 sometida a: (a) un tratamiento térmico de solución durante 2 horas seguido de enfriamiento lento en el horno, (b) calentada a las temperaturas indicadas en las etiquetas y templadas en agua y (c) deformadas en compresión uniaxial a una deformación ingenieril de -0.6 y enfriada al aire. Las probetas de compresión tenían una relación de aspecto de 1.75 y la microestructura corresponde a la región de Figura 66. Patrones de difracción de rayos-X de la aleación Ti-407 con microestructura inicial tipo M1 (α 'HCP+ β -BCC metaestable) sometida a un calentamiento a diferentes temperaturas durante 15 minutos seguido por temple en agua. Notar que, con excepción del patrón correspondiente a 790 °C, únicamente se pueden observar picos correspondientes a la fase α-HCP del titanio. El pico que aparece a $\sim 39^{\circ}2\theta$ en la muestra calentada a 790 °C corresponde al óxido de Ti, el cual no fue removido completamente de la superficie de la muestra durante su preparación para obtener el patrón de rayos-X. Los picos $(0002)\alpha$ y $(111)\beta$ se traslapan y, mediante está técnica no es posible confirmar la presencia de fase β-Ti en estas Figura 67. Patrones de difracción de rayos-X de la aleación Ti-407 con microestructura inicial tipo M3 (α' HCP+ α -HCP+ β -BCC metaestable) sometida a un calentamiento a diferentes temperaturas durante 15 minutos seguido por temple en agua. Notar que únicamente se pueden observar picos correspondientes a la fase α -HCP del titanio. Los picos (0002) α y $(111)\beta$ se traslapan y, mediante está técnica no es posible confirmar la presencia de fase β -Ti Figura 68. Mapas de fases obtenidos mediante microscopía de imágenes de orientación (OIM) usando difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD) en el MEB para las muestras con microestructuras M1 y M3. 101

Figura 69. Efecto del recalentamiento de las microestructuras M1 y M3 a T<T_{β -transus} (770 y 830 °C) y a T>T_{β -transus} (910 °C) a seguido por temple en agua sobre la distribución de fases.

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química (% peso) de la aleación Ti-407 (S. James et al., 2016)5
Tabla 2. Comparación de composición química de Ti-407 con Ti64 y Ti 3-2.5 (S. James et
al., 2016)7
Tabla 3. Propiedades físicas del grafito coloidal (Industries Huron, 2018)
Tabla 4. Composición Química de Ti-407 obtenida por espectrometría por absorción atómica
(% peso)
Tabla 5. Temperaturas y Composición de α/β seleccionadas para ensayos de compresión
uniaxial
Tabla 6. Relaciones de aspecto definidas para ensayos de compresión uniaxial
Tabla 7. Diseño experimental para definición de ensayos de compresión uniaxial35
Tabla 8. Descripción de reactivo para ataque químico a muestras de Ti-407
Tabla 9. Microestructura Inicial: $\alpha' + \beta_{metaestable}$ (obtenida mediante temple en agua desde 940
°C)
Tabla 10. Microestructura Inicial: $\alpha' + \alpha + \beta_{metaestable}$ (obtenida mediante enfriamiento al aire
desde 940 °C)
Tabla 11. Microestructura Inicial: $\alpha + \beta_{metaestable}$ (obtenida mediante enfriamiento en el horno
desde 940 °C)

RESUMEN

El uso de la aleación Ti-407 en la industria aeroespacial requiere un control estricto de las variables de operación durante el procesamiento por deformación, comúnmente forja, debido a los exigentes estándares de calidad que deben cumplirse en dicha industria. La fricción juega un papel muy importante durante el procesamiento ya que afecta las cargas necesarias para la deformación, la uniformidad de la temperatura durante el procesamiento y el acabado superficial de las piezas fabricadas.

En la presente investigación, se estudió el efecto de la fricción sobre las curvas de flujo de la aleación Ti-407 obtenidas durante ensayos de compresión uniaxial a altas temperaturas. Las condiciones de fricción durante los ensayos fueron modificadas en ensayos lubricados con grafito coloidal mediante el uso de probetas cilíndricas con diferentes relaciones de aspecto (altura/diámetro): 0.3, 0.6, 1.1 y 1.75. Adicionalmente, las temperaturas de los ensayos fueron variadas de tal forma que se pudo evaluar el efecto de la microestructura (cantidades relativas de las fases α -HCP y β -BCC) sobre el efecto de la fricción en las curvas de flujo. Los ensayos se llevaron a cabo a 760°C (75% α -HCP y 25% β -BCC), 790°C (50% α -HCP y 50% β -BCC), 807°C (25% α -HCP y 75% β -BCC) y 850°C (100% β -BCC). Adicionalmente, se evaluó el efecto de la microestructura inicial producida por un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas seguido de a) temple en agua, b) enfriamiento al aire y c) enfriamiento lento en el horno.

Los resultados obtenidos demostraron que la microestructura inicial no tiene un efecto importante sobre las curvas de flujo. En general, las muestras con microestructura inicial martensítica (α' -HCP+ β -BCC retenida) exhibieron esfuerzos de flujo mayores que las muestras con microestructura inicial consistente de una mezcla de placas Widmansttäten de fase α -HCP, agujas de martensita (α' -HCP) y fase β -BCC estabilizada debido al enriquecimiento en V (microestructura formada durante el enfriamiento al aire); y que las muestras con microestructura consistente de placas Widmansttäten de fase α -HCP y fase β -BCC estabilizada debido al enriquecimiento en V (microestructura formada durante el enfriamiento al aire); y fase β -BCC estabilizada debido al enriquecimiento en V (microestructura formada durante el enfriamiento al aire); y fase β -BCC estabilizada debido al enriquecimiento en V (microestructura formada durante el enfriamiento en el horno).

ABSTRACT

The use of the Ti-407 alloy in the aerospace industry requires strict control of the operating variables during the deformation process, commonly forging, due to the demanding quality standards that must be met in said industry. Friction plays a very important role during processing as it affects the loads required for deformation, temperature uniformity during processing, and the surface finish of manufactured parts.

In the present investigation, the effect of friction on the flow curves of the Ti-407 alloy obtained during uniaxial compression tests at high temperatures was studied. The friction conditions during the tests were modified in tests lubricated with colloidal graphite using cylindrical specimens with different aspect ratios (height/diameter): 0.3, 0.6, 1.1 and 1.75. Furthermore, the test temperatures were varied in such a way that the effect of the microstructure (relative amounts of the α -HCP and β -BCC phases) on the effect of friction on the flow curves could be evaluated. Tests were carried out at 760°C (75% α -HCP and 25% β -BCC), 790°C (50% α -HCP and 50% β -BCC), 807°C (25% α -HCP and 75% β -BCC) and 850°C (100% β -BCC). Furthermore, the effect of the initial microstructure produced by a solution heat treatment at 940 °C for two hours followed by a) cooling in water, b) cooling in air and c) slow cooling in the furnace was evaluated.

The results obtained demonstrated that the initial microstructure does not have a significant effect on the flow curves. In general, samples with martensitic initial microstructure (retained α' -HCP + β -BCC) exhibited higher flow stresses than samples with an initial microstructure consisting of a mixture of Widmansttäten plates in α -HCP phase, martensite needles (α' -HCP) and β -BCC phase stabilized due to V-enrichment (microstructure formed during air cooling); and that samples with microstructure consisting of Widmansttäten plates of α -HCP phase and β -BCC phase were stabilized due to V-enrichment (microstructure formed during slow cooling in the furnace).

1. INTRODUCCIÓN

El Ti es un elemento poco abundante en la corteza terrestre en comparación con otros elementos como Al, Si, Mg o Fe etc., ocupando el lugar número nueve, la extracción del Ti es costosa pero sus propiedades mecánicas lo convierten en un excelente material para formar aleaciones con propiedades atractivas para aplicaciones industriales, quirúrgicas, etc. Las aleaciones base titanio han sido estudiadas con la finalidad de aprovechar al máximo sus propiedades mecánicas, térmicas y de corrosión.

El procesamiento por forja ha sido el más apropiado para la fabricación de componentes aeroespaciales a partir de la aleación Ti-407. En el presente trabajo se presentan los resultados de una investigación llevada a cabo para evaluar los efectos de la fricción y la distribución de fases a la temperatura de deformación sobre las curvas de flujo en compresión uniaxial. Esta investigación se llevó a cabo empleando tres diferentes microestructuras iniciales obtenidas variando la velocidad de enfriamiento después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas. La fricción es fundamental para el conformado mecánico cuando se trabaja a altas temperaturas ya que afecta tanto las cargas requeridas para el proceso como la uniformidad de la deformación, la distribución de temperatura en la pieza de trabajo y el acabado superficial del componente siendo fabricado.

2. OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar los efectos de la microestructura inicial, la distribución de fases a la temperatura de deformación y las condiciones de fricción durante ensayos de compresión uniaxial sobre las curvas de flujo de la aleación Ti-407

2.1 OBJETIVOS ESPECIFICOS

• Estimar la efectividad del grafito coloidal como lubricante en el proceso de forja a alta temperatura de la aleación Ti-407.

• Determinar el efecto de la fricción sobre la curva de flujo en compresión axisimétrica de la aleación Ti-407 a diferentes deformaciones y temperaturas (proporciones de fase α -HCP y β -BCC) durante el procesamiento por forja.

• Establecer las condiciones necesarias para corregir por efectos de fricción las curvas de flujo determinadas experimentalmente en los ensayos de laboratorio.

3. JUSTIFICACIÓN

El desarrollo de materiales para la industria aeroespacial busca mejorar las condiciones de operación, principalmente de los componentes en funcionamiento. Debido a esto, han surgido diversas aleaciones donde elementos como el Ni, Ti o Al aleados con otros elementos como el V, Si, Mn, Fe, dan lugar a aleaciones con propiedades ventajosas para aplicaciones en este sector. Una de estas aleaciones es la Ti-407, la cual exhibe una buena tenacidad a la fractura, alta resistencia a la termofluencia a altas temperaturas y soldabilidad superior a otras aleaciones, para aplicaciones similares en turbinas, motores y propulsores. El procesamiento por forja ha sido el más apropiado para la fabricación de componentes aeroespaciales con esta aleación, aunque uno de los principales problemas que se han generado en la fabricación de estos es debido a la fricción. Los efectos de la fricción juegan un papel muy importante en los procesos de conformado ya que pueden acentuar problemas de agrietamiento y fractura, aumentan las fuerzas y esfuerzos de conformado. El estudio de la fricción se puede realizar mediante un ensayo de compresión que simula un proceso de forja abierta empleando probetas con diferentes relaciones de aspecto y principalmente modificando parámetros como magnitud de deformación, velocidad de deformación y temperatura con la aplicación un lubricante como grafito coloidal, el cual se emplea en procesos industriales para forja. Mediante este procedimiento se podrá estudiar y analizar los efectos de la fricción sobre la aleación Ti-407 y obtener las condiciones adecuadas para un procesamiento apropiado.

4. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA4.1 ALEACIONES DE Ti

Las aleaciones base titanio exhiben una buena resistencia mecánica a altas temperaturas. La mayoría de estás aleaciones son empleadas en el sector aeroespacial debido a que también presentan una buena resistencia a la corrosión y a la oxidación a altas temperaturas. La resistencia y la velocidad de oxidación en estas aleaciones depende de la microestructura y la composición química (Dutta, J. Manna I., 2015) (Mouritz, A., 2012).

4.2 CLASIFICACIÓN DE ALEACIONES BASE TITANIO

Las aleaciones base titanio están clasificadas como α , β y α + β , además existe una subdivisión incluyendo aleaciones casi- α y β -metaestable. Los elementos estabilizadores de la fase α extienden el campo de la fase α a altas temperaturas mientras que los elementos estabilizadores de la fase β desplazan el campo de estabilidad de la fase β a menores temperaturas. Los elementos estabilizadores de la fase β producen diagramas de fases β -isomorfo y β -eutectoide los cuales se muestran en la Figura 1, donde también se representan esquemáticamente los efectos de los elementos estabilizadores en la fase α , así como los elementos neutros. Los elementos que producen diagramas de fase β -isomorfos tales como Mo, V y Ta son los más importantes debido a que exhiben una mayor solubilidad en el titanio. Los elementos que producen diagramas β -eutectoides como el Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si e H causan la formación de compuestos intermetálicos. El Sn y Zr son elementos considerados neutros debido a que no exhiben una influencia sobre de los límites de fases α/β (Leyens C, Peters M., 2003).



Figura 1. Influencia de los elementos aleantes en los diagramas de fase de aleaciones de Ti (Leyens C., Peters M., 2003).

La aleación Ti-407 ha sido desarrollada para aplicaciones aeroespaciales debido a su excelente combinación de resistencia a la corrosión, estabilidad a altas temperaturas, alto modulo elástico y tenacidad a la fractura. Estas propiedades justifican el costo de la aleación. Es una aleación de dos fases (α/β) en donde la fase α , la cual tiene una estructura cristalina hexagonal compacta (HCP), se forma durante el enfriamiento a partir de la fase β que tiene una estructura cristalina cubica centrada en el cuerpo (BCC) (S. James et al., 2016). La composición química nominal de la aleación Ti-407 está dada en la Tabla 1.

Ti	Al	V	0	Si	Fe
Bal.	0.85	3.90	0.15	0.25	0.25

Tabla 1. Composición química (% peso) de la aleación Ti-407 (S. James et al., 2016).

Las aleaciones de titanio como la Ti-6Al-4V son más maleables e inclusive algunas de ellas pueden ser procesadas en frío tal como la Ti-3Al-2.5V. El punto de partida para el desarrollo de la aleación Ti-407 se dio mediante investigaciones donde se demostraron las relaciones entre la química de la aleación y la capacidad de laminación en frío de aleaciones en los sistemas Ti-V- (Al, Sn). Además, se demostró que una aleación de Ti-1Al-4V (wt%) tenía un UTS de 600 MPa y un 25% de elongación hasta la fractura, lo que se tomó como punto de partida para el desarrollo (Leyens C, Peters M., 2003).

También se reportó que la maquinabilidad en las aleaciones de titanio se correlaciona con la UTS de la aleación y sobre todo con el contenido de Al (Dredge C., et al., 2020). Por ello, se esperaba que la aleación con 1% de aluminio con una resistencia media presentará una maquinabilidad significativamente mejor que la aleación Ti64. Por lo tanto, a partir de ese punto de partida se desarrolló la aleación Ti-407 para obtener una solución viable y, sobre todo, económica para el procesamiento mecánico de la aleación. La Tabla 2 muestra una comparación de la composición de la aleación Ti-407 en comparación con otras aleaciones base titanio convencionales como la Ti64 y Ti 3-2.5V, así como sus propiedades físicas como densidad y principalmente la temperatura β -transus (Leyens C, Peters M., 2003).

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

Tabla 2. Comparación de composición química de Ti-407 con Ti64 y Ti 3-2.5 (S. James et al., 2016).

Actualmente la aleación Ti-407 se produce mediante una fusión por medio de haz de electrones (EBSM) en un horno de solera abierta el cual consiste en crear un lingote que es típicamente procesado mediante una combinación de los procesos de forjado β y forjado α - β . El forjado β proporciona una excelente combinación de ductilidad, dureza y resistencia (Kuhlman, G.W., 1984). Por último, se puede llevar a cabo algún tratamiento térmico para poder mejorar las propiedades mecánicas utilizando diferentes medios de enfriamiento (Davey W. et al., 2020). La Figura 2 muestra un ejemplo del procesamiento de bloques de la aleación Ti-407. Como se puede apreciar el procesamiento involucra un tratamiento térmico de solución β , dos etapas de laminación en caliente a 650°C con reducciones de espesor totales de 50 y 75%, respectivamente, y dos etapas de recocido de banda caliente a 825°C durante 8 horas. El enfriamiento posterior al recocido se lleva a cabo típicamente a 1°C/min (enfriamiento al aire).



Figura 2. Diagrama de procesamiento por laminación de la aleación Ti-407 (Singh G. et al., 2020).

El tratamiento térmico de recocido se realizó a 820 °C con una velocidad de enfriamiento de 1°C/min para cada reducción en espesor (50 y 75%) (Singh G. et al., 2020). La Figura 3 muestra las microestructuras resultantes del tratamiento térmico de recocido a 820 °C con una velocidad de enfriamiento de 1°C/min para una reducción del 50 y 75% en donde estas condiciones evidencian α -secundaria muy fina formada durante el enfriamiento a partir de la temperatura de 820 °C, (ver Figura 3c y 3d). La aparición de α -secundaria no se exhibe en la aleación cuando se lamino a 650 °C (ver Figura 3a y 3b), sin embargo, existe la presencia de maclas que exhiben una morfología lenticular en la microestructura (Singh G. et al., 2020).



Figura 3. Micrografías de Ti-407 en condición de rolado a) 50 b) 75% a 650 °C, c) 50 d) 75% a 820 °C (aparición de maclas en incisos a y b) (Singh G. et al., 2020).

4.3 ENSAYO DE COMPRESIÓN UNIAXIAL

El ensayo de compresión uniaxial es un método que se utiliza para determinar la curva de flujo de un material. Además, el ensayo de compresión es una manera de cuantificar los efectos de la fricción sobre las curvas de flujo mediante una serie de experimentos empleando condiciones de deformación fijas (magnitud de la deformación, velocidad de deformación y temperatura) y variando la relación de aspecto (altura/diámetro, a/h, para muestras cilíndricas) entre valores mayores y menores a 1. La Ec. 1 representa la presión promedio, la cual es fundamental en ensayos de compresión uniaxial en cilindros la cual demuestra que cuanto menor sea la relación de aspecto (H/D) de la probeta, se requerirá de presiones más elevadas, en cambio el coeficiente de fricción (μ) se determina empleando probetas con distinta relación de aspecto (H/D) (George E. Dieter, 1988).

$$\overline{P} = \frac{\sigma_0}{2} \left(\frac{h}{\mu a}\right)^2 \left[e^{\frac{2\mu a}{h}} - \frac{2\mu a}{h} - 1\right]$$
(1)

Donde:

 $\overline{\mathbf{P}}$ = Presión promedio

- σ_o = Resistencia a la cedencia del material en estado de recocido
- μ = Coeficiente de fricción
- a = Diámetro de la muestra

h = Altura de la muestra

El problema que se presenta con este tipo de ensayos es que la heterogeneidad de la deformación causada por la fricción da lugar a la formación de bandas de corte y abarrilamiento de las probetas, como se ilustra en la Figura 4. Estos efectos no pueden ser eliminados totalmente aún y cuando se utilice un lubricante apropiado.





La velocidad de deformación, temperatura, relación de aspecto (H/D), deformación y lubricación son parámetros que se pueden correlacionar con la evolución microestructural durante el ensayo para proporcionar una mejor idea de la ruta de procesamiento posible para

la aleación dada, las limitaciones del herramental, la forma deseada del producto y sobre todo la microestructura deseada. La Figura 5 representa esquemáticamente los componentes que conforman un equipo de compresión uniaxial.



Figura 5. Diagrama esquemático de una máquina de compresión (Nazir A., Jeng J.Y., 2019).

El ensayo se puede realizar a velocidad de deformación constante o a velocidad de cabezal constante, Sin embargo, dado que el esfuerzo de flujo depende de la velocidad de deformación, particularmente a alta temperatura, es más conveniente realizar los ensayos a velocidad de deformación constante como se puede apreciar en la ecuación 2 (George E. Dieter, 1988), donde ε es la velocidad de deformación, υ es la velocidad de movimiento del cabezal y L es la longitud instantánea de la muestra. La velocidad de deformación (ε) no es constante durante un ensayo de compresión uniaxial a velocidad de cabezal constante.

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{\boldsymbol{\upsilon}}{L} \tag{2}$$

La velocidad de deformación aumenta al disminuir la altura de la probeta durante el ensayo, sin embargo, para los rangos de deformación empleados en la presente investigación, la variación de la velocidad de deformación es pequeña y puede considerarse aproximadamente constante.

4.3.1 ABARRILAMIENTO

El abarrilamiento es un fenómeno que ocurre por la expansión lateral en ambos extremos en un espécimen el cual se opone a las fuerzas de fricción desarrolladas en el área de contacto entre el espécimen y el herramental de compresión. El material en la mitad de la longitud del espécimen puede fluir hacia afuera lo que conduce a la expansión lateral de la parte central de la muestra.

Esta condición, conocida como restricción final trata de retener ambos extremos de un espécimen de compresión cerca de sus dimensiones iniciales mientras la parte central se expande dando como resultado un perfil de espécimen abombado, tal como se muestra en la Figura 6 (Bhaduri A., 2018).



Figura 6. Representación esquemática de un espécimen en forma de barril resultado de la restricción de desplazamiento (Bhaduri Amit., 2018).

La manera de evitar la formación del abarrilamiento es mediante:

- Uso de muestra con una relación altura/diámetro alta. Es recomendable utilizar una relación altura/diámetro entre 1.5 y 2 pero no mayor a 3 para evitar que la muestra se doble durante el ensayo.
- 2. Aplicación de un lubricante apropiado. La fricción en las superficies de contacto entre la muestra y el herramental se puede disminuir aplicando lubricante en ambos extremos de la muestra con la implementación de herramentales con buen acabado superficial.
- 3. Modificar la geometría del herramental y de los extremos de la muestra de forma cónica. Dar la forma al herramental y los extremos de la muestra introduce una fuerza hacia afuera que equilibrará las fuerzas de fricción hacia adentro si la superficie de contacto tiene forma cónica de tal manera que se forme un ángulo igual al ángulo de ficción con el eje longitudinal de la probeta (Bhaduri A., 2018).

4.4 FRICCIÓN

La fricción es un fenómeno que resulta del contacto entre las superficies de dos materiales en movimiento relativo. Las superficies reales no son lisas a nivel microscópico y exhiben valles y crestas (asperezas) de tamaños grandes comparados a con las dimensiones atómicas. El contacto entre estas superficies reales da lugar a la fricción.

Adicionalmente, se debe considerar que las superficies reales generalmente no están limpias y están contaminadas con películas de gases, agua, óxidos o moléculas especiales (lubricantes). Cuando las fuerzas de contacto son pequeñas (por ejemplo, una flecha rotando sobre un balero) los materiales en contacto no se deforman plásticamente y las condiciones de fricción son de tipo deslizante. Sin embargo, a medida que la fuerza de contacto aumenta, los materiales en contacto pueden deformarse plásticamente incrementando el área de contacto. Bajo estas condiciones puede ocurrir soldadura "en frío" local y las condiciones de fricción son de tipo adherente (Mutiu F. E., 2016)

4.4.1 EFECTO DE LA FRICCIÓN

Los efectos de la fricción juegan un papel muy importante en los procesos de deformación ya que aumentan las fuerzas y los esfuerzos de conformado, acentúan problemas de agrietamiento y fractura, determinan el acabado superficial de la pieza de trabajo, y determinan el desgaste del herramental. Cuando las fuerzas de contacto son pequeñas los materiales en contacto no se deforman plásticamente lo que nos da condiciones de fricción deslizante. Sin embargo, a medida que la fuerza de contacto aumenta los materiales en contacto pueden deformarse plásticamente incrementando el área de contacto por lo que las condiciones de fricción se vuelven adherentes.



Figura 7. Efecto de la fricción sobre la Curva de Flujo de Pb a temperatura ambiente determinada en compresión uniaxial a) sin lubricante, b) con lubricante.

La Figura 7 ilustra el efecto de la fricción sobre las curvas de presión promedio vs. deformación verdadera para un material que exhibe recristalización dinámica durante la deformación en caliente. Como se puede apreciar, si las curvas no son corregidas por el efecto de la fricción, y a altas velocidades de deformación por los efectos de calentamiento adiabático, el proceso de recristalización dinámica puede ser totalmente oscurecido por la fricción.

4.4.2 COEFICIENTE DE FRICCIÓN (μ)

El coeficiente de fricción (μ) resultante del contacto entre dos materiales en contacto y movimiento relativo depende del esfuerzo de corte en la interfase ya sea que ésta se encuentre con o sin lubricación. El coeficiente de fricción dependerá entonces también de que tan duro sea el material es decir si el material es muy duro el coeficiente de fricción será menor por lo que en materiales duros las asperezas se desgastaran menos porque la fricción tiene un efecto menor. El coeficiente de fricción depende de la presión que se esté aplicando, depende de la pieza de trabajo, así como de la dureza de esta y de la resistencia al corte de la interfase formada entre el herramental y la pieza de trabajo.

$$\mu = \frac{\tau}{P} \tag{3}$$

Donde:

 μ = Coeficiente de fricción

F = Esfuerzo de corte (Esfuerzo normal)

P = Presión

4.5 CONDICIONES DE FRICCIÓN4.5.1 FRICCIÓN ADHERENTE

La fricción adherente se presenta cuando el deslizamiento relativo entre el herramental y la pieza de trabajo es limitado, por ejemplo, cuando las condiciones de deformación en la interfase den lugar a la generación de uniones soldadas durante la deformación en caliente. El coeficiente de fricción máximo posible en estas condiciones esta dado por la resistencia al corte del material en las capas que están en la interfase entre el herramental y el material, y tiene un valor máximo de 0.577 de acuerdo con la ley de Amonton. La fricción adherente resulta en una distribución de presión lineal, es decir la variación de la presión a lo largo del diámetro de un cilindro en el ensayo de compresión genera una colina de fricción con lados rectos, de acuerdo con la Ec. 4, la cual demuestra que la distribución de la presión normal y la tensión longitudinal es simétrica con respecto a la línea central (ubicación del plano neutro) (ver Figura 8.)

$$P = \sigma_0 \left[1 + \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{(a-r)}{h} \right] \tag{4}$$

Donde:

P = Presión

 σ_o = Resistencia a la cedencia del material

r = Posición radial

- a = Radio (externo)
- h = altura



Figura 8. Colina de fricción de la distribución de la presión para condiciones de fricción deslizante y adherente (Bhaduri Amit., 2018).

4.5.2 FRICCIÓN DESLIZANTE

Cuando se tienen condiciones de fricción deslizante, la rugosidad del herramental no se une con las asperezas de la pieza de trabajo, lo cual da lugar a la fricción deslizante. La diferencia entre fricción deslizante y fricción adherente es que la primera depende del coeficiente de fricción (μ) mismo que depende del tipo de lubricante que se emplee. De acuerdo con la Ec. 5, la fricción deslizante da lugar a un aumento exponencial de la presión a lo largo del diámetro de un cilindro, es decir, la presión es igual al esfuerzo de flujo en el material cercano a la superficie y aumenta de manera exponencial hacia el centro de la probeta. Este efecto genera una colina de fricción con lados exponenciales.

$$P = \sigma_0 exp\left(2\mu \frac{a}{h}\left(1-\frac{r}{a}\right)\right)$$
(5)

Donde:

P = Presión

 σ_o = Resistencia a la cedencia

- μ = Coeficiente de fricción
- a/h = Relación altura/diámetro instantáneo

r/a = Posición radial

4.6 LUBRICACIÓN EN ALEACIONES DE TITANIO

La lubricación es importante en los procesos de forjado en caliente debido a que es clave para la calidad y la productividad, aunque dependerá de la selección del lubricante y el tipo de aplicación. La aplicación de lubricantes en los procesos de forjado reduce la carga de deformación, controla el acabo superficial además de proveer aislamiento térmico entre la pieza de trabajo y el herramental (Kumar U., 2014). La lubricación en aleaciones de titanio comúnmente emplea disulfuro de molibdeno (MoS₂), lubricación hidrodinámica (HDL) de base grafito o una mezcla de los dos, y silicato de boro. Algunos investigadores (Berry J.T. et al., 2019) encontraron que una mezcla de grafito en aceite comercial y MoS₂ es particularmente eficaz para la forja isotérmica.

Por otra parte, otros investigadores (Sabroff A.M., 1958) analizaron que los lubricantes en aleaciones de Ti son moderadamente efectivos debido a la capa de oxido que se forma con el oxígeno, es decir pueden ser útiles cuando la superficie de contacto no es tan grande de lo contrario se debe aplicar una película o un lubricante más eficaz como un metal (generalmente cobre) (Sabroff A.M., 1958) (Seitzman L.E., 1994).

De igual manera, jabón puede actuar como un buen lubricante generalmente para operaciones con mayor carga, así como también grafito en una resina de goma el cual proporciona un mejor acabado (Sabroff A.M. 1960).

4.6.1 LUBRICACIÓN BASE GRAFITO COLOIDAL

El grafito es una forma alotrópica cristalina del carbono el cual es considerado el grado más alto de carbón justo por encima de la antracita llamado alternativamente meta-antracita. Este lubricante, debido a la geometría, el tamaño de partículas y el grado de pureza, resulta particularmente útil para aplicaciones de forja en caliente (Chadha B.R., 2007) (Mabery C.F., 1913).

El grafito coloidal es un excelente lubricante para procesos de conformado en caliente, específicamente forja, debido a las propiedades fisicoquímicas que presenta a altas temperaturas (Industries Huron, 2018).

Propiedades físicas del Grafito Coloidal			
Temperatura de servicio continuo	204°C		
Coeficiente de fricción	0.19		
Tamaño de partícula	5 μm		

Tabla 3. Propiedades físicas del grafito coloidal (Industries Huron, 2018).

5. METODOLOGÍA

5.1 MUESTRA DE Ti-407

La muestra de la aleación Ti-407 empleada en la presente investigación se ilustra en la Figura 9 con dimensiones de 29 cm de largo por 7.1 cm de espesor, misma que fue cortada en nueve secciones rectangulares, las cuales fueron destinadas para tres tratamientos térmicos de solución (descritos en el apartado 4.3). Las dimensiones de las barras cortadas fueron de 12.7 cm de largo por 2.2 cm de ancho (ver Figura 10). El corte de las barras se realizó mediante oxicorte debido al espesor de la muestra, el cual es un método empleado usualmente para espesores de esta magnitud, mismo que se empleó para facilitar la obtención de las nueve secciones de la aleación.



Figura 9. Dimensiones de muestra de Ti-407.



Figura 10. Muestras de Ti-407 cortadas en secciones rectangulares.

5.2 ANÁLISIS DE COMPOSICIÓN QUÍMICA POR ABSORCIÓN ATÓMICA

El análisis de composición química de la aleación se llevó a cabo mediante la técnica de espectrometría por absorción atómica. La Tabla 4 muestra el resultado de la composición química obtenida por el presente método, resultando evidente la similitud de la composición química obtenida con la generalmente reportada en la literatura (ver Tabla 1).

Tabla 4. Composición Química de Ti-407 obtenida por espectrometría por absorción atómica (% peso).

Ti	Al	V	Fe	Si	Mg
94.98	0.836	3.72	0.254	0.201	0.005

5.3 TRATAMIENTO TÉRMICO DE SOLUCIÓN

El tratamiento térmico de solución inicial se realizó con la finalidad de obtener las tres microestructuras iniciales para la presente investigación. La Figura 11 ilustra el equipo empleado para realizar tratamiento térmico. Se empleó nitrógeno de ultra alta pureza como atmosfera inerte para evitar la oxidación durante el calentamiento de las muestras, el cual fue inyectado por la parte trasera de la mufla.

Después, se introdujeron ladrillos refractarios dentro de la mufla con la finalidad de colocar las nueve barras de la aleación y así manipularlas adecuadamente durante el tratamiento térmico.



Figura 11. Equipo para tratamiento térmico de solución.

El tratamiento térmico consistió en un calentamiento a 6°C/minuto hasta la temperatura de 940 °C. Las muestras fueron tratadas durante dos horas a esta temperatura. Tres barras fueron retiradas de la mufla para ser templadas en agua, tres se colocaron en el exterior para enfriarlas al aire y, por último, se apagó el horno dejando las últimas tres barras dentro del mismo para obtener la tercera microestructura (ver Figura 12).



Figura 12. Muestras de Ti-407 posterior a tratamiento térmico de solución.

Posteriormente, las muestras fueron maquinadas para obtener una geometría cilíndrica con diámetro de 14 mm requerido para los ensayos de compresión uniaxial (ver Figura 13).

5.4 CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA INICIAL

Después de haber concluido el tratamiento térmico de solución, se realizó la preparación metalográfica y posteriormente las microestructuras fueron analizadas mediante microscopía de luz reflejada y microscopía electrónica de barrido. Las Figuras 14 y 15 ilustran el efecto de la velocidad de enfriamiento después del tratamiento térmico de solución a 940 °C sobre la microestructura a temperatura ambiente de la aleación Ti-407.



Figura 13. Dimensiones de muestra de Ti-407 posterior a maquinado.
Como se puede apreciar en las Figuras 14a y 15a, la muestra enfriada en agua exhibe una microestructura formada mayoritariamente por martensita (α ') la cual resulta del enfriamiento rápido con morfología de agujas delgadas e interfases relativamente rectas. En las imágenes de la Figura 15 se puede apreciar claramente el contraste más claro de las interfases entre agujas o placas debido a la mayor concentración de soluto (principalmente V) en estas regiones. En el caso de la Figura 15a, estas regiones son denominadas ligamentos de β metaestable retenida entre agujas de martensita. La muestra enfriada al aire (Figuras 14b y 15b) exhibe una microestructura α + β metaestable retenida, así como también un poco de martensita (α '). La muestra enfriada en el horno (Figuras 14c y 15c) exhibe una microestructura α + β resultado del enfriamiento lento.

Es importante resaltar que, aunque la fase β se puede observar en las tres microestructuras, su origen y su contenido de vanadio son diferentes. En la muestra enfriada en agua, la fase β de alta temperatura es retenida como resultado del temple y su contenido de vanadio deberá ser de aproximadamente 4%.

En contraste, en la muestra enfriada en el horno, la fase β presente se forma durante el enfriamiento lento en el rango $\alpha+\beta$ y, por lo tanto, se enriquece en vanadio hasta que se estabiliza a aproximadamente 12% de V a temperaturas en el rango 600-700 °C. La cantidad de fase β y su contenido de V en la muestra enfriada al aire deberán ser intermedias entre las muestras templadas y enfriadas dentro del horno.



Figura 14. Micrografías de Ti-407 tomadas en MO tratadas térmicamente a 940 °C durante 2hr a) Enfriada en agua b) Enfriada al aire c) Enfriada en horno.



Figura 15. Micrografías de Ti-407 tomadas en MEB a 940 °C durante de 2hrs a) Enfriada en agua b) Enfriada al aire c) Enfriada en horno.

5.5 DILATOMETRÍA

Los experimentos de dilatometría se llevaron a cabo con la finalidad de conocer el efecto de la microestructura inicial sobre la temperatura a la cual termina la transformación $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ durante el calentamiento. Aquí es importante señalar que la microestructura inicial de las muestras consiste en las fases α y β metaestable. Como se mencionó anteriormente, la inestabilidad de la fase- β tiene dos orígenes 1) térmica en la muestra templada en agua y 2) química en la muestra enfriada lentamente en el horno. Por lo tanto, durante el calentamiento esta fase sufre transformaciones previas a la β -transus. Uno de los objetivos de este trabajo es identificar dichas transformaciones mediante dilatometría.

Como se puede apreciar en la Figura 16, independientemente de la microestructura inicial, las curvas dilatométricas exhiben dos regiones principales donde la rapidez de cambio de longitud con el aumento de la temperatura varia significativamente (Regiones I y III). Intermedia a estas dos regiones hay una región donde la magnitud del cambio de longitud con el incremento de la temperatura disminuye ligeramente (Región II). La región I corresponde al periodo que se requiere para que la muestra alcance la velocidad de calentamiento programada y, por lo tanto, que se establezca la velocidad de expansión natural del material, la cual debe ser constante. Como se ve en la Figura 16, esta región se extiende hasta aproximadamente 400 °C.

La región II se extiende desde 400 °C hasta aproximadamente 769 °C, temperatura a la cual se inicia la región III, la región de mayor rapidez de la transformación $\alpha \rightarrow \beta$. Aparentemente, de estas gráficas, la β -transus puede estimarse entre 815 y 820 °C, la región de rápido incremento de dL/dt puede asociarse con la transición final de la microestructura (α + β) a β .



Figura 16. Obtención de temperatura β-transus durante el calentamiento.

5.5.1 DEFINICIÓN DE TEMPERATURAS PARA ENSAYOS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL

La Figura 17 ilustra el efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la fase α en la aleación Ti-407, suponiendo una composición nominal de 4% de V y contenido de Al de 1%. Esta grafica fue obtenida a partir del diagrama de fases Ti-V. Como se puede apreciar, la β -transus es aproximadamente 820 °C, temperatura muy similar a la observada por dilatometría. En la Figura 17 se han indicado las temperaturas seleccionadas para realizar los ensayos de compresión, las cuales también están listadas en la Tabla 5 donde se muestran los contenidos relativos de fases α y β en la microestructura.



Figura 17. Efecto de la temperatura sobre la fracción en volumen de la fase α.

Tabla 5. Temperaturas y Composición de α/β seleccionadas para ensayos de compresión uniaxial.

Temperatura (°C)	% de α	% de β
760	75	25
790	50	50
807	25	75
850	0	100

5.6 EFECTO DEL CALENTAMIENTO A LAS TEMPERATURAS DE ENSAYOS SOBRE LA MICROESTRUCTURA

Con el objetivo de estimar las microestructuras presentes al inicio del ensayo de compresión uniaxial, una serie de muestras con microestructura inicial 100% α' se calentaron hasta las temperaturas de ensayo, se mantuvieron a dichas temperaturas durante 15 minutos y finalmente fueron templadas en agua a temperatura ambiente. Las microestructuras resultantes se ilustran en la Figura 18.

Como se puede apreciar, las microestructuras en las Figuras 18a y 18e son muy similares, consistiendo fundamentalmente de martensita α' . En contraste, las microestructuras de las Figuras 18b-d exhiben una cierta cantidad de placas Widmanstätten de fase α intragranular y aliotromorfos intergranulares con placas laterales Widmanstätten y agujas de fase martensita α' . Estas observaciones indican que a 807, 790 y 760 °C se exhiben una cierta cantidad de placas a temperatura en ambas fases α -HCP y fase β -BCC. Cuando el material es templado a temperatura ambiente la fase β presente se transforma a martensita. Independientemente de la microestructuras de muestras enfriadas al aire y en el horno después de un calentamiento a las temperaturas de los ensayos de compresión.

Como se puede apreciar en las Figuras 18, 19 y 20, la morfología de la fase α -HCP trasformada a partir de la fase β -BCC no depende de la temperatura a partir de la cual se enfría la aleación y solo depende de la velocidad de enfriamiento a partir de dicha temperatura.



Figura 18. Efecto del calentamiento y mantenimiento durante 15 minutos a la temperatura de ensayo de compresión uniaxial sobre la microestructura formada como resultado del temple en agua: (a) TTS a 940 °C, 2horas, temple en agua, (b) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.



Figura 19. Efecto del calentamiento y mantenimiento durante 15 minutos a la temperatura de ensayo de compresión uniaxial sobre la microestructura formada como resultado del enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente: (a) TTS a 940 °C, 2horas, temple en agua, (b) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.



Figura 20. Efecto del calentamiento y mantenimiento durante 15 minutos a la temperatura de ensayo de compresión uniaxial sobre la microestructura formada como resultado del enfriamiento en el horno hasta temperatura ambiente: (a) TTS a 940 °C, 2horas, enfriamiento en el horno, (b) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.

5.7 PROBETAS PARA ENSAYOS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL

Para evaluar el efecto de la fricción sobre las curvas esfuerzo-deformación, se seleccionaron cuatro relaciones de aspecto para las probetas de los ensayos de compresión uniaxial 0.3, 0.6, 1.1 y 1.75 (ver Tabla 6). El diámetro de las probetas se estableció de 14 mm, variando únicamente la altura entre 5 y 24.5 mm.

Relación de Aspecto (H/D)	Altura (mm)	Diámetro (mm)	
0.3	5	14	
0.6	9	14	
1.1	15.5	14	
1.75	24.5	14	

Tabla 6. Relaciones de aspecto definidas para ensayos de compresión uniaxial.

La Tabla 7 muestra el diseño experimental llevado a cabo tomando en cuenta dos variables: a) la relación de aspecto de las probetas y b) la temperatura del ensayo. La otra variable evaluada fue la microestructura inicial producida variando la velocidad de enfriamiento al final del tratamiento térmico de solución. Por lo tanto, para cada microestructura inicial se realizaron 16 experimentos dando un gran total de 48 experimentos. Los ensayos se llevaron a cabo hasta una deformación verdadera de 0.6 empleando grafito coloidal como lubricante.

Temperaturas (°C)	Relación de Aspecto		Deformación	Lubricación	Probetas		
760	0.3	0.6	1.1	1.75	0.6	Grafito	4
790	0.3	0.6	1.1	1.75	0.6	Grafito	4
807	0.3	0.6	1.1	1.75	0.6	Grafito	4
850	0.3	0.6	1.1	1.75	0.6	Grafito	4
						Total	16

Tabla 7. Diseño experimental para definición de ensayos de compresión uniaxial.

Las 16 probetas requeridas para realizar los ensayos correspondientes a cada microestructura inicial se cortaron a partir de las barras cilíndricas tratadas térmicamente de acuerdo con el esquema mostrado en la Figura 21. La Figura 22 ilustra una serie de probetas cortadas por electroerosión.



Figura 21. Diseño esquemático de distribución de relaciones de aspecto (H/D) en barras previo a maquinado y corte por erosión.



Figura 22. Probetas maquinadas y cortadas a varias relaciones de aspecto para ensayos de compresión uniaxial.

5.8 ENSAYOS DE COMPRESIÓN

Los ensayos de compresión uniaxial se realizaron a velocidad de cabezal constante de (velocidad de deformación verdadera inicial de 10⁻² s⁻¹) hasta una deformación verdadera de 0.6 en una máquina electromecánica marca MTS modelo Q-TEST/100 con una capacidad de 100 kN y equipada con un horno de radiación infrarroja para realizar ensayos hasta temperaturas de 1000 °C. Este instrumento se ilustra en la Figura 23 y en la Figura 24 se muestra en detalle la colocación de la probeta de compresión uniaxial sobre la barra de compresión inferior fabricada usando la aleación TZM (molibdeno reforzado con zirconio y óxido de titanio). El sistema de compresión está encerrado en un tubo de cuarzo a través del cual se hace fluir gas Ar de alta pureza para minimizar la oxidación de las muestras y el herramental durante los ensayos a alta temperatura (ver Figura 24).



Figura 23. Sistema universal electromecánico de ensayos mecánicos MTS-QTEST/100 para ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura.



Figura 24. Sistema universal electromecánico de ensayos mecánicos MTS-QTEST/100 para ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura.

5.9 ANÁLISIS METALOGRÁFICO

La microestructura de deformación se caracterizó en las muestras deformadas con relaciones de aspecto de 0.3 y 1.75. En estos casos se caracterizó el efecto de la microestructura inicial y de la temperatura de deformación. Adicionalmente, se caracterizaron las muestras de la microestructura inicial correspondientes a las temperaturas de los ensayos de compresión. El análisis se realizó mediante la técnica de microscopía de luz reflejada en un microscopio marca Keyence modelo VHX-6000.

El análisis metalográfico se llevó a cabo en la sección longitudinal de las muestras, primeramente, cortando con disco de diamante, continuando con el desbaste mediante lijas de carburo de silicio (SiC) desde grado 80 hasta 1200, el pulido se llevó a cabo usando pasta de diamante de 3, 1 y 0.25 μ m y, finalmente se empleó silica coloidal 0.04 μ m para dar el acabado metalográfico final a las muestras. La observación de la microestructura se realizó en muestras atacadas químicamente por inmersión utilizando la solución Kroll como reactivo (ver Tabla 8).

Reactivo	Composición Química	Tiempo de Ataque	Descripción
Kroll	6 ml HF 3 ml HNO ₃ 100 ml H ₂ O	10 – 15 segundos	Revelación de microestructura final.

Tabla 8. Descripción de reactivo para ataque químico a muestras de Ti-407.

5.10 ENSAYO DE MICRODUREZA VICKERS

Se determinó la microdureza (Vickers con una carga de 500 gramos) a las muestras ensayadas en compresión, específicamente las correspondientes a la mayor (H/D = 1.75) y menor (H/D = 0.3) relación de aspecto para las cuatro temperaturas de los ensayos de compresión (760, 790, 807 y 850 °C) y las tres microestructuras iniciales.

También se determinó la microdureza a las muestras tratadas térmicamente para la obtención de la microestructura inicial a las temperaturas de los ensayos y medios de enfriamiento mencionados anteriormente. Las pruebas de microdureza se llevaron a cabo en un microdurómetro marca Zwick/Roell modelo ZHvµ de acuerdo con la norma ASTM E384.



Figura 25. Equipo Zwick/Roell modelo ZHvµ para microdureza Vickers.

6. RESULTADOS

El ensayo de compresión uniaxial o axisimétrica es uno de los ensayos básicos y fundamentales usados para estudiar el comportamiento mecánico de metales bajo condiciones de procesamiento industrial, por ejemplo, los procesos de forja. El objetivo del ensayo es estudiar y medir indirectamente el comportamiento esfuerzo-deformación, por ejemplo, bajo condiciones de recristalización dinámica (Gray G, Kuhn H and Medlin D, 2000) (Yao Z, Mei D, Shen H, et al., 2013).

Sin embargo, si no se toman en cuenta los efectos de la fricción entre la probeta de ensayo y las herramientas de compresión (los yunques), las curvas esfuerzo-deformación obtenidas pueden ser interpretadas de manera errónea y llevar a conclusiones equivocadas en relación al comportamiento mecánico del material. Durante la deformación de una probeta cilíndrica de compresión uniaxial las condiciones de frontera cambian dinámicamente debido a la migración parcial del material en las superficies libres de la probeta hacia el área de contacto yunque-material, fenómeno conocido como doblado ("foldover" en inglés) (ver Figura 26). Varios efectos indeseables asociados con la fricción, tales como el abarrilamiento de la probeta, la deformación heterogénea y el doblado propiamente dicho, causan que el ensayo de compresión uniaxial se convierta en un ensayo de deformación multiaxial. Estos efectos complican la interpretación y transformación de los resultados del ensayo a los procesos de conformado reales.

El objetivo del presente trabajo es evaluar los efectos de la fricción sobre las curvas esfuerzodeformación de la aleación Ti-407, determinadas a alta temperatura mediante ensayos de compresión uniaxial usando probetas de diferentes relaciones de aspecto.



Figura 26. Fenómeno de doblado ("foldover" en inglés) que ocurre durante el ensayo de compresión uniaxial debido a los efectos de la fricción entre el material y los yunques. Notar como los puntos materiales t, q y s en la figura superior son transferidos de la superficie libre de la probeta hacia la interfase yunque-material. En la figura inferior este fenómeno no ocurre, por ejemplo, cuando la interfase está bien lubricada.

6.1 EFECTO DE LA RELACIÓN DE ASPECTO (H/D) SOBRE LA GEOMETRÍA DE LAS PROBETAS DE COMPRESIÓN UNIAXIAL DEFORMADAS.

La Figura 27 muestra el efecto de la relación de aspecto sobre el aspecto final de las probetas deformadas en compresión uniaxial hasta una deformación verdadera de 0.6. Como se puede apreciar, la fricción tiene dos efectos importantes sobre la geometría de las probetas.

En general, la geometría del cilindro recto se distorsiona mediante dos mecanismos: pliegues superficiales y abarrilamiento. Aparentemente, los pliegues son mucho más importantes cuando la relación de aspecto es menor a uno (Figuras 27a, 27b, 28, 29 y 30) y causan protuberancias y depresiones pronunciadas sobre la superficie de las probetas. Este es el fenómeno conocido como doblado mencionado en la sección anterior ("foldover" en inglés).

En contraste, cuando la relación de aspecto es mayor a uno el abarrilamiento es más notable y disminuye a medida que la relación de aspecto se incrementa (Figuras 27c, 27d, 31, 32 y 33). Como se puede apreciar en las Figuras 28-33, en general, este comportamiento no depende de la microestructura inicial ni de la temperatura de ensayo, y por lo tanto no depende de la microestructura siendo deformada. Por lo tanto, puede concluirse que la uniformidad de la deformación de las probetas de compresión depende enteramente de su geometría inicial y de las condiciones de fricción y lubricación en la interfase con la herramienta de compresión.

Como se puede apreciar en las Figuras 27c, 27d, 31, 32 y 33 el abarrilamiento es un fenómeno que se observa más fácilmente en probetas altas y delgadas. Este fenómeno no puede evitarse completamente, pero si disminuir principalmente con la aplicación de un lubricante. En el presente trabajo se utilizó grafito coloidal en todos los ensayos llevados a cabo. Sin embargo, el uso de este lubricante no eliminó por completo los efectos de la fricción.

En probetas de compresión con una relación de aspecto menor (H/D = 0.3 y 0.6) ya no es posible observar el abarrilamiento dado que la mayor parte del volumen del material es afectado por los efectos de la fricción y se requieren desplazamientos pequeños para que el material en las superficies libres de la probeta cilíndrica se traslade o migren a la interfase material-yunque y se produzca el doblado como se ilustra en las Figuras 27a 27b, 28, 29 y 30. Esto se debe a que, en comparación con probetas de mayor relación de aspecto, en estas existe una relación área/volumen mayor y la migración de material a la interfase de deformación ocurre rápidamente. Como se puede apreciar en la Figura 26, el doblado causa que aumente el área de contacto probeta-yunque lo cual incrementa la carga necesaria para deformar plásticamente el material. Por lo tanto, las curvas *S-e* determinadas en probetas con baja relación de aspecto sobreestiman los esfuerzos de flujo del material. Como se puede apreciar en las Figuras 35-37, este efecto es independiente de la temperatura de deformación y de la microestructura inicial del material.



Figura 27. Efecto de la relación de aspecto sobre la geometría de las probetas de compresión uniaxial deformadas a una deformación verdadera de 0.6.



Figura 28. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=0.3. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 consistente de α' -HCP (martensita)+ β -BCC metaestable deformadas a e=-0.6: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.



Figura 29. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=0.3 deformadas a e=-0.6. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M2 consistente de α' -HCP (martensita)+ α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.



Figura 30. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de probetas de compresión de probetas con una relación de aspecto H/D=0.3 deformadas a e=-0.6. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 consistente de α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.





Figura 31. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=1.75. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 consistente de α' -HCP (martensita)+ β -BCC metaestable deformadas a e=-0.6: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.





Figura 32. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de probetas de compresión con una relación de aspecto H/D=1.75. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 consistente de α' -HCP (martensita)+ β -BCC metaestable deformadas a e=-0.6: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.





Figura 33. Efecto de la temperatura de deformación sobre la macroestructura y el perfil de probetas de compresión de probetas con una relación de aspecto H/D=1.75 deformadas a e=-0.6. Aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 consistente de α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.

6.2 EFECTO DE LA RELACIÓN DE ASPECTO (H/D) SOBRE LAS CURVAS ESFUERZO-DEFORMACIÓN INGENIERILES DETERMINADAS EN COMPRESIÓN UNIAXIAL

Las Figuras 34-36 ilustran los efectos de la microestructura inicial, la relación de aspecto (H/D) y la temperatura de deformación sobre las curvas esfuerzo-deformación ingenieril para la aleación Ti-407. Para facilitar la discusión de los resultados, las microestructuras iniciales serán denominadas como sigue en lo que resta del presente trabajo:

- Microestructura M1, resultante del temple en agua después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas. La microestructura M1 consiste en α'-HCP (martensita)+β-BCC metaestable.
- Microestructura M2, resultante del enfriamiento al aire después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas. La microestructura M2 consiste en α'-HCP (martensita)+ α-HCP (Widmansttäten)+β-BCC metaestable.

 Microestructura M3, resultante del enfriamiento en el horno después de un tratamiento térmico de solución a 940 °C durante dos horas. La microestructura M3 consiste en α-HCP (Widmansttäten)+β-BCC metaestable.

En la práctica, la presión promedio durante un ensayo de compresión uniaxial está dada por:

$$\overline{P} = \frac{F}{A_o} (1+e) \tag{6}$$

Donde F es la fuerza aplicada, A_o es el área de la sección transversal inicial de la probeta de compresión y e es la deformación ingenieril o deformación lineal promedio:

$$e = \frac{H_o - H}{H_o} \tag{7}$$

Sin embargo, debido al movimiento relativo entre las superficies de contacto de la probeta y los yunques de compresión, los esfuerzos de corte interfaciales desarrollados debido a la fricción causan deformación no uniforme, abarrilamiento y doblado ("foldover"). Por lo tanto, las curvas de flujo en compresión uniaxial deben ser corregidas por los efectos de la fricción. Existen dos métodos para realizar la corrección de las gráficas S-e para obtener curvas de flujo, σ - ϵ . El método algebraico propuesto inicialmente por Rowe en 1965 (Edward Arnold, 1965), y el método gráfico descrito por Cook y Larke en 1945 (Cook M. and Larke E.C., 1945).

De acuerdo con la Ec. 6, la presión promedio sobre las herramientas de compresión está dada por la siguiente ecuación:

$$p = 2\sigma \left(\frac{H}{\mu D}\right)^2 \left[e^{\frac{2\mu D}{H}} - \frac{2\mu D}{H} - 1\right]$$
(8)

Donde p = presión, es decir, el esfuerzo ingenieril, σ =esfuerzo de flujo (i.e. la resistencia a la deformación plástica del material a una deformación dada), µ=coeficiente de fricción, D=diámetro instantáneo de la muestra y H=altura instantánea de la muestra. Como se puede apreciar, para una deformación plástica dada, la presión aumenta al disminuir la relación de aspecto (H/D) y al aumentar el coeficiente de fricción. La Ec. 6 puede aplicarse a condiciones de deformación homogénea cuando H y D están relacionados con los valores iniciales H_o y D_o mediante la ley de conservación del volumen para la deformación plástica, es decir:

$$\frac{D}{H} = \frac{D_o}{H_o} \left(\frac{H_o}{H}\right)^{3/2} = \frac{D_o}{H_o} \left[\frac{1}{1+e}\right]^{3/2}$$
(9)

Resulta interesante notar que cuando $\frac{\mu D}{H} \leq 0.35$, la Ec. 8 se simplifica (con un error menor a 1%) a:

$$\overline{p} = \sigma \left[1 + \frac{\mu D}{3H} \right] \tag{10}$$

Por lo tanto, si se conoce el coeficiente de fricción o se determina a partir de los resultados de ensayos realizados usando probetas con diferentes geometrías iniciales (H_o/D_o) , los efectos de la fricción sobre las curvas *S-e* pueden corregirse de manera algebraica.

Sin embargo, cuando las condiciones de fricción cambian a pegado ("sticking friction") entre los yunques y la muestra, o la deformación se vuelve no homogénea, es decir, cuando:

$$\frac{\mu D}{H} \ge \ln \frac{0.577}{\mu} \tag{11}$$

solo puede aplicarse el método gráfico de Cook y Larke para obtener el esfuerzo de flujo a partir de la presión promedio (esfuerzo ingenieril) medida en el ensayo de compresión uniaxial.

En el presente trabajo, dicho método fue aplicado para obtener las curvas de flujo, σ - ε . Este método está basado en el concepto de que el valor de la presión promedio \overline{p} debe aproximarse al valor del esfuerzo de flujo σ cuando la relación de aspecto de la probeta es igual a cero: $D_o/H_o=0$, es decir si la probeta de compresión es infinitamente alta de tal forma que los efectos debidos a la fricción son muy pequeños en relación al volumen de la muestra y, por lo tanto, pueden despreciarse. La extrapolación a $D_o/H_o=0$ de una serie de curvas de $\overline{p} - \frac{D_o}{H_o}$ da el valor de σ .

Como se puede apreciar en las Figuras 34-36, independientemente de la microestructura inicial, las curvas S-e (esfuerzo-deformación ingenieriles) exhiben tres etapas características que dependen de la temperatura y de la relación de aspecto.

1. En la Región 1, S es linealmente proporcional a e. Esta región está caracterizada por E_a , el módulo elástico aparente. Notar que al final de la región lineal dS/de disminuye

al aumentar *e* hasta alcanzar el valor de cero a la deformación e_p . Por lo tanto, la Región 1 se extiende de 0 a e_p . Notar que S_p es el esfuerzo ingenieril observado cuando dS/de=0al final de la región lineal de la curva *S-e*.

- 2. La Región 2 se caracteriza por la disminución de S al aumentar e hasta alcanzar un mínimo a la deformación e_m . Esta cantidad es la deformación ingenieril observada al valor de esfuerzo mínimo en la región de deformación no-lineal (elasto-plástica) de la curva *S-e*.
- 3. La Región 3 se caracteriza por el incremento exponencial de *S* al aumentar *e*.

La Figura 37 ilustra claramente estas regiones en las curvas *S-e*. Como se puede apreciar en las Figuras 34-36, en general, a una temperatura dada E_a , aumenta y S_p y e_p disminuyen al aumentar la relación de aspecto. Por lo tanto, dado que al aumentar la relación de aspecto los efectos de la fricción sobre el volumen del material disminuyen, la fricción causa un aumento significativo sobre los esfuerzos requeridos para causar deformación plástica en el material. Adicionalmente, como se puede apreciar en las Figuras 34-36, y de acuerdo con la Ec. 9, dado que la relación de aspecto disminuye al aumentar la deformación, los efectos de la fricción se vuelven más importantes a mayores deformaciones.

Este efecto causa que el esfuerzo ingenieril se incremente rápidamente con la deformación, es decir el material exhibe endurecimiento por deformación. En otras palabras, el incremento en esfuerzo ingenieril observado a deformaciones mayores a e_m puede atribuirse a los efectos de la fricción. Otra observación importante es que, a medida que se incrementa la temperatura, la Región 2 (la región de transición entre condiciones de deformación de baja y alta fricción) disminuye y eventualmente a 850 °C desaparece completamente. Considerando que el coeficiente de fricción μ bajo condiciones de fricción deslizante (baja fricción) está dado por:

$$\mu = \frac{\tau}{P} \tag{12}$$

donde P es la presión normal a la superficie y τ es el esfuerzo de corte en la interfase, la disminución de la extensión de la Región 2 puede atribuirse a las menores presiones

requeridas para deformar el material a mayores temperaturas y al incremento de la fracción en volumen de fase β al aumentar la temperatura.

Es importante recordar que, de acuerdo con el diagrama de fases Ti-V, la fracción de fase β aumenta rápidamente al aumentar la temperatura a partir de ~600 °C.





Figura 34. Efecto de la temperatura de deformación y la relación de aspecto de las probetas de ensayo sobre las curvas esfuerzo-deformación ingenieril de flujo de la aleación Ti-407 con microestructura inicial M1: α '-HCP (martensita)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.







Figura 35. Efecto de la temperatura de deformación y la relación de aspecto de las probetas de ensayo sobre las curvas de flujo de la aleación Ti-407 con microestructura inicial M2: α' -HCP (martensita)+ α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.






Figura 36. Efecto de la temperatura de deformación y la relación de aspecto de las probetas de ensayo sobre las curvas de flujo de la aleación Ti-407 con microestructura inicial M3: α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable: (a) 760 °C, (b)790 °C, 807 °C y 850 °C.



Figura 37. Regiones de flujo observadas en las curvas esfuerzo-deformación ingenieril.

6.3 OBTENCIÓN DE CURVAS DE FLUJO A PARTIR DE CURVAS S-e INGENIERILES DETERMINADAS EN COMPRESIÓN UNIAXIAL

6.3.1 CORRECCIÓN ELÁSTICA

Como se puede apreciar en las Figuras 34-36, el módulo elástico aparente E_a en la Región 1 de las curvas S-e depende de la temperatura y de la relación de aspecto. Como se mencionó anteriormente, E_a disminuye al disminuir H_o/D_o . Sin embargo, este comportamiento no es sistemático y no puede atribuirse a los efectos de la temperatura sobre las propiedades elásticas de la aleación Ti-407. La Figura 38 ilustra el efecto de la temperatura sobre el módulo de Young de la aleación Ti-6Al-4V, una aleación Ti-Mn, (Louis F. V., 1958). Como se puede observar, de manera generalizada, el módulo de Young de las aleaciones de Ti disminuye linealmente con la temperatura en el rango 25-500 °C (Veiga C., et. al., 2013) (Shivpuri R., 2004). Evidentemente, la variación del módulo elástico aparente observada en las Figuras 34-36 debe estar asociado a otros efectos además de la temperatura. En el presente trabajo se observó que estos efectos podrían estar relacionados a pequeños desalineamientos del tren de carga del sistema de ensayos, es decir, alineamiento entre los yunques y la probeta de compresión uniaxial (Hong S., et. al. 2001) (Baufel B., Biest O., 2009). Estos efectos fueron eliminados de las curvas *S-e* graficando el esfuerzo ingenieril en función de la deformación plástica e_p dada por;

$$\boldsymbol{e}_p = \boldsymbol{e} - \boldsymbol{e}_e \tag{13}$$

donde e es la deformación total medida durante el ensayo y e_e es la deformación elástica dada por:

$$e_e = \frac{s}{E} \tag{14}$$

Donde E es el módulo de Young a la temperatura correspondiente. Finalmente, se obtuvieron las gráficas *S-e_p*. La Figura 39 ilustra la diferencia entre las gráficas *S-e* y *S-e_p* para el caso de la curva esfuerzo-deformación ingenieril obtenida en una probeta de compresión uniaxial con microestructura inicial tipo M1, es decir: $\alpha' + \beta_{\text{metaestable}}$, relación de aspecto $H_o/D_o=0.3$ y ensayada a 760 °C.



Figura 38. Efecto de la temperatura sobre el módulo de Young de la aleación Ti-6Al-4V (Louis F. V., 1958).



Figura 39. Gráficas S-e y S-e_p para el caso de la curva esfuerzo-deformación ingenieril obtenida en una probeta de compresión uniaxial con microestructura inicial M1 α' + $\beta_{metaestable}$, relación de aspecto H/D=0.3 y ensayada a 760 °C.

6.3.2 APLICACIÓN DEL MÉTODO GRAFICO PARA OBTENER LAS CURVAS DE FLUJO σ - ε A PARTIR DE CURVAS S- e_p

A partir de la discusión anterior, la fricción que ocurre debido al movimiento relativo entre la probeta de compresión uniaxial y el yunque causa una sobreestimación significativa del esfuerzo de flujo del material. Este efecto es más importante a deformaciones más grandes y no parece ser afectado por la microestructura inicial del material o la temperatura de deformación. Por lo tanto, considerando que los efectos de fricción se vuelven despreciables cuando $D_o/H_o \rightarrow 0$, las curvas *S-e_p* fueron utilizadas para obtener las curvas de flujo σ - ε de acuerdo con el método gráfico propuesto por Cook y Larke en 1945.

El procedimiento aplicado se describe a continuación y los resultados se presentan al final de esta sección. Se definió la deformación plástica verdadera como:

$$\varepsilon_p = \ln \frac{h_o}{h} \tag{15}$$

Por lo tanto, tomando en cuenta que el volumen de la probeta de compresión permanece constante durante la deformación plástica (V=Ah=constante), el área de la sección transversal de la probeta de compresión está dada por:

$$A = A_o \exp\left(\varepsilon_p\right) \tag{16}$$

Y el esfuerzo verdadero está dado por:

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{F}{A_o \exp(\varepsilon_p)} = S \exp(-\varepsilon_p)$$
(17)

- 1. Las curvas de flujo σ - ε_p fueron calculadas y graficadas como se ilustra en las Figuras 40-42 para las diferentes microestructuras iniciales en función de la relación de aspecto y la temperatura.
- 2. En las curvas de flujo se seleccionaron una serie de deformaciones plásticas verdaderas: 0.0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.36, 0.4, 0.45, 0.5 y 0.57. A estas deformaciones se obtuvieron los valores correspondientes de los esfuerzos verdaderos y estos fueron graficados en función de la relación de aspecto H_o/D_o .
- 3. Las gráficas $(\sigma D_o/H_o)$ para cada temperatura y microestructura inicial fueron ajustadas empleando una regresión exponencial.

Los resultados de estos procedimientos se ilustran en las Figuras 43-45 y los resultados de la extrapolación de cada una de las curvas a una relación de aspecto igual a cero se ilustran en las Tablas 9, 10 y 11 y en la Figura 46. Como se puede apreciar, con excepción de las gráficas correspondientes a la temperatura de 850 °C, todas las curvas de flujo exhiben ablandamiento conforme se incrementa la deformación plástica. La magnitud del ablandamiento parece disminuir con el incremento en la temperatura hasta que la curva de flujo determinada a 850 °C exhibe endurecimiento por deformación a una velocidad que disminuye con el incremento en la deformación plástica. Evidentemente, este comportamiento puede ser atribuido al incremento con la temperatura de la fracción en volumen de fase β -BCC. Como se discutió previamente, la cantidad de esta fase se incrementa rápidamente a medida que la temperatura aumenta por encima de 600 °C.

4. Finalmente, los efectos de la microestructura inicial a cada temperatura de deformación se ilustran en las Figuras 47, 48, 49 y 50 para 750, 790, 807 y 850 °C, respectivamente. Como se puede apreciar en estas figuras, la microestructura inicial no tiene un efecto significativo sobre el comportamiento de flujo hasta deformaciones verdaderas en compresión uniaxial de aproximadamente 0.35. Por lo tanto, tampoco se esperaría un efecto significativo sobre la evolución de la microestructura durante la deformación y las propiedades finales en el producto deformado.





Deformación Verdadera (mm/mm)



Figura 40. Efecto de la relación de aspecto (H/D), sobre las gráficas σ -e_p para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 α' + $\beta_{metaestable}$, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.









Figura 41. Efecto de la relación de aspecto (H/D), sobre las gráficas σ -e_p para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M2 α' + α + β _{metaestable}, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.







Figura 42. Efecto de la relación de aspecto (H/D), sobre las gráficas σ -e_p para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 α + β _{metaestable}, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.







• 0 • 0.1 • 0.2 • 0.3 • 0.38 • 0.4 • 0.48 • 0.49 • 0.5 • 0.51



Figura 43. Efecto de la relación de aspecto (H_o/D_o) sobre σ para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M1 $\sigma'+\beta$ metaestable, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.



• 0 • 0.1 • 0.2 • 0.3 • 0.31 • 0.4 • 0.47 • 0.5 • 0.54





• 0 • 0.1 • 0.2 • 0.3 • 0.32 • 0.4 • 0.46 • 0.5 • 0.51 • 0.53

74



Figura 44. Efecto de la relación de aspecto (H_o/D_o) sobre σ para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M2 $\alpha'+\alpha+\beta$ metaestable, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.







• 0 • 0.1 • 0.2 • 0.3 • 0.31 • 0.4 • 0.43 • 0.48 • 0.5 • 0.51

76



Figura 45. Efecto de la relación de aspecto (H_o/D_o) sobre σ para la aleación Ti-407 con microestructura inicial M3 α + β metaestable, deformada en compresión uniaxial: (a) 760 °C, (b) 790 °C, (c) 807 °C, (d) 850 °C.



Figura 46. Efecto de la microestructura inicial sobre las curvas de flujo plástico de la aleación Ti-407 deformada en compresión uniaxial a varias temperaturas: (a) $\alpha' + \beta_{metaestable}$, (b) $\alpha' + \alpha + \beta_{metaestable}$, (c) $\alpha + \beta_{metaestable}$,

Esfuerzo Verdadero=Presión Promedio (MPa)							
Temperatura	da/ha	Deformación					
(°C)	QO/HO	0	0.1	0.2	0.3	0.36	
760	0	69.69	60.69	56.48	54.13	53.42	
790	0	45.18	42	39.84	38.61	37.93	
807	0	35.52	33.08	31.86	30.84	30.75	
850	0	14.6	16.14	16.82	17.45	17.86	

Tabla 9. Microestructura Inicial: $\alpha'+\beta_{metaestable}$ (obtenida mediante temple en agua desde 940 °C)

Tabla 10. Microestructura Inicial: $\alpha' + \alpha + \beta_{metaestable}$ (obtenida mediante enfriamiento al aire desde 940 °C)

Esfuerzo Verdadero=Presión Promedio (MPa)							
Temperatura	do /ho	Deformación					
(°C)	d 0/n0	0	0.1	0.2	0.3	0.36	
760	0	59.22	53.1	49.34	47.31	47.1	
790	0	43.47	39.1	36.38	35.17	34.77	
807	0	31.3	30.1	28.4	27.27	26.98	
850	0	12.6	15.03	15.94	16.25	16.23	

Tabla 11. Microestructura Inicial: α + β _{metaestable} (obtenida mediante enfriamiento en el horno desde 940 °C)

Esfuerzo Verdadero=Presión Promedio (MPa)							
Temperatura	do/ho	Deformación					
(°C)		0	0.1	0.2	0.3	0.36	
760	0	61.6	56.77	53.35	51.3	50.9	
790	0	42.14	39.18	36.54	35	34.87	
807	0	30.43	29.25	27.8	27.19	27.16	
850	0	15.83	17.31	17.99	18.51	19.38	



Figura 47. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado en compresión uniaxial a 760 °C.



Figura 48. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado en compresión uniaxial a 790 °C



Figura 49. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado en compresión uniaxial a 807 °C.



Figura 50. Efecto de la microestructura inicial sobre el esfuerzo de flujo de Ti-407 deformado en compresión uniaxial a 850 °C.

6.3.3 EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE omáximo Y ofestado estacionario

Los esfuerzos de flujo máximo ($\sigma_{máximo}$) y en estado estacionario ($\sigma_{estado estacionario}$) son importantes porque determinan la máxima fuerza y la fuerza promedio requeridas para deformar plásticamente la aleación bajo ciertas condiciones de proceso, es decir, a una temperatura y una velocidad de deformación.

Las Figuras 51 y 52 ilustran la variación del esfuerzo de flujo máximo y del esfuerzo de flujo en estado estacionario, respectivamente, observados en las curvas de flujo de la aleación Ti-407 en función de la temperatura de deformación, la microestructura inicial y la relación de aspecto de las probetas. Como se puede apreciar, de manera general, σ_p disminuye al aumentar la temperatura de deformación y al aumentar la relación de aspecto H_o/D_o . Estos resultados sugieren que los efectos de la fricción, aunque disminuyen al disminuir la presión sobre las probetas, siguen teniendo un efecto significativo aún a temperaturas tan altas como 850 °C.

La Figura 53 muestra el efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre la diferencia, en porcentaje, entre los esfuerzos de flujo máximos observados para probetas con relación de aspecto 1.75 (baja fricción) y 0.3 (alta fricción), es decir:

$$\Delta \sigma_p = \frac{\sigma_p(H_o/D_o = 1.75) - \sigma_p(H_o/D_o = 0.3)}{\sigma_p(H_o/D_o = 1.75)}$$
(18)

La Figura 54 ilustra la misma gráfica, pero para el caso de esfuerzo de flujo en estado estacionario. Como se puede apreciar, aparentemente, la microestructura inicial no tiene un efecto importante sobre $\Delta \sigma_p$ observándose una diferencia entre 60 y 120 % para el esfuerzo máximo y entre 60 y 80 % para el esfuerzo en estado estacionario. Aparentemente, el incremento en la fracción en volumen de fase β -BCC conforme aumenta la temperatura de deformación a valores superiores a 800 °C y cercanos a β -transus causa que $\Delta \sigma_p$ se incremente a valores superiores a 70% para ambos esfuerzos de flujo. Como se verá más adelante, este efecto puede atribuirse a la fragmentación de la microestructura de placas Widmanstätten de la fase α -HCP.



Figura 51. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre los esfuerzos máximos observados en probetas de compresión con relaciones de aspecto $H_o/D_o=1.75$ y $H_o/D_o=0.3$: (a) M1: $\alpha'+\beta$ -metaestable, (b) M2: $\alpha+\beta$ -metaestable, (c): M3: $\alpha+\beta$ -metaestable.



Figura 52. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre los esfuerzos de flujo en estado estacionario observados en probetas de compresión con relaciones de aspecto $H_o/D_o=1.75$ y $H_o/D_o=0.3$: (a) M1: $\alpha'+\beta$ -metaestable, (b) M2: $\alpha+\beta$ -metaestable, (c): M3: $\alpha+\beta$ -metaestable.



Figura 53. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre la diferencia, en porcentaje, entre los esfuerzos de flujo máximos observados para probetas con relación de aspecto 1.75 (baja fricción) y 0.3 (alta fricción).



Figura 54. Efecto de la temperatura de deformación y la microestructura inicial sobre la diferencia, en porcentaje, entre los esfuerzos de flujo en estado estacionario máximos observados para probetas con relación de aspecto 1.75 (baja fricción) y 0.3 (alta fricción).

6.3.4 EFECTO DE LA RELACIÓN DE ASPECTO SOBRE LA UNIFORMIDAD DE LA MICROESTRUCTURA DE DEFORMACIÓN.

El análisis de las microestructuras de deformación debe considerar cuatro aspectos fundamentales: (1) la microestructura inicial, (2) el efecto del calentamiento a la temperatura del ensayo sobre la microestructura inicial, (3) el efecto de la deformación plástica y (4) el efecto del enfriamiento a temperatura ambiente sobre la microestructura de deformación.

En primera instancia, el calentamiento a la temperatura del ensayo causa un incremento significativo de la fase β -BCC a medida que la temperatura aumenta hasta que a 850 °C la deformación se lleva a cabo completamente en el campo de estabilidad de dicha fase. Sin embargo, la formación de la fase β -BCC depende de cuál es la fase madre, placas o agujas de martensita α '-HCP o placas Widmansttäten de fase α -HCP. Adicionalmente, debe considerarse que la fase β -BCC presente a bajas temperaturas está en estado metaestable y, por lo tanto, debe afectar la transformación a la fase α -HCP. Estos aspectos, aunque de gran importancia desde el punto de vista de la evolución de la microestructura de la aleación Ti-407, quedaron fuera de los objetivos del presente trabajo.

Por otra parte, suponiendo que el calentamiento a la temperatura de deformación y el tiempo de mantenimiento isotérmico a dicha temperatura son suficientes para alcanzar la microestructura de equilibrio, se debe considerar cual es el efecto de la deformación sobre la microestructura formada durante el enfriamiento a temperatura ambiente. En particular, la transformación de β -BCC deformada a temperaturas mayores o menores a T>T_{β -transus}. En este trabajo, se considera que la β -transus es ~835 °C y, por lo tanto, durante el enfriamiento la fase β -deformada transforma a fase α -HCP en presencia de la fase α -HCP preexistente deformada.

Como se discutió previamente, las microestructuras obtenidas mediante el tratamiento térmico de solución a 940 °C seguido de enfriamiento en agua, aire y en el horno resultaron en tres tipos de microestructuras iniciales:

- 1. M1: α' -martensita + β -metaestable retenida (estabilizada térmicamente)
- M2: α-Widmansttäten + α'-martensita + β-metaestable (estabilizada química y térmicamente)
- 3. M3: α -Widmansttäten + β -metaestable (estabilizada químicamente).

Estas microestructuras, durante el calentamiento lento y mantenimiento isotérmico a la temperatura de ensayo deben evolucionar y alcanzar condiciones cercanas al equilibrio. En la Figura 55 se ilustra la sección a bajos contenidos de V y temperaturas entre 600 y 900 °C del diagrama de equilibrio Ti-V. Como se puede apreciar, suponiendo que las cantidades de Al, Fe y Sn en la aleación Ti-407 no tienen un efecto mayor sobre este diagrama, es decir, no cambian la naturaleza isomorfa del diagrama de fases, la microestructura de equilibrio a 600 °C debe ser prácticamente 100% α -HCP. El calentamiento a mayores temperaturas incrementa la cantidad de fase β -BCC en la microestructura de la aleación. A las temperaturas de los ensayos llevados a cabo en el presente trabajo las microestructuras son las siguientes (de acuerdo con el diagrama de fases):

- 1. 760 °C: 75%-α y 25%-β
- 2. 790 °C: 50%-α у 50%-β
- 1. 807 °C: 25%-α y 75%-β
- 2. 850 °C: 100%-β

Como se puede apreciar el diagrama de fases, a 600 °C cualquier cantidad remanente de fase β -BCC debe contener ~22% V y, conforme la temperatura se incrementa la cantidad de V en esta fase disminuye y tiende al valor global de 0.04 justo a la temperatura de equilibrio α/β , es decir, la β -transus. Las Figuras 56-63 ilustran los efectos del calentamiento a las temperaturas de ensayo seguido por temple en agua para retener la microestructura de alta temperatura y sobre las microestructuras de deformación después del enfriamiento al aire posterior al ensayo de compresión uniaxial.

Las microestructuras de deformación están ilustradas en las Figuras 56-59 para las regiones de deformación intensa (centro de la probeta) y en las Figuras 60-63 para las zonas de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión). Cada figura, de la 56 a la 63 presenta las microestructuras obtenidas por deformación a una temperatura dada.

En esta sección se describen y discuten los efectos del recalentamiento a las temperaturas de los ensayos de compresión uniaxial y los efectos de la deformación plástica sobre la microestructura final del material con el objetivo de establecer si la microestructura inicial tiene algún efecto significativo sobre el comportamiento de flujo, la microestructura resultante y finalmente sobre la microdureza final del material. Esta discusión se lleva a cabo empleando las microestructuras de material templado y enfriado en el horno desde 940 °C ya que estos dos tratamientos produjeron las microestructuras extremas: a) martensita α '-HCP+ β -BCC metaestable y b) fase α -HCP+ β -BCC metaestable.

Las Figuras 64(a) y 64(b) ilustran el efecto de la temperatura de recalentamiento a las temperaturas indicadas sobre la microestructura M1 obtenida después del temple desde dichas temperaturas. Como se puede apreciar, la fase β -BCC presente a la temperatura de recalentamiento, formada a partir de la microestructura martensítica inicial (Figura 64(a)), transforma a a'-HCP como resultado del temple. Por otra parte, las placas de fase a-HCP (con morfología Widmansttäten) que se forman a partir de la martensita y la fase β-BCC metaestable durante el calentamiento desde temperatura ambiente, aparecen deformadas (distorsionadas, segmentadas o cortadas) como resultado de la transformación de la fase β -BCC presente a la temperatura de recalentamiento. Este efecto, se lleva a cabo a temperaturas de recalentamiento inferiores a la β -transus; como se puede observar en la Figura 64(b), el recalentamiento a 850 °C seguido por temple en agua a temperatura ambiente causó la transformación de la fase β -BCC a martensita α '-HCP. Es interesante notar también que a medida que la temperatura de recalentamiento aumenta el espesor y la longitud de las placas de fase α-HCP disminuye significativamente, es decir, la morfología de placas alargadas Widmansttäten se desestabiliza a medida que se incrementa la temperatura. Este proceso representa el inicio de la globulización o esferoidización de la fase α-HCP discutido por algunos investigadores (L. Wang, X.G et. al. 2021).

Las microestructuras de deformación a las cuatro temperaturas investigadas exhiben una microestructura consistente de placas Widmansttäten de la fase α -HCP mucho más finas e irregulares que las causadas por el enfriamiento, ver Figura 64(c). Es importante resaltar aquí que no es posible distinguir la presencia de martensita en las microestructuras de la Figura 64(c), a pesar de que la velocidad de enfriamiento después de los ensayos de compresión fue relativamente alta (enfriamiento al aire).

Como se puede apreciar en la Figura 65(a), la microestructura tipo "tejido de cesta" ("basketwave") presente en las muestras enfriadas lentamente en el horno desde 940 °C, consistente de agrupamientos de placas paralelas de fase α -HCP con morfología Widmansttäten y diferentes orientaciones. El recalentamiento de esta microestructura a diferentes temperaturas como se indica en la Figura 65(b), a temperaturas mayores o menores a β -transus seguido por temple agua, causa que una parte (cuando T<T $_{\beta$ -transus}) o toda (cuando T>T $_{\beta$ -transus}) la microestructura se transforme a la fase β -BCC durante el calentamiento. El enfriamiento rápido (temple en agua) a temperatura ambiente causa que la fase β -BCC transforme a la fase α 'HCP con morfología Widmansttäten que no transforman a β -BCC durante el calentamiento a T<T $_{b$ -transus</sub> aparecen en la microestructura a temperatura ambiente distorsionadas, deformadas o cortadas como en el caso discutido anteriormente en material con microestructura inicial consistente de α '-HCP y β -BCC metaestable (comparar microestructuras en las Figuras 64(b) y 65(b)).

Las microestructuras de deformación producidas a las cuatro temperaturas investigadas (Figura 65(c)) consisten en agrupamientos de placas paralelas de fase α '-HCP con morfología de placas Widmansttäten que aparecen distorsionadas (dobladas y con diferentes orientaciones). En estas microestructuras es mucho más evidente que la velocidad de enfriamiento al final del ensayo de compresión no fue suficiente para formar martensíta (α '-HCP) a partir de la fase β -BCC presente a la temperatura del ensayo. Es importante resaltar que en las microestructuras deformadas no se observa la presencia de agujas de fase α '-HCP y que la deformación plástica a temperaturas menores a β -transus cusa que las placas de α -HCP aparezcan dobladas o distorsionadas en la microestructura observada a temperatura ambiente. En contraste, las placas de esta fase que se forman por transformación a partir de

la fase β -BCC aparecen mucho más pequeñas y con lados rectos en las microestructuras a temperatura ambiente (ver Figura 65(c)).

Las Figuras 66 y 67 ilustran los patrones de difracción de rayos-X de la aleación Ti-407 con microestructura inicial tipo M1 (α '-HCP+ β -BCC metaestable) y M3 (α '-HCP+ α -HCP+ β -BCC metaestable) sometidas a un calentamiento a diferentes temperaturas durante 15 minutos seguido por temple en agua. Resulta interesante notar que, con excepción del patrón correspondiente al material con microestructura tipo M1 calentado a 790 °C y templado, únicamente se pueden observar picos correspondientes a la fase α -HCP del titanio. El pico que aparece a ~39°20 en la muestra calentada a 790 °C corresponde al TiO₂, el cual no fue removido completamente de la superficie de la muestra durante su preparación para obtener el patrón de rayos-X. En todos los patrones de difracción de rayos-X los picos (0002)_a y (111)_{β} correspondientes a las fases α -HCP y β -BCC, respectivamente, se traslapan y, mediante está técnica no es posible confirmar la presencia de fase β -Ti en estas microestructuras.

Hasta el momento, durante la discusión presentada en esta tesis se ha establecido sin probar que las microestructuras iniciales del material empleado para llevar a cabo la investigación contienen fase β -BCC. La presencia de esta fase en estado metaestable solo se ha inferido a partir del diagrama de fases Ti-V.

En la Figura 68 se ilustran los mapas de fases obtenidos mediante microscopía de imágenes de orientación (OIM) usando difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD) en el MEB para las muestras con microestructuras M1 y M3. Como se puede apreciar, la fase β está distribuida entre regiones de agujas de martensita o placas Widmanstätten. Aparentemente no hay mucha diferencia entre la cantidad de fase β retenida por el enfriamiento rápido y la cantidad de fase β estabilizada por el enfriamiento lento. Sin embargo, la distribución si cambia. La fase β está más uniformemente distribuida en el material templado.

De manera similar, la Figura 69 ilustra el efecto del recalentamiento de las microestructuras M1 y M3 a T<T_{β -transus} (770 y 830 °C) y a T>T_{β -transus} (910 °C) seguido por temple en agua. Como se puede apreciar, la cantidad de fase β -estabilizada durante el enfriamiento lento (EH)

o retenida durante el temple (TA) desde la temperatura del TTS disminuye durante el recalentamiento y, una vez que la β -transus es superada (a T>830 °C) aumenta una vez más. La Figura 70 ilustra el efecto de la microestructura inicial y la temperatura de recalentamiento a la temperatura de deformación sobre la microdureza resultante del temple en agua a temperatura ambiente. Como se puede apreciar, existe una diferencia de aproximadamente 20% en microdureza entre las tres microestructuras diferentes. Sin embargo, aparentemente, la temperatura de recalentamiento para una microestructura inicial dada no tiene un efecto significativo en la microdureza del material cuando es enfriado rápidamente.

La Figura 71 ilustra el efecto de la deformación plástica en compresión uniaxial (e=-0.6), la temperatura de deformación, la microestructura inicial y la relación de aspecto de las probetas sobre la microdureza resultante después de que las muestras deformadas fueron enfriadas en aire hasta temperatura ambiente. Notablemente, la microdureza observada en las muestras deformadas no depende de ninguna de las tres variables de proceso ni de las condiciones de fricción durante el ensayo.

Finalmente, la Figura 72 ilustra el efecto de la zona en la probeta de compresión donde se mide la microdureza. Evidentemente, tampoco la zona donde se determina esta propiedad tiene un efecto significativo sobre la dureza del material deformado.



Figura 55. Diagrama de fases Ti-V.



Figura 56. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro de probeta) correspondientes a temple en agua (760 °C).



Figura 57. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro de probeta) correspondientes a temple en agua (790 °C).



Figura 58. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro de probeta) correspondientes a temple en agua (807 °C).



Figura 59. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación intensa (centro de probeta) correspondientes a temple en agua (850 °C).



Figura 60. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a temple en agua (760 °C).



Figura 61. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a temple en agua (790 °C).



Figura 62. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a temple en agua (807 °C).


Figura 63. Microestructuras de deformación para las regiones de deformación moderada (regiones laterales a la mitad del espesor de las probetas de compresión) correspondientes a temple en agua (850 °C).



Figura 64. Microestructuras de la aleación Ti407 sometida a: (a) un tratamiento térmico de solución durante 2 horas seguido por temple en agua, (b) calentada a las temperaturas indicadas en las etiquetas y templadas en agua, y (c) deformadas en compresión uniaxial a una deformación ingenieril de -0.6 y enfriada al aire. Las probetas de compresión tenían una relación de aspecto de 1.75 y la microestructura corresponde a la región de deformación intensa en el centro de la probeta.



Figura 65. Microestructuras de la aleación Ti407 sometida a: (a) un tratamiento térmico de solución durante 2 horas seguido de enfriamiento lento en el horno, (b) calentada a las temperaturas indicadas en las etiquetas y templadas en agua y (c) deformadas en compresión uniaxial a una deformación ingenieril de -0.6 y enfriada al aire. Las probetas de compresión tenían una relación de aspecto de 1.75 y la microestructura corresponde a la región de deformación intensa en el centro de la probeta.



Figura 66. Patrones de difracción de rayos-X de la aleación Ti-407 con microestructura inicial tipo M1 (α 'HCP+ β -BCC metaestable) sometida a un calentamiento a diferentes temperaturas durante 15 minutos seguido por temple en agua. Notar que, con excepción del patrón correspondiente a 790 °C, únicamente se pueden observar picos correspondientes a la fase α -HCP del titanio. El pico que aparece a ~39°2 θ en la muestra calentada a 790 °C corresponde al óxido de Ti, el cual no fue removido completamente de la superficie de la muestra durante su preparación para obtener el patrón de rayos-X. Los picos (0002) α y (111) β se traslapan y, mediante está técnica no es posible confirmar la presencia de fase β -Ti en estas microestructuras.



Figura 67. Patrones de difracción de rayos-X de la aleación Ti-407 con microestructura inicial tipo M3 (α 'HCP+ α -HCP+ β -BCC metaestable) sometida a un calentamiento a diferentes temperaturas durante 15 minutos seguido por temple en agua. Notar que únicamente se pueden observar picos correspondientes a la fase α -HCP del titanio. Los picos (0002) α y (111) β se traslapan y, mediante está técnica no es posible confirmar la presencia de fase β -Ti en estas microestructuras.

TTS+TA	D) ^{PHASE}	TOTAL FRACTION	PARTITION FRACTION
	TITANIUM (ALPHA)		
		0.833	0.833
	TITANIUM (BETA)	0.167	0.167
40 m			
TTS+EH	H)	TOTAL FRACTION	PARTITION FRACTION



Figura 68. Mapas de fases obtenidos mediante microscopía de imágenes de orientación (OIM) usando difracción de electrones dispersados frontalmente (EBSD) en el MEB para las muestras con microestructuras M1 y M3.



Figura 69. Efecto del recalentamiento de las microestructuras M1 y M3 a T<T_{β -transus} (770 y 830 °C) y a T>T_{β -transus} (910 °C) a seguido por temple en agua sobre la distribución de fases.



Figura 70. Efecto de la temperatura de recalentamiento seguido por temple en agua sobre la microdureza de la aleación Ti-407 con diferentes microestructuras iniciales; M1: α '-HCP (martensita)+ β -BCC metaestable; M2: α '-HCP (martensita)+ α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable; M3: α -HCP (Widmansttäten)+ β -BCC metaestable.



Figura 71. Efecto de la deformación plástica en compresión uniaxial (e=-0.6), la temperatura de deformación, la microestructura inicial y la relación de aspecto de las probetas sobre la microdureza resultante después de que las muestras deformadas fueron enfriadas en aire quieto hasta temperatura ambiente: (a) $H_0/D_0=0-3$, (b) $H_0/D_0=1.75$.



Figura 72. El efecto de la zona en la probeta de compresión donde se mide la microdureza.(a) zona de deformación intensa (centro), (b) zona de deformación moderada (lateral central),c) zona de poca deformación (por debajo del yunque).

7. CONCLUSIONES

Los resultados experimentales de la presente investigación demostraron que:

- La fricción causa un aumento significativo sobre los esfuerzos requeridos para causar deformación plástica en el material. Sin embargo, al aumentar la relación de aspecto de las probetas de compresión los efectos de la fricción sobre el volumen del material disminuyen. Adicionalmente, dado que la relación de aspecto disminuye al aumentar la deformación, los efectos de la fricción se vuelven más importantes a mayores deformaciones. Este efecto causa que el esfuerzo ingenieril se incremente rápidamente con la deformación, es decir el material exhibe una razón δS/δe mayor que la esperada por el endurecimiento por deformación asociado con el incremento en la densidad de dislocaciones y la mayor dificultad que tienen las dislocaciones móviles para vencer obstáculos al deslizamiento.
- 2. El incremento en la temperatura causa que la Región 2 de la curva S-e (la región de transición entre condiciones de deformación de baja y alta fricción) disminuya y eventualmente a 850 °C desaparezca completamente. Considerando que el coeficiente de fricción bajo condiciones de fricción deslizante está dado por $\mu=\tau/P$, donde P es la presión normal a la superficie y τ es el esfuerzo de corte en la interfase, la disminución de la extensión de la Región 2 se debe a las menores presiones requeridas para deformar el material a mayores temperaturas y al incremento de la fracción en volumen de fase β al aumentar la temperatura.
- 3. Considerando que los efectos de fricción se vuelven despreciables cuando $D_o/H_o \rightarrow 0$, los resultados de la presente investigación demostraron que las curvas de flujo σ - ϵ pueden calcularse a partir de los datos de las curvas S- ϵ_p empleando el método gráfico propuesto por Cook y Larke.
- Con excepción de las gráficas correspondientes a la temperatura de 850 °C, todas las curvas de flujo determinadas para la aleación Ti407 con una microestructura bifásica (α-HCP+β-BCC) exhiben ablandamiento progresivo conforme se incrementa la deformación plástica. La magnitud del ablandamiento parece disminuir con el

incremento en la temperatura hasta que la curva de flujo determinada a 850 °C exhibe endurecimiento por deformación a una velocidad que disminuye con el incremento en la deformación plástica. Este comportamiento puede ser atribuido al incremento con la temperatura de la fracción en volumen de fase β -BCC. Como se discutió previamente, la cantidad de esta fase se incrementa rápidamente a medida que la temperatura aumenta por encima de 600 °C.

5. Los resultados del análisis de las microestructuras de deformación obtenidos en la presente investigación demostraron que la microestructura inicial no tiene un efecto significativo sobre el comportamiento de flujo hasta deformaciones verdaderas en compresión uniaxial de aproximadamente 0.35. Por lo tanto, tampoco se observó un efecto significativo sobre la evolución de la microestructura durante la deformación y las propiedades finales en el producto deformado.

BIBLIOGRAFÍA

Aamer Nazir, Jeng-Ywan Jeng, Buckling behavior of additively manufactured cellular columns: Experimental and simulation validation, Department of Mechanical Engineering, National Taiwan University of Science and Technology, Taiwan, ROC, 2019.

Adrian P. Mouritz, Introduction to aerospace materials, Cambridge, UK, 2012.

A.M. Sabroff, O.J. Huber and P.D. Frost, Trans, ASME, 801, 124-132, 1958.

A.M. Sabroff, and P.D. Frost, Trans, ASLE, 3, 61-68, 1960.

Amit Bhaduri, Mechanical Properties and Working of Metals and Alloys, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Indian Institute of Technology Kharagpur, Kharagpur, India, 2018.

Baufeld B and Biest O. Mechanical properties of Ti6Al4V specimens produced by shaped metal deposition. Sci Technol Adv Mat 2009; 10: 015008.

B.R. Chadha, D.P. Dobhal and L.R. Gupta, Development of a Colloidal Graphite Lubricant, Indian Institute of Petroleum, Dehra, India, 2007.

Chris Dredge, Rachid M'Saoubi, Ben Thomas, Oliver Hatt, Meurig Thomas and Martin Jackson, A low-cost machinability approach to accelerate titanium alloy development, Department of Materials Science and Engineering, The University of Sheffield, Sheffield, UK, 2020.

Christoph Leyens, Manfred Peters, Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications, German Aerospace Center Institute of Materials Research, Köln, Germany.

Cook M. and Larke E.C., Journal of the Institute of Metals 71, 371, 1945)

Edward Arnold, Principles of Metalworking, London, 1945.

Gaurav Singh, J. Quinta da Fonseca, M. Preuss, Microstructure Evolution and Deformation Texture During Rolling of TIMETAL® 407, School of Materials, The University of Manchester, Manchester, UK, 2020. George E. Dieter, Mechanical Metallurgy, McGraw-Hill, University of Maryland, EUA, 1988.

Gray G, Kuhn H and Medlin D. ASM handbook volume 8: mechanical testing and evaluation. Materials Park, OH: ASM International, 2000, p.462.

G.W. Kuhlman, R. Pishko, Processing-Property Relatioship in Hot Die Forged Alpha-Beta and Near-Beta Aitanium Alloys, Fabricating Technology Division, Alcoa Laboratories, Alcoa Center, Pennsylvania, US, 1984.

Hong S, Markus I and Jeong W. New cooling approach and tool life improvement in cryogenic machining of titanium alloy Ti-6Al-4V. Int J Mach Tool Manu 2001; 41:2245–2260.

Huron Industries, Inc., Technical Data Sheet "NEOLUBE No. 2 Lubricant Colloidal Graphite in Isopropanol", 2018.

J. Dutta Majumdar, I. Manna, Laser surface engineering of titanium and its alloys for improved wear, corrosion and high-temperature oxidation resistance, Indian Institute of Technology, Kharagpur, India, 2015.

J.T. Berry, M.H. Pope, and N. Misra, in, R.I. and H.M. Burte, Titanium Science and Technology, Plenum, New York, Vol. 1,419-429, 2019.

Louis F. Vosteen, Effect of Temperature on Dynamic Modulus of Elasticity of some Structural Alloys, National Advisory Committee for Aereonautics, Technical Note 4948, August, 1958.

L. Wang, X.G. Fan, M. Zhan, X.Q. Jiang, Y.F. Liang, H.J. Zheng, W.J. Liang: Revisiting the lamellar globularization behavior of a two-phase titanium alloy from the perspective of deformation modes; Journal of Materials Processing Tech. 289, 2021.

Mabery C.F., Lubrication with oils and with Colloidal Graphite, Journal of the American Society of Mechanical Engineers, 1913.

Mutiu F. Erinosho, Esther T. Akinlabi, Study of Friction during Forging Operation, London, UK., 2016).

Seitzman L.E., Bolster R.N., Singer I.L., IBAD MoS2 lubrication of titanium alloys, Naval Research Labratory, Washington D.C., 1994.

S. James, Y. Kosaka, R. Thomas, P. Garrat (2016), TIMETAL® 407: A TITANIUM ALLOY TO ENABLE COST REDUCTION, The Minerals, Metals & Materials Society, TIMET, UK.

Shivpuri R. Advances in numerical modeling of manufacturing processes: application to steel, aerospace and automotive industries. T Indian I Metals 2004; 57: 345–366.

Ujjwal Kumar (2014), HOT FORGING LUBRICANTS, International Journal of Mechanical Engineering and Robotic Research, Department of Forge Technology, National Institute of Foundry and Forge Technology, Jharkhand, India.

Veiga C, Davim JP and Loureiro. Review on machinability of titanium alloys: the process perspective. Rev Adv. Mater Sci 2013; 34: 148–164.

W. Davey, M.R. Bache, H.M. Davies, M. Thomas and I. Bermant-Parr, Fatigue Performance of the Novel Titanium Alloy TIMETAL® 407, Institute of Structural Materials, College of Engineering, Swansea University, UK, 2020.

Yao Z, Mei D, Shen H, et al. A friction evaluation method based on barrel compression test. Tribol Lett 2013; 51: 525–535.