



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SÁN NICOLÁS DE HIDALGO  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES  
METALÚRGICAS



---

**CARACTERIZACIÓN POR MEDIO DE TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS DE  
NANOPARTICULAS PRECIPITADAS EN UNA ALEACIÓN Ti-6Al-4V TRATADA  
TÉRMICAMENTE POR ENVEJECIMIENTO.**

TESIS

Para obtener el grado de:  
MAESTRO EN METALURGIA Y  
CIENCIAS DE LOS MATERIALES

Presenta:

ING. BAYRON SANTOVEÑA CHÁVEZ

Asesor:

DR. EN FILOSOFÍA. HÉCTOR GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS

Morelia, Michoacán, Diciembre del 2013

## **AGRADECIMIENTOS**

- Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Conacyt), por la beca 421253 otorgada para la realización de estos estudios.
- Al doctor Héctor Guillermo Carreón Garcidueñas, Asesor de este trabajo de investigación, por su apoyo y conocimientos brindados.
- A los doctores integrantes de mi mesa de sinodales, Dr. Gerardo Barrera C., Dr. Ignacio Mejía G., Dr. Alberto Ruiz M., Dr. Rafael García H. y Dr. Jorge A. Verduzco M., por sus valiosas aportaciones a este trabajo.
- Al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas de la U.M.S.N.H., por permitirme pertenecer al programa de Maestría en Metalurgia y Ciencia de los Materiales.
- Al personal del I.I.M. de la U.M.S.N.H. que gestiona y hace posible la adquisición y operación de los equipos utilizados durante la investigación realizada en este trabajo.
- A mis compañeros del I.I.M. por los momentos de trabajo compartidos y amigos por sus consejos y apoyo para la realización de este trabajo, en especial a Deisy Ramirez, Isabel Pintor, Esmeralda Villicaña y Maritza Cuevas.
- A mis padres Luis Santoveña y Ma. Elena Chávez, y mis hermanos Luis, Iván y Aylín, por su apoyo incondicional durante toda mi formación académica.

## **DEDICATORIA**

A mi familia y amigos que forman parte de mi familia que creyeron en mí y continuamente demuestran su apoyo cuando más se les necesita.

# ÍNDICE GENERAL

<b>ÍNDICE DE TABLAS</b>	v
<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b>	vi
<b>GLOSARIO</b>	xi
<b>NOMENCLATURA</b>	xiii
<b>RESUMEN</b>	xiv
<b>ABSTRACT</b>	xv
<b>INTRODUCCIÓN</b>	xvi
<b>OBJETIVOS</b>	xviii
a. Objetivo general.	xviii
b. Objetivos particulares.	xviii
<b>JUSTIFICACIÓN</b>	xix
<b>HIPÓTESIS</b>	xx
<b>CAPÍTULO 1. Revisión bibliográfica.</b>	1
1. 1 El titanio y sus propiedades.	1
1.1. 1 Aleaciones de titanio.	2
1.1. 2 Estructuras $\alpha$ .	3
1.1. 3 Estructuras $\beta$ .	5
1.1. 4 Transformación $\beta$ - $\alpha$ .	5
1.1. 5 Textura cristalográfica e inducida en aleaciones de titanio.	6
1. 2 Aleación Ti-6Al-4V.	7
1.2. 1 Microestructuras del Ti-6Al-4V.	9
1.2.1. 1 Estructura laminar.	9
1.2.1. 2 Estructura equiaxial.	10
1.2.1. 3 Estructura bimodal.	11
1.2.1. 4 Estructura martensítica.	11
1.2. 2 Tratamientos térmicos del Ti-6Al-4V.	14
1.2.2 1 Tratamiento térmico de envejecimiento.	15
1.2.2 2 Efecto de la temperatura y el tiempo en el envejecimiento.	18
1. 3 Termoelectricidad.	18
1.3. 1 Flujo de portadores de carga.	21
1.3. 2 Efecto Seebeck.	23
1.3. 3 Técnica de potencial termoeléctrico.	24
1. 4 Técnica de ultrasonido.	27
1. 5 Estado del arte.	30
<b>CAPITULO 2. Desarrollo experimental.</b>	37
2. 1 Selección y obtención de probetas de Ti-6Al-4V.	37
2. 2 Obtención de microestructuras acicular y equiaxial.	37

2.2. 1 Microestructura acicular.	38
2. 3 Tratamiento térmico de envejecimiento.	39
2. 4 Caracterización.	40
2.4. 1 Microscopía óptica (MO).	40
2.4. 2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).	41
2.4. 3 Potencial termoelectrico (PTE).	42
2.4. 4 Ultrasonido (UT).	45
2.4. 5 Microdureza Vickers (HV).	48
2.4. 6 Difracción de rayos-X (DRX).	49
<b>CAPITULO 3. Análisis y discusión de resultados.</b>	<b>50</b>
3. 1 Microscopía óptica.	50
3. 2 Microscopía electrónica de barrido.	59
3. 3 Potencial termoelectrico (PTE).	70
3.3. 1 (PTE) Método de gradiente lateral (bloques de cobre).	70
3.3. 2 (PTE) Método de punta caliente (punta de oro).	72
3.3. 3 Método de punta caliente (punta de cobre).	72
3.3. 4 Determinación de la sensibilidad de los métodos.	73
3. 4 Velocidad ultrasónica.	76
3.4. 1 Velocidad ultrasónica transversal.	77
3. 5 Microdureza Vickers.	87
3. 6 Difracción de rayos-X.	92
3. 7 Discusión de resultados.	96
<b>CAPITULO 4. Conclusiones.</b>	<b>100</b>
<b>Sugerencias para trabajo futuro.</b>	<b>101</b>
<b>Contribuciones de este trabajo de investigación.</b>	<b>101</b>
<b>Referencias.</b>	<b>102</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>CAPÍTULO 1. Revisión bibliográfica.</b>	1
Tabla 1. I Propiedades físicas de titanio $\alpha$ policristalino y titanio $\beta$ de alta pureza (> 99.9%) a 25°C [13].	2
Tabla 1. II Propiedades mecánicas de Ti-6Al-4V [1].	7
Tabla 1. III Relación entre característica microestructural y propiedades mecánicas Ti-6Al-4V [5].	13
Tabla 1. IV Tratamientos térmicos aplicados a la aleación de Ti-6Al-4V [5].	14
<b>CAPITULO 2. Desarrollo experimental.</b>	37
Tabla 2. I Capa de óxido mínima a ser removida después de ser expuesta la aleación Ti-6Al-4V a atmosferas oxidantes [20].	40
Tabla 2. II Disposición de especímenes montados en resina.	41
Tabla 2. III Potencial termoeléctrico absoluto.	43
Tabla 2. IV Mediciones de PTE para calibración de equipo.	44
<b>CAPITULO 3. Análisis y discusión de resultados.</b>	50
Tabla 3. I Comparación entre métodos de gradiente lateral por medio de coeficientes de correlación.	744
Tabla 3. II Valor de PTE y tiempo de envejecimiento, para las dos microestructuras a diferentes temperaturas de envejecimiento con los métodos de PTE de punta caliente y gradiente lateral.	766
Tabla 3. III Valor máximo y mínimo de velocidad ultrasónica y tiempo de envejecimiento, para las dos microestructuras a diferentes temperaturas de envejecimiento con polarización de onda a 0° y 90°	822
Tabla 3. IV Valor máximo y mínimo de módulo de Young y módulo de corte y tiempo de envejecimiento, para las dos microestructuras a diferentes temperaturas de envejecimiento.	877
Tabla 3. V Valores máximos y mínimos obtenidos de las microestructuras equiaxial y acicular para los tratamientos térmicos de envejecimiento.	911

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>CAPÍTULO 1. Revisión bibliográfica.</b>	1
Figura 1. 1 Influencia de elementos de aleación en los diagramas de fase del titanio [1].	3
Figura 1. 2 Transformación $\beta$ - $\alpha$ de acuerdo a la relación de Burgers [1].	6
Figura 1. 3 Texturas cristalográficas basales de aleaciones de titanio laminadas.	7
Figura 1. 4 Diagrama de equilibrio para Ti-6Al-4V [1].	8
Figura 1. 5 Fundición de Ti-6Al-4V, marcos de ventilador de motor de jet [15].	8
Figura 1. 6 Tratamientos termo-mecánicos de aleaciones de titanio [1].	9
Figura 1. 7 Estructura Widmanstätten en Ti-6Al-4V.	10
Figura 1. 8 Estructura Equiaxial en Ti-6Al-4V.	11
Figura 1. 9 Estructura bimodal en Ti-6Al-4V.	11
Figura 1. 10 Estructura martensítica $\alpha'$ por encima de $T_{\beta}$ en Ti-6Al-4V.	12
Figura 1. 11 Representación esquemática de las fases obtenidas en Ti-6Al-4V después del templado en agua a diferentes temperaturas [7].	12
Figura 1. 12 Precipitado coherente a tensión con relación a la estructura de la matriz.	15
Figura 1. 13 Porcentaje de fases contra temperatura calculado por JMatPro 7.0 [56].	16
Figura 1. 14 Diagrama ternario Ti, Al, V [57].	17
Figura 1. 15 Diagrama de fase Ti-Al. (T.B. Massalski, 1990). [1]	17
Figura 1. 16 Efecto del tiempo y temperatura en el envejecimiento de la aleación (Al-4% Cu) [19].	18
Figura 1. 17 Esquema del efecto Seebeck.	20
Figura 1. 18 Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termopares [37].	20
Figura 1. 19 Esquema de PTE absoluto, $S_d =$ PTE componente de flujo de electrón, $S_g =$ PTE componente fonón/electrón. $\Theta =$ temperatura de Debye.	22
Figura 1. 20 Efecto Seebeck. Gradiente de temperatura en un conductor.	23
Figura 1. 21 Diagrama esquemático de la unión doble en la que se muestra el efecto Seebeck	24
Figura 1. 22 a) Diagrama esquemático del equipo de gradiente lateral b) Gradiente térmico.	25
Figura 1. 23 a) Diagrama esquemático del equipo de punta caliente b) gradiente térmico.	26

Figura 1. 24 Propagación de una onda longitudinal y una onda de corte en el material [36].	28
Figura 1. 25 Configuración geométrica para medición de la birrefringencia [9].	29
Figura 1. 26 Separación de la señal en un componente “rápido” y otro” lento” cuando la dirección de polarización está entre la dirección “pura” debido a la birrefringencia [9].	30
Figura 1. 27 Partículas homogéneamente distribuidas de $\alpha_2$ precipitadas de tamaño 50-200 nm homogéneamente distribuidas dentro de $\alpha$ , la cual es similar para las tres estructuras [3].	31
Figura 1. 28 a) modulo de corte y modulo de Young, b) correlación de PTE entre modulo de rigidez y modulo de Young [45]	32
Figura 1. 29 Comparativo entre los valores del PTE, dureza Rc y parámetro de celda unitaria [21].	32
Figura 1. 30 Incremento del poder termoeléctrico debido al envejecimiento, recuadro: envejecimiento a 500°C para periodos de tiempo más largos [48].	33
Figura 1. 31 a) Variación PTE, b) fracción volumétrica de carburos, c) diámetro del grano de austenita, d) fracción volumétrica de austenita retenida y dureza de las muestras templadas desde diferentes temperaturas de austenización. De la misma aleación [26].	35
Figura 1. 32 Explicación de cruces positivos usados para mediciones de tiempo [35].	36
<b>CAPITULO 2. Desarrollo experimental.</b>	37
Figura 2. 1 Esquema de arreglo experimental.	37
Figura 2. 2 Ciclo térmico para la obtención de la estructura acicular.	38
Figura 2. 3 Ciclo térmico para la obtención de la estructura globular.	39
Figura 2. 4 Probetas sumergidas en resina, microestructura equiaxial contigua a referencia redonda.	41
Figura 2. 5 Gráfico de calibración de Ti-6Al-4V con punta de cobre.	44
Figura 2. 6 Gráfico de calibración de Ti-6Al-4V con punta de oro.	45
Figura 2. 7 Arreglo de inspección de velocidad ultrasónica longitudinal.	46
Figura 2. 8 Arreglo de inspección de velocidad ultrasónica transversal, polarización de la onda a 0 y 90° (velocidad rápida y velocidad lenta respectivamente).	47
Figura 2. 9 Esquema de medición de la densidad por el método de Arquímedes.	48

<b>CAPITULO 3. Análisis y discusión de resultados.</b>	50
Figura 3. 1 Micrografía de sección paralela a la dirección de laminado, estructura “laminado-recocido” ( Mill-annealed).	50
Figura 3. 2 Micrografía de microestructura obtenida del tratamiento térmico microestructural a) acicular, 100X. b) equiaxial, 500X.	51
Figura 3. 3 Evolución de microestructura acicular a 575°C, a) 2 h, b) 16 h, c) 48h, d) 144 h, e) 288 h, f) 432 h, g) 576 h.	533
Figura 3. 4 Evolución de microestructura acicular a 575°C, a) 2 h, b) 16 h, c) 48 h, d) 144 h, e) 288 h, f) 432 h.	54
Figura 3. 5 Tamaño de colonia contra tiempo de envejecimiento microestructura acicular, b) Espesor de frontera de grano contra tiempo de envejecimiento microestructura acicular, c) Espesor de lámina $\alpha$ contra tiempo de envejecimiento microestructura acicular.	55
Figura 3. 6 Evolución de microestructura equiaxial a 575°C, a) 2 h, b) 16 h, c) 48 h, d) 144 h, e) 288 h, f) 432 h, g) 576 h.	57
Figura 3. 7 Tamaño de grano $\alpha$ contra tiempo de envejecimiento microestructura equiaxial.	57
Figura 3. 8 Porcentaje de fase $\alpha$ contra tiempo de envejecimiento (microestructura equiaxial y acicular a 575°C).	58
Figura 3. 9 Porcentaje de fase $\alpha$ contra tiempo de envejecimiento (microestructura equiaxial y acicular a 515°C).	58
Figura 3. 10 Estructura acicular 515°C, 288 h. de envejecimiento.	60
Figura 3. 11 Estructura acicular 515°C, 288 h. zona $\alpha/\beta$ .	60
Figura 3. 12 Microestructura equiaxial 515°C, 288 h. (2,000X).	61
Figura 3. 13 Microestructura equiaxial 515°C, 288 h. Zona $\beta$ (30,000X).	61
Figura 3. 14 Microestructuras aciculares 515°C, a) 2 h., b) 288 h. y c) 576 h. Amplificación 10,000X.	62
Figura 3. 15 Microestructuras aciculares 545°C, d) 2 h., e) 288 h. y f) 576 h. Amplificación 10,000X.	62
Figura 3. 16 Microestructuras aciculares 575°C, g) 2 h., h) 288 h. y i) 576 h. Amplificación 10,000X.	63
Figura 3. 17 Microestructuras aciculares 575°C, j) 2 h., k) 288 h. y l) 576 h. Amplificación 30,000X.	63
Figura 3. 18 Evolución de precipitados $\alpha_2$ en microestructura equiaxial a 575°C, a) 2 h., b) 16 h., c) 48 h., d) 144 h., e) 288 h., f) 432 h., g) 576 h. Amplificación 50,000X.	65
Figura 3. 19 Tamaño de partícula $\alpha_2$ contra tiempo de envejeciendo a 575°C, microestructura equiaxial.	66

Figura 3. 20 Porcentaje de $\alpha_2$ precipitada dentro de $\alpha$ Contra tiempo de envejecimiento a 575°C para la microestructura equiaxial.	66
Figura 3. 21 Porcentaje de fase $\alpha$ precipitada en la microestructura, y porcentaje de fase $\alpha_2$ precipitada en $\alpha$ para la microestructura equiaxial a 575°C.	67
Figura 3. 22 Porcentaje de fase $\alpha$ precipitada en la microestructura, y porcentaje de fase $\alpha_2$ precipitada en $\alpha$ para la microestructura equiaxial a 515°C.	67
Figura 3. 23 Porcentaje de fase $\alpha$ precipitada en la microestructura, y porcentaje de fase $\alpha_2$ precipitada en $\alpha$ para la microestructura acicular a 515°C.	67
Figura 3. 24 Tamaño de partícula $\alpha_2$ contra tiempo de envejeciendo a 515°C, microestructura acicular.	68
Figura 3. 25 Porcentaje de $\alpha_2$ precipitada dentro de $\alpha$ Contra tiempo de envejecimiento a 515°C para la microestructura acicular.	68
Figura 3. 26 Contenido del Al % en peso en la fase Alfa de la microestructura equiaxial a 575°C.	69
Figura 3. 27 Espectrograma de la fase $\alpha$ y $\beta$ de la aleación Ti-6Al-4V.	70
Figura 3. 28 PTE Contra tiempo de envejecimiento, por el método de gradiente lateral.	71
Figura 3. 29 PTE Contra tiempo de envejecimiento para método de punta caliente (punta de oro).	72
Figura 3. 1 PTE Contra tiempo de envejecimiento con método de punta caliente (punta de cobre).	73
Figura 3. 31 Gráfico de coeficiente de correlación entre técnicas de PTE (gradiente lateral contra punta caliente de oro).	74
Figura 3. 32 Velocidad ultrasónica transversal en microestructura equiaxial para temperaturas de envejecimiento de 515, 545 y 575°C a diferentes tiempos y polarizada a 0 y 90°.	77
Figura 3. 33 Velocidad ultrasónica transversal en microestructura acicular para temperaturas de envejecimiento de 515, 545 y 575°C a diferentes tiempos y polarizada a 0 y 90°.	78
Figura 3. 34 Velocidad transversal de microestructura equiaxial y acicular envejecida a 575°C, polarizada en 0 y 90°.	79
Figura 3. 35 Relación entre velocidad ultrasónica transversal a 90° y porcentaje en peso de aluminio en fase $\alpha$ para microestructura equiaxial envejecida a 575°C.	79
Figura 3. 36 Relación entre velocidad ultrasónica transversal a 90° y porcentaje en peso de aluminio en fase $\alpha$ para microestructura acicular envejecida a 515°C.	80

Figura 3. 37 Tendencia logarítmica al incremento en la velocidad ultrasónica para la microestructura equiaxial y acicular a 515°C, 545°C y 575°C polarizado a 0° y 90°.	81
Figura 3. 38 Velocidad ultrasónica contra tiempo de envejecimiento a 515, 545 y 575°C a) equiaxial polarizada 0°, b) equiaxial polarizada 90°, c) acicular polarizada 90°, d) acicular polarizada 0°.	81
Figura 3. 39 Relación entre PTE y velocidad ultrasónica en una microestructura acicular tratada por envejecimiento a 515°C.	83
Figura 3. 40 Variación de la densidad de estructura equiaxial contra el tiempo de envejecimiento a diferentes temperaturas.	84
Figura 3. 41 Variación de la densidad de estructura acicular contra el tiempo de envejecimiento a diferentes temperaturas.	84
Figura 3. 42 Módulo de Young paralelo a la dirección de laminación contra tiempo de envejecimiento de microestructura acicular y equiaxial.	85
Figura 3. 43 Módulo de corte paralelo a la dirección de laminación contra tiempo de envejecimiento de microestructura acicular y equiaxial.	86
Figura 3. 44 Módulo de corte paralelo a la dirección de laminación contra tiempo de envejecimiento a) acicular, b) equiaxial. Módulo de Young paralelo a la dirección de laminación c) acicular, d) equiaxial.	86
Figura 3. 45 Microdureza Vickers a 515, 545 y 575°C contra tiempo de envejecimiento, a) estructura equiaxial, b) estructura acicular.	89
Figura 3. 46 Huellas de indentador en las microestructuras envejecidas a 575°C por 288 horas (500 X) a) equiaxial, b) acicular.	90
Figura 3. 47 Tendencia logarítmica de la microdureza Vickers contra tiempo de envejecimiento para la microestructura equiaxial y acicular a 515, 545 y 575°C.	91
Figura 3. 2 Difractograma de aleación Ti-6Al-4V del material en estado de adquisición comercial.	93
Figura 3. 3 Difractograma de microestructura equiaxial, envejecida a 545°C, a diferentes tiempos.	94
Figura 3. 50 Relevado de esfuerzos residuales en la aleación Ti-6Al-4V contra tiempo. [5]	944
Figura 3. 4 Difractograma de microestructura acicular, envejecida a 545°C, a diferentes tiempos.	95
Figura 3. 52 Distancia interplanar (plano prisma $\{10\bar{1}0\}$ de fase alfa con respecto al tiempo de envejecimiento para la temperatura de 545°C a) microestructura equiaxial, b) microestructura acicular.	955

## GLOSARIO

**Alotropía:** Propiedad que poseen ciertos elementos para existir en dos o más formas o estructuras cristalinas diferentes que son químicamente idénticas pero tiene distintas propiedades físicas.

**Anisotropía:** Capacidad de un material a cambiar sus propiedades con respecto a la dirección que sea medida.

**Beta transus:** Punto en el diagrama de equilibrio de fases donde comienza o termina la transformación de la fase beta.

**Birrefringencia:** Capacidad de un material anisotrópico de refractar una onda acústica o visible en dos rayos linealmente polarizados perpendiculares entre sí, siguiendo caminos diferentes.

**Coefficiente de difusión:** valor que representa la facilidad con la cual un soluto se mueve a través de un solvente.

**Colonia beta:** Agrupación microestructural contenida dentro de un grano de fase beta delimitado por fronteras de grano de fase alfa.

**Dislocación:** Defecto en la red cristalina de dimensión uno que afecta una fila de un conjunto de átomos de la red cristalina.

**Distancia interplanar:** Distancia entre dos planos de átomos paralelos y adyacentes con los mismos índices de Miller.

**Elemento de partición:** Elementos de la tabla periódica capaces de propiciar la división de distintas fases cristalinas.

**Elemento de transición:** elemento cuya subcapa  $d$  o  $f$  se encuentra parcialmente ocupados.

**Elemento intersticial:** elemento cuyo radio atómico es suficientemente pequeño como para ocupar los huecos dejados entre los átomos de otro elemento.

**Energía de Fermi:** es la energía del nivel más alto ocupado por un sistema cuántico a temperatura de cero K.

**Envejecimiento artificial:** Tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación a una temperatura superior a la del medio ambiente.

**Envejecimiento natural:** Tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación a una temperatura igual a la del medio ambiente.

**Esfuerzo residual:** Esfuerzo de tensión o compresión remanente en un material después de haber sido sometido a fuerzas externas.

**Fase intermetálica:** fase de una aleación homogénea en la proporción de sus constituyentes.

**Fase metaestable:** Sistema de equilibrio débilmente estable dentro de las condiciones presentes.

**Fonón:** cuasi-partícula o modo cuantizado vibratorio dentro de la red cristalina

**Frecuencia:** Número de repeticiones por unidad de tiempo de un sistema cíclico.

**Frontera de antifase:** transformación orden/desorden donde los átomos tienen “átomos vecinos equivocados” constituyendo regiones de alta energía.

**Granos primarios:** Microestructura principal que persiste durante la evolución microestructural.

**Límite de grano:** Superficie de separación entre dos cristales de un sistema policristalino.

**Macla:** División de un cristal que guarda la misma red cristalina que el cristal base pero con diferente orientación cristalográfica.

**Maquinabilidad:** Facilidad con la que un material puede ser cortado o trabajado.

**Martensita:** Fase generada por transformación sin difusión.

**Martensita templada:** Martensita obtenida mediante enfriamiento rápidos desde temperaturas superiores a las de transición.

**Matriz:** Fase cristalina de mayor proporción que contiene elementos de distinta composición.

**Módulo elástico:** Medida relacionada con la tensión y la deformación reversible.

**Nucleación:** Inicio de cambio de estado en una región pequeña pero estable.

**Parámetro de red:** distancia constante entre celdas unitarias de una red cristalina.

**Polarización ortogonal:** Orientación perpendicular con respecto a la primera orientación.

**Precipitado coherente:** Es aquel que mantiene una cierta similitud en su orientación con respecto a la matriz pero formando una red cristalina deformada.

**Proceso termomecánico:** Es aquel en el que el material es sometido a deformaciones plásticas con la presencia de la acción de la temperatura.

**Propiedades intrínsecas:** Característica particular de un material donde no influyen agentes externos.

**Pulvimetalurgia:** O metalurgia de polvos es el proceso de fabricación que parte de polvos muy finos compactados para darles una forma necesaria.

**Quasi-estático:** Proceso en el cual se tienen bien definidas sus variables macroscópicas debido a la velocidad del proceso que asegura cierto grado de uniformidad.

**Recristalización:** Formación de nuevos cristales libres de tensiones, eliminando así el metal perturbado por la deformación en frío.

**Semiconductor:** Material que se comporta como conductor o como aislante, controlando así el flujo de electrones a través de él.

**Soldabilidad:** Facilidad que ofrecen los materiales para ser unidos mediante soldadura.

**Soluto:** Elemento de mayor composición dentro de una mezcla.

**Subcolonia:** Sub-estructuras de idéntica orientación cristalográfica, contenidas dentro de una estructura primaria.

**Submicronico:** De dimensiones inferiores a la micra.

**Templado:** Tratamiento térmico utilizado para incrementar la dureza en ciertas aleaciones mediante el enfriamiento rápido de una aleación calentada.

**Termopar:** transductor genera un voltaje a partir de una diferencia de temperatura.

**Textura inducida:** Orientación preferencial de cristales de un material policristalino generado por condiciones de deformación.

**Transductor:** Dispositivo capaz de transformar una señal de entrada en otra de salida.

## NOMENCLATURA

$T_{\beta}$ = Beta transus.	$M_S$ = Inicio de transformación martensítica.
$\alpha_P$ = Alfa primaria.	$\delta_S$ = Densidad del espécimen.
$\alpha_S$ = Alfa secundaria.	$\delta_W$ = Densidad del agua.
$S$ = Potencial termoeléctrico.	$W_S$ = Peso en seco del espécimen.
$S_d$ = Potencial termoeléctrico difusional.	$W_W$ = Peso del volumen desplazado de agua.
$S_g$ = Potencial termoeléctrico fonón/electrón.	$F$ = Fuerza o carga.
$T$ = Temperatura.	$D$ = Distancia diagonal de la huella.
$\Delta V$ = Diferencia de voltaje.	$PTE$ = Potencial termoeléctrico.
$\Delta T$ = Diferencia de temperatura.	$FEM$ = Fuerza electromotriz.
$e$ = Carga del electrón.	$END$ = Ensayos no destructivos.
$E_e$ = Energía del electrón.	$MO$ = Microscopía óptica.
$E_F$ = Energía de Fermi.	$MEB$ = Microscopía electrónica de barrido.
$K_B$ = Constante de Boltzmann.	$UT$ = Ultrasonido.
$\sigma$ = Conductividad eléctrica.	$HV$ = Microdureza Vickers.
$c$ = Velocidad ultrasónica.	$DRX$ = Difracción de rayos-X.
$t$ = Tiempo.	$\mu$ = Coeficiente de Thomson
$l$ = Espesor del material.	$\Pi$ = Coeficiente de Peltier
$c_c$ = Velocidad ultrasónica onda longitudinal.	
$c_s$ = Velocidad ultrasónica onda de corte.	
$\nu$ = Relación de Poisson.	
$\rho$ = Densidad.	
$E$ = Módulo elástico.	
$G$ = Módulo de corte.	
$\lambda$ = Longitud de onda.	
$d$ = Espaciamiento entre planos cristalinos.	
$\theta$ = Ángulo de difracción.	
$\theta (T)$ = Temperatura de Debye.	

## RESUMEN

En este trabajo se reportan los datos experimentales de la sensibilidad intrínseca del PTE a cambios microestructurales de una aleación de Ti-6Al-4V con una microestructura acicular y una aleación de Ti-6Al-4V con microestructura equiaxial, mediante la técnica termoeléctrica de contacto de punta caliente y de gradiente lateral, así como el uso del cambio en la velocidad ultrasónica para determinar la evolución microestructural en especímenes obtenidos de una lámina de Ti-6Al-4V, tratadas térmicamente por envejecimiento.

Primeramente se realizaron tratamientos para la obtención de dos microestructuras diferentes de inicio, una estructura equiaxial y una estructura acicular, las cuales fueron tratadas térmicamente por envejecimiento a 515°C, 545°C y 575°C a diferentes tiempos de permanencia, 1 min., 15 min., 1 h, 2 h, 16 h, 48 h, 144 h, 288 h, 432 h y 576 h. Se realizaron: mediciones de velocidad ultrasónica de ondas de corte y ondas longitudinales, tratamiento de imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB), microscopía óptica (MO), así como difracción de rayos-X (DRX) y microdureza, estableciendo una correlación directa con las mediciones de potencial termoeléctrico (PTE), velocidad ultrasónica y las propiedades mecánicas desarrolladas por el tratamiento térmico.

Los resultados de PTE muestran una tendencia logarítmica conforme avanza el tiempo de envejecimiento, el PTE es afectado por el tamaño de grano, porcentaje de fases presentes, precipitación de segundas fases, textura y esfuerzos residuales, los cuales en conjunto determinan las propiedades mecánicas del material en cuestión. Este estudio es interesante si se aplica en la industria en el control de calidad de los productos de esta aleación. Los resultados de velocidad ultrasónica también muestran el cambio en las propiedades mecánicas del material a través del tratamiento térmico de envejecimiento, demostrando así ser esta una técnica no destructiva muy eficiente, que la ser comparada con los resultados de PTE podemos determinar una relación entre ambos métodos (PTE y UT) y así determinar los factores microestructurales principales que intervienen en el cambio de los valores del PTE.

## ABSTRACT

In this work are reported the experimental data of the intrinsic sensitivity to microstructural changes through the TEP in a Ti-6Al-4V alloy with an acicular and equiaxed microstructure, using contact gradient and hot tip techniques and the change in the ultrasonic velocity to determine the microstructural evolution in specimens obtained from a sheet of Ti-6Al-4V thermally treated by aging.

Thermomechanical treatments were carried out to obtain two different startup microstructures: an equiaxed structure and an acicular structure, which were heat-treated by aging at 515 ° C, 545 ° C and 575 ° C at different time lapses (1min., 15 min., 1 h, 2 h, 16 h, 48 h, 144 h, 288 h, 432 h and 576 h). After that, measurement of ultrasonic velocity of shear waves and longitudinal waves of the samples were carried out; these samples were also put through scanning electron microscopy (SEM), optical microscopy (OM), X-ray diffraction (XRD) and Vickers microhardness, establishing a direct correlation with thermoelectric potential measurements (TEP), ultrasonic velocity and mechanical properties developed by heat treatment.

The results of PTE show a logarithmic trend as time aging increases. The TEP is affected by the grain size, percentage of phases present, precipitation playoffs, texture and residual stresses, which together determine the mechanical properties of the material in question. This study is interesting when is applied in industry for products quality control for the mentioned alloy. The ultrasonic velocity results also show the change in the mechanical properties of the material through aging heat treatment, demonstrating this be a very efficient non-destructive technique that being compared with the results of TEP can determine a relationship between the two methods (TEP and UT) and identify the main microstructural factors involved in changing the values of PTE.

## INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de titanio son principalmente utilizadas en aplicaciones biomédicas y aeroespaciales, siendo ésta última el principal consumidor [1], constituyendo elementos estructurales de los aviones y componentes del motor, debido a la buena combinación de resistencia, peso, resistencia a la corrosión y estabilidad a altas temperaturas [1,2].

La aleación de titanio más ampliamente utilizada es la aleación Ti-6Al-4V, ésta es una aleación bifásica ( $\alpha+\beta$ ), la existencia de esta zona bifásica permite desarrollar una amplia gama de microestructuras así como variar el porcentaje de fases presentes a través de procesos termomecánicos, permitiendo así la adaptación de las propiedades mecánicas a aplicaciones específicas [1,3-8], dentro de los tratamientos térmicos a los que puede ser sometida la aleación Ti-6Al-4V, el tratamiento térmico de envejecimiento artificial es utilizado para elevar algunas propiedades mecánicas como la dureza y módulo elástico entre otros [3,51], por medio de la precipitación de una fase intermetálica conocida como  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) dentro de la matriz  $\alpha$ , el rango de precipitación de  $\alpha_2$  va de los 500 a los 600°C para aleaciones Ti-6Al-4V con un contenido de oxígeno menor al 0.2 % en peso [5].

El presente trabajo pretende relacionar las mediciones de potencial termoeléctrico absoluto con la presencia de los precipitados de  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) de la aleación de Ti-6Al-4V envejecida a diferentes temperaturas y tiempos de envejecimiento, lo cual resultaría en un método práctico y económico debido a su sensibilidad a cambios microestructurales. Para ello se midió el potencial termoeléctrico absoluto (PTE) de especímenes tratados térmicamente por envejecimiento de dos microestructuras bifásicas diferentes, una acicular y una equiaxial, y se caracterizó la evolución microestructural del tratamiento térmico para determinar si el PTE pudiera ser afectado por algún otro factor como cambio en el tamaño de grano o variación en la concentración de fases.

El trabajo se subdivide en 3 capítulos. En el primer capítulo se presenta la revisión bibliográfica acerca del titanio y sus aleaciones así como los tratamientos termomecánicos a los que puede ser sometido de acuerdo a sus elementos aleantes para la obtención de propiedades específicas requeridas, además se incluyen investigaciones recientes sobre

caracterización e interpretación de resultados de técnicas de PTE y ultrasonido que relacionan las propiedades mecánicas en aleaciones de titanio y otros materiales.

El capítulo 2 describe la metodología experimental empleada para la obtención de las microestructuras deseadas y la aplicación de tratamientos térmicos de envejecimiento, así como la aplicaciones de las técnicas de caracterización como potencial termoeléctrico (PTE), microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB), ultrasonido (UT), microdureza Vickers (HV) y difracción de rayos-X (DRX).

El capítulo 3 contiene la presentación y discusión de resultados, así como la comparación de los mismos con otros investigadores.

## OBJETIVOS

### a. Objetivo general:

Caracterizar por medio del potencial termoeléctrico (PTE) y velocidad ultrasónica las microestructuras obtenidas de la aleación Ti-6Al-4V tratadas térmicamente por envejecimiento a diferentes temperaturas y tiempos de permanencia y relacionar los datos experimentales con las propiedades mecánicas desarrolladas debidas a la evolución microestructural.

### b. Objetivos particulares:

- Obtener probetas con una microestructura bifásica ( $\alpha+\beta$ ) equiaxial y con una microestructura acicular  $\alpha + \beta$ , para la precipitación de partículas  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) dentro de la fase  $\alpha$  por tratamientos de envejecimiento.
- Reportar los datos experimentales de la sensibilidad del coeficiente de PTE a cambios microestructurales, para detectar la presencia de los precipitados ( $Ti_3Al$ ) en la aleación Ti-6Al-4V envejecida a diferentes temperaturas y distintos tiempos de permanencia.
- Reportar los datos experimentales del cambio de la velocidad ultrasónica con respecto a las fracciones de precipitados ( $Ti_3Al$ ) en la aleación Ti-6Al-4V envejecida
- Relacionar los datos experimentales del coeficiente termoeléctrico y velocidad ultrasónica con respecto a la microestructura desarrollada durante los tratamientos térmicos de envejecimiento, tanto para la estructura equiaxial como la acicular, así como relacionar el cambio en las propiedades mecánicas de dureza y modulo elástico.

## JUSTIFICACIÓN

La detección de las partículas  $\alpha_2$  en una aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente por envejecimiento, mediante ensayos no destructivos (END) como PTE o UT, a través de su fracción volumétrica precipitada representaría un incremento en los métodos de caracterización para la detección de la fase  $\alpha_2$ , así como las propiedades mecánicas que de estas se derivan.

La caracterización de las propiedades mecánicas y microestructurales de aleaciones de titanio sometidas a tratamientos térmicos dentro de la industria manufacturera, resulta de suma importancia para garantizar la calidad del producto. La precipitación de las partículas  $\alpha_2$  dentro de la fase  $\alpha$  en una aleación Ti-6Al-4V por un tratamiento térmico de envejecimiento, modifica las características microestructurales del material, pudiendo así, mediante ensayos no destructivos (END; potencial termoeléctrico o ultrasonido), caracterizar estos cambios microestructurales con las ventajas que ofrecen estas técnicas, como inspecciones en sitio, utilización de piezas caracterizadas, entre otras. Relacionando los resultados experimentales de las mediciones de los ensayos no destructivos con la fracción de precipitación de partículas de  $Ti_3Al$  dentro de la fase  $\alpha$ , suponiendo que el factor más importante durante este tratamiento térmico, es la precipitación de la fase  $\alpha_2$ . Pudiendo así, saber de una forma, rápida y eficiente, las propiedades mecánicas desarrolladas durante el tratamiento térmico de envejecimiento a tiempos prolongados, ya que la presencia de estos precipitados endurece al material.

## HIPÓTESIS

La aleación Ti-6Al-4V al ser envejecida precipitará partículas de la fase  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) con diferentes fracciones volumétricas de acuerdo al tiempo y temperatura de envejecimiento, al ser  $\alpha_2$  una fase intermetálica con enlaces *spd* híbridos de gran energía con propiedades diferentes de la fase  $\alpha$  (hcp) y  $\beta$  (bcc), que además causan esfuerzos a tensión dentro de la matriz  $\alpha$  al ser precipitada coherentemente, modificará las características intrínsecas del material, como las propiedades conductivas de electrones a través de las bandas de conducción, o el incremento en el esfuerzo para deslizar una dislocación a través del precipitado, debido a la naturaleza de sus enlaces, por lo tanto, la variación de estos parámetros pudiera ser caracterizada mediante técnicas termoeléctricas ( debido a sus propiedades de conducción) y ultrasónicas (debido a sus propiedades elásticas). Los datos experimentales de estas mediciones podrían relacionarse directamente con las propiedades mecánicas, haciendo de la medición del PTE y velocidad ultrasónica, una medición directa, eficiente y en el caso de PTE, económica, de las propiedades mecánicas del producto terminado, disminuyendo costos y tiempos en el control de calidad del producto caracterizado.

## CAPÍTULO 1. Revisión bibliográfica

### 1. 1 El titanio y sus propiedades

El titanio fue descubierto en el año de 1791 por el británico William Greoge, el cual examinó la arena de un río local en Cornwall, Inglaterra, aislando la “arena negra” conocida como “ilmenita”, y no fue hasta el año de 1932 donde Wilhelm Justin Kroll considerado como el padre de la industria del titanio, logró producir cantidades significativas de titanio puro, reduciendo tetracloruro de titanio ( $TiCl_4$ ) con magnesio que actúa como agente reductor en una atmosfera de argón para evitar la oxidación, hoy en día es el método más utilizado, llamado “proceso Kroll”. [1,10]

El titanio es un elemento de transición como el hierro, el níquel o cobalto, cuya estructura electrónica presenta una capa *d* incompleta. Dicha estructura electrónica permite que el titanio forme soluciones sólidas con muchos elementos sustitucionales con un factor de tamaño atómico de hasta un 20% mayor. El titanio es considerado como un metal no ferroso y ligero, con una densidad de  $4.51 \text{ g/cm}^3$ . Debido a su excelente relación entre resistencia mecánica/densidad es considerado para aplicaciones estructurales [1, 5,11]. La tabla 1.I., muestra sus propiedades físicas.

El titanio puede cristalizar en diferentes estructuras debido a que es un elemento alotrópico, a bajas temperaturas presenta una estructura hexagonal compacta (hcp) llamado titanio  $\alpha$  y a altas temperaturas ( $882 \pm 2^\circ\text{C}$ ) transforma a cúbica centrada en el cuerpo (bcc) llamado titanio  $\beta$  [1].

El titanio puro es un metal que presenta una excelente resistencia a la corrosión soportando ácidos inorgánicos y orgánicos debido a que se forma una capa pasiva de óxido muy delgada y densa en su superficie de forma casi espontánea al entrar en contacto con la atmosfera [12], que impide la difusión de elementos como el oxígeno, nitrógeno, hidrógeno y carbono, con los cuales muestra una gran reactividad, la cual se ve incrementada exponencialmente a temperaturas elevadas (mayores de  $700^\circ\text{C}$ ) y grandes intervalos de tiempo, permitiendo se difundan estos elementos dentro de la red cristalina [11].

**Tabla 1. I** Propiedades físicas de titanio  $\alpha$  policristalino y titanio  $\beta$  de alta pureza (> 99.9%) a 25°C [13].

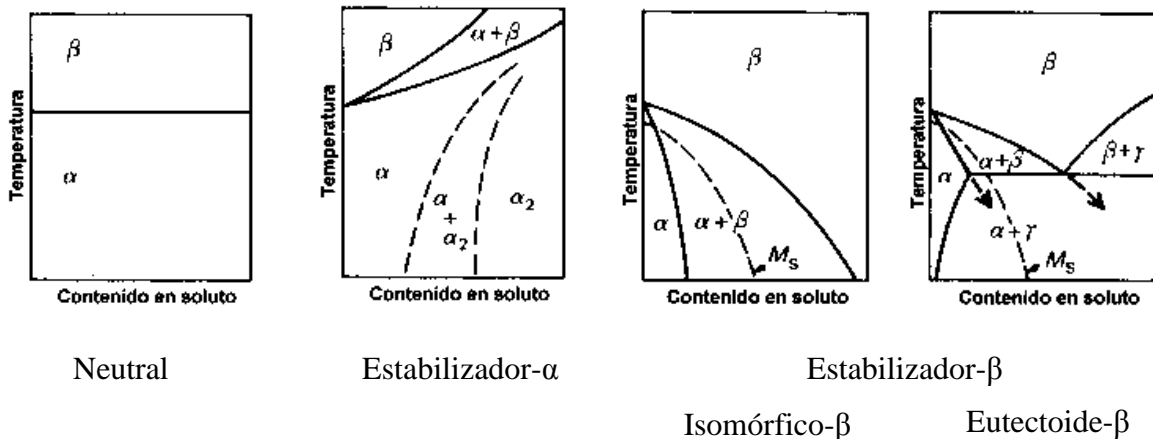
Numero atómico	22
Peso atómico g/mol	47.88
Volumen atómico Å	10.6
Radio covalente Å	1.32
Primer potencia de ionización eV	6.83
Valencia	2, 3 o 4
Punto de fusión	1.670° ± 5°C
Punto de ebullición	3.260°C
Temperatura de transición $\alpha$ - $\beta$ ( $T_\beta$ )	882°C
Estructura cristalina	$\alpha$ (HCP) para $T < 882^\circ\text{C}$ $\beta$ (BCC) para $T > 882^\circ\text{C}$
Parámetros de red cristalina	$\alpha$ : a= 0.295 nm; c= 0.468 nm $\beta$ : a= 0.332 nm (a 900°C)
Densidad	fase $\alpha$ (20°C): 4.51 g/cm fase $\beta$ (20°C): 4.35 g/cm
Coefficiente de expansión térmico [ $10^{-6}$ /°C ]	8.41
Conductividad térmica [W/mK]	14.99
Capacidad calorífica específica [J/kgK]	523
Resistencia eléctrica [ $10^{-9}$ $\Omega\text{m}$ ]	564.9
Modulo elástico [GPa]	115
Modulo de corte [GPa]	44
Radio de Poisson	0.33

### 1.1. 1 Aleaciones de titanio

El titanio es elemento alotrópico que a temperaturas inferiores a 882°C presenta una fase  $\alpha$  (hcp), y a temperaturas superiores de 882°C presenta una estructura  $\beta$  (bcc). Mediante elementos estabilizadores se pueden obtener estructuras  $\alpha$  ó  $\beta$  ó una mezcla  $\alpha+\beta$ , los elementos estabilizadores se clasifican en tres grupos (Figura 1.1) que son:

- Neutrales: éstos no tienen efecto sobre la temperatura de transición de fase  $T_\beta$ , entre estos elementos se encuentra el Sn y Zr.
- Estabilizadores de  $\alpha$ : éstos desplazan hacia temperaturas superiores a la temperatura de transformación  $T_\beta$ , además de generar una zona donde pueden coexistir la fase  $\alpha+\beta$ . Entre estos elementos se encuentra el Al, O, N, C.
- Estabilizadores de  $\beta$  divididos en dos grupos que son:

- Los estabilizadores  $\beta$  isomórficos los cuales desplazan hacia temperaturas inferiores a la temperatura de transformación  $T_\beta$ , además de generar una zona donde pueden coexistir la fase  $\alpha+\beta$ . Entre estos elementos encontramos el Mo, V, Ta, Nb.
- $\beta$  eutectoides, los cuales generan aleaciones eutectoides además de generar zonas bifásicas  $\alpha+\beta$ .



**Figura 1. 1** Influencia de elementos de aleación en los diagramas de fase del titanio [1].

### 1.1. 2 Estructuras $\alpha$

Dependiendo de la composición de la aleación y la historia del proceso termomecánico, las estructuras tipo  $\alpha$  (hcp) en aleaciones  $\alpha$ ,  $\alpha+\beta$  o  $\beta$  pueden incluir:

- Alfa primaria ( $\alpha_p$ ).
- Alfa secundaria (transformada de beta por enfriamiento o envejecimiento) ( $\alpha_s$ ).
- Las estructuras alfa endurecen por precipitación de  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ).
- Estructuras martensíticas basada en fase alfa hexagonal ( $\alpha'$  agujas, tejido de canasta).
- Microestructuras martensíticas basadas en fase ortorrómbica ( $\alpha''$  agujas).

Las fases alfa primaria y alfa secundaria no son afectadas por el tratamiento térmico de envejecimiento, a menos que su concentración de aluminio exceda la solubilidad limitada (6 % en peso), de ser así  $\alpha_2$  precipitará durante el envejecimiento. Por otro lado, las martensitas se descompondrán fácilmente a temperaturas de envejecimiento en una microestructura más

estable,  $\alpha$  o  $\alpha+\beta$ . Las aleaciones beta metaestables también formarán un precipitado alfa primaria inestable que se descompondrá en alfa secundaria durante el envejecimiento [6,7].

#### **1.1.2. 1 Alfa primaria**

Es la fase hexagonal que persiste durante el calentamiento en el campo de la zona  $\alpha+\beta$  la morfología de alfa primaria es influenciada por la historia del tratamiento termomecánico, esta puede ser laminar, equiaxial o bimodal (descrito posteriormente).

#### **1.1.2. 2 Alfa secundaria (beta transformada)**

Se refiere a la estructura alfa local o continua que surge durante el recocido por debajo de la temperatura de transformación  $T_\beta$  (o durante el enfriamiento a través de la región por debajo de  $T_\beta$ ) por nucleación y crecimiento de una martensita o beta metaestable obtenidas previamente por templado. La fase alfa secundaria es producida por envejecimiento de beta retenida o estructuras martensíticas o por enfriamiento en el campo superior  $\alpha+\beta$  a velocidades más bajas que las requeridas para formar martensita.

#### **1.1.2. 3 Estructuras martensíticas**

Si las velocidades de enfriamiento desde el campo de la fase beta son suficientemente rápidas, se generará una martensita acicular o de aguja. En aleaciones con bajas concentraciones de estabilizador beta, la martensita tiene una red cristalina hexagonal distorsionada similar a alfa, y es referida como  $\alpha'$  (transformación sin difusión), los templados por debajo de  $T_\beta$  también producen una cantidad de  $\alpha'$  pero en menor proporción. Esta fase es más fuerte que  $\alpha$  laminar, pero no necesariamente más frágil, el otro tipo de martensita es la martensita ortorrómbica  $\alpha''$  la cual aparece en templados sobre la fase, esta estructura es muy fina con microestructura maclada, y es mecánicamente suave [5,7].

#### **1.1.2. 4 Precipitación de $\alpha_2$**

Si la fase  $\alpha$  primaria en cualquier tipo de microestructura ya sea laminar o equiaxial es sometida a un tratamiento térmico de envejecimiento, y la concentración de oxígeno está por debajo del 0.2 % en peso y la concentración de aluminio es superior a la solubilidad limitada

(aproximadamente 6 % en peso), ocurrirá la precipitación de partículas finas de  $\alpha_2$  que tiene relación coherente con la matriz. La densidad de esta fase va desde los 4.1 a 4.7 g/cm<sup>3</sup> [1].

### **1.1. 3 Estructuras $\beta$**

En aleaciones  $\beta$  y  $\alpha+\beta$ , el equilibrio de  $\beta$  se presenta a temperatura ambiente (algunas “islas” aisladas de  $\beta$  son también normalmente encontradas en aleaciones  $\alpha$  debido a la presencia de impurezas de hierro), esta retención de fase  $\beta$  es debida en gran parte a los elementos de partición de la aleación a temperaturas elevadas del campo bifásico  $\alpha+\beta$ . Los estabilizadores beta se concentran en la región de fase  $\beta$  y son rechazados por la fase  $\alpha$ , y viceversa con los estabilizadores alfa, por consecuencia, si las velocidades de enfriamiento son bajas, una considerable fracción volumétrica de fase estable  $\beta$  puede formarse partiendo de un campo  $\alpha+\beta$  de alta temperatura

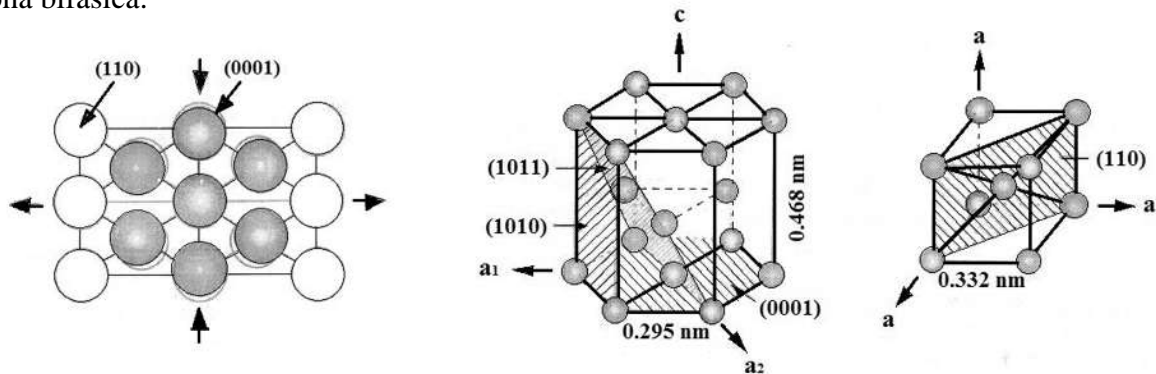
#### **1.1.3. 1 Beta metaestable**

La fase beta metaestable puede ser retenida a temperatura ambiente, si una aleación con suficiente estabilizador beta es enfriada rápidamente desde el campo superior de  $\alpha+\beta$  o sobre la línea de transformación de beta. Las aleaciones  $\alpha+\beta$  que contienen suficiente elemento de estabilizador beta puede retener fases metaestables beta a temperatura ambiente, partiendo de un enfriamiento rápido en el campo bifásico, sin embargo, la composición de la aleación debe ser tal, que la temperatura de inicio de transformación martensítica sea suprimida por debajo de la temperatura ambiente.

#### **1.1. 4 Transformación $\beta-\alpha$**

A enfriamientos desde el campo de la fase  $\beta$  del titanio, los planos más densamente empaquetados de la fase  $\beta$  bcc  $\{110\}$  transforman a los planos basales  $\{0001\}$  de la fase  $\alpha$  (Figura 1.2). Los seis planos de deslizamiento y las dos direcciones de deslizamiento de la celda unitaria del titanio  $\beta$ , dan un máximo de doce variantes en la orientación de  $\alpha$  durante la transformación. Esta variedad de orientación es también reflejada en la morfología de la microestructura dentro de los granos  $\beta$  primarios, donde subcolonias de  $\alpha$  laminar nuclean y crecen de acuerdo a alguna de las posibles doce orientaciones, estas subcolonias tienen una orientación común entre láminas, estas doce posibilidades de orientación permiten una

múltiple repetición de subcolonias laminares dentro del grano primario  $\beta$  generando una microestructura característica parecida a una red tejida, esto siempre y cuando exista una zona bifásica.

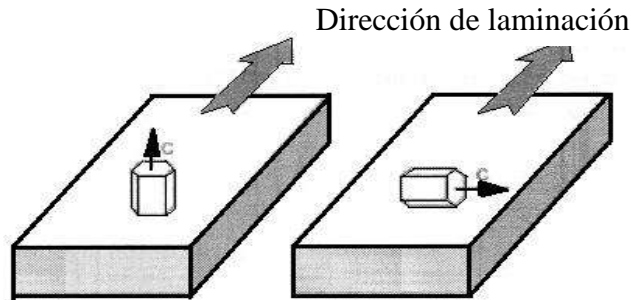


**Figura 1. 2** Transformación  $\beta$ - $\alpha$  de acuerdo a la relación de Burgers [1].

### 1.1. 5 Textura cristalográfica e inducida en aleaciones de titanio

Las aleaciones de titanio pueden tener una elevada anisotropía, la cual puede ser directamente relacionada con la estructura cristalina hexagonal compacta (hcp) de  $\alpha$ . Estas texturas cristalográficas son características de la celda unitaria o pueden ser desarrolladas bajo deformación (textura de deformación) y puede ser elevada por un recocido de recristalización (textura de recristalización). Generalmente se distinguen texturas de los planos basales y transversales que describen la orientación de los planos (0002) de  $\alpha$  hexagonal relativo al plano y dirección de deformación, para los dos tipos básicos de textura los planos (0002) pueden ser paralelos o perpendiculares al plano de deformación (Figura 1.3).

Las textura inducida es dependiente del grado, modo y temperatura de deformación, así como el posterior recocido de recristalización, usualmente la intensidad de la textura se incrementa con el incremento de la deformación, a temperaturas entre los 900 y 930° las texturas no son observadas independientemente del grado de deformación, debido a que a esta temperatura, la fracción volumétrica de  $\beta$  (bcc) es muy grande, esta temperatura es deseable para obtener una deformación máxima. A temperaturas justo debajo de la transformación de beta el plano basal desaparece [1].



**Figura 1. 3** Texturas cristalográficas basales de aleaciones de titanio laminadas.

## 1. 2 Aleación Ti-6Al-4V

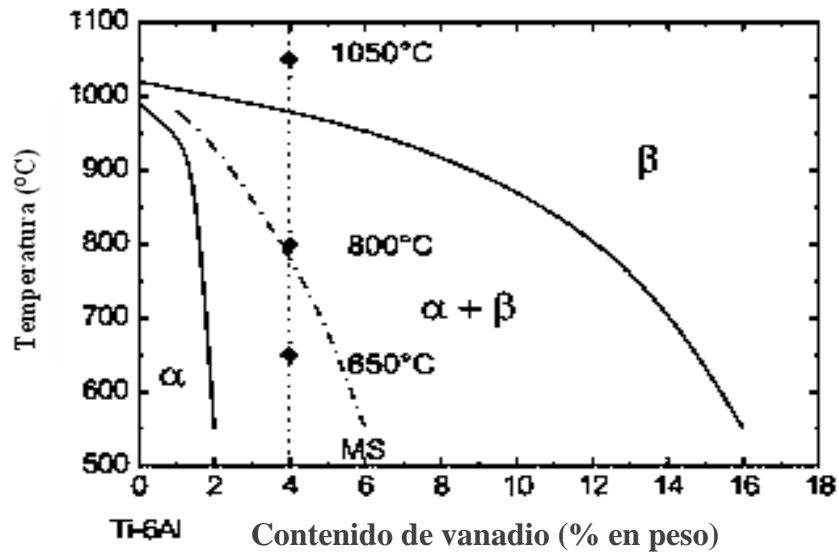
Dentro de las aleaciones base titanio, la aleación Ti-6Al-4V es la más ampliamente utilizada, esta aleación presenta dos fases esencialmente en equilibrio a temperatura ambiente,  $\alpha$  y  $\beta$  (Figura 1.4). Más del 50% de todas las aleaciones de titanio corresponden a esta composición. Las principales razones por las cuales esta aleación es extensamente utilizada, se debe a que presenta un buen balance en sus propiedades mecánicas (tabla 1.II), así como excelente resistencia a la corrosión, además de ser la aleación de titanio mayormente estudiada y caracterizada, lo cual representa una ventaja considerable para el empleo eficiente de la misma, su densidad es de aproximadamente  $4.43 \text{ g/cm}^3$  [1,5].

Esta aleación produce un gran número de variaciones, dependiendo de la aplicación, la cantidad de oxígeno puede variar entre 0.08% a más del 0.2% en peso, el contenido de nitrógeno puede ser ajustado por encima de 0.05%, el contenido de aluminio puede estar enriquecido con 6.75%, y el contenido de vanadio de 4.5%. Mayores contenidos de oxígeno y nitrógeno causarán mayor resistencia, por el contrario, a menor contenido de oxígeno, nitrógeno y aluminio mejorarán la ductilidad, la resistencia a la fractura, la resistencia a la corrosión y la resistencia al crecimiento de grieta.

**Tabla 1. II** Propiedades mecánicas de Ti-6Al-4V [1].

Aleación	$T_{\beta}$ [°C]	Dureza [HV]	Módulo de Young E [GPa]	Esfuerzo de fluencia YS [MPa]	Esfuerzo de tensión TS [MPa]	% de elongación %El	Tenacidad de fractura $K_{Ic}$ [MPa m <sup>1/2</sup> ]
Ti-64	995	300-400	110-140	800-1100	900-1200	13-16	33-110

La aleación de titanio, Ti-6Al-4V, muestra una gran versatilidad de utilización debido a sus buenas propiedades mecánicas. El Ti-6Al-4V puede ser tratado térmicamente para modificar algunas de estas propiedades mecánicas [3-6]. Esta aleación puede ser utilizada a temperaturas de servicio por encima de los 300°C. Además ofrece gran resistencia con bajo peso, buena ductilidad, gran resistencia a la corrosión y buena soldabilidad [14].



**Figura 1. 4** Diagrama de equilibrio para Ti-6Al-4V [1].

Debido a sus propiedades, el Ti-6Al-4V se convierte en la mejor aleación para diversos tipos de industria, como la aeroespacial (Figura 1.5), médica, marina e industrias del procesamiento químico. Puede ser usada en la fabricación o diseño de turbinas de los aviones, componentes del motor, componentes estructurales de aviones, sujetadores aeroespaciales, partes automáticas de Alto rendimiento, aplicaciones marinas, equipos de deportes, aplicaciones biomédicas, etc.



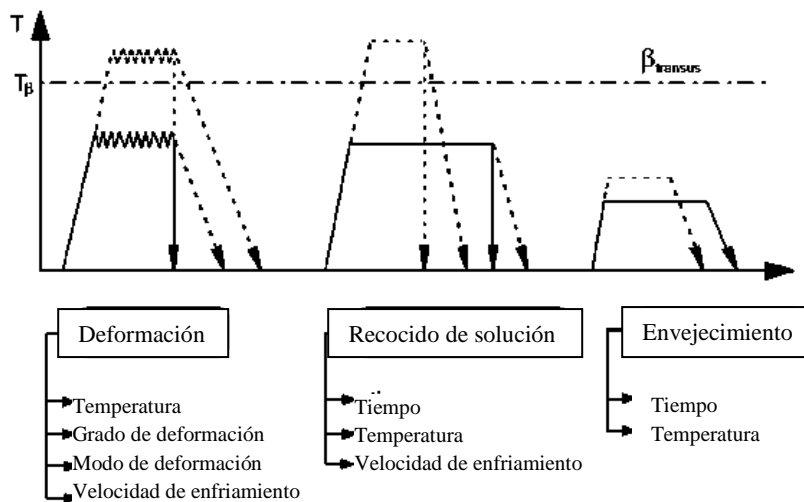
**Figura 1. 5** Fundición de Ti-6Al-4V, marcos de ventilador de motor de jet [15].

Al ser el Ti-6Al-4V una aleación bifásica puede tener un gran rango de aplicaciones debido a la modificación de sus propiedades mecánicas a la que puede ser sometida mediante tratamientos termomecánicos microestructurales.

### 1.2. 1 Microestructuras del Ti-6Al-4V

La aleación  $\alpha + \beta$  de Ti-6Al-4V dependiendo del tratamiento térmico y contenido intersticial (principalmente de oxígeno) puede tener diferentes fracciones volumétricas de las fases alfa y beta. La fase beta es estable a temperatura ambiente solo si es enriquecida con más del 15% de vanadio, este enriquecimiento es obtenido cuando la aleación es lentamente enfriada o recocida por debajo de 750°C. Los enfriamientos lentos en Ti-6Al-4V contienen más del 90% de la fase alfa [5].

La aleación Ti-6Al-4V puede adquirir una gran variedad de microestructuras con diferentes arreglos de fases alfa y beta, dependiendo del tratamiento termo-mecánico al que sea sometido (Figura 1.6), estas diferentes morfologías y microestructuras de alfa pueden ser clasificadas generalmente en cuatro categorías: laminar, equiaxial, una mezcla de ambas (bimodal) y martensítica [1, 6, 16, 17].

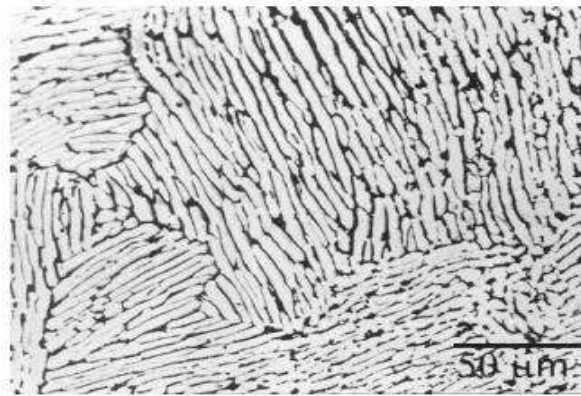


**Figura 1. 6** Tratamientos termo-mecánicos de aleaciones de titanio [1].

#### 1.2.1. 5 Estructura laminar

La estructura laminar (Figura 1.7) puede ser obtenida con enfriamientos lentos en la zona bifásica desde una temperatura ligeramente por encima de la temperatura de transformación

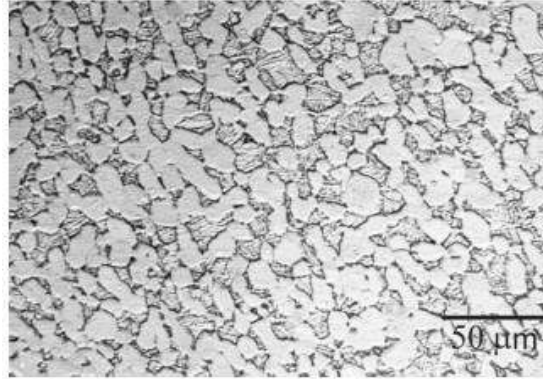
beta, la cual conlleva una nucleación y crecimiento de la fase alfa en forma de plato desde las fronteras de grano de los granos beta. El resultado es una estructura laminar ligeramente gruesa regularmente referida como alfa laminar. Los enfriamientos al aire resultan en una estructura alfa acicular fina. Las velocidades de enfriamiento intermedias desarrollan una estructura Widmanstätten, Mientras que los templados en agua desde el campo de la fase beta seguidos por un recocido en la zona ( $\alpha+\beta$ ) forman una estructura laminar mucho más fina [1,5,16].



**Figura 1. 7** Estructura Widmanstätten en Ti-6Al-4V [13].

#### **1.2.1. 6 Estructura equiaxial**

Esta es obtenida por medio de una gran deformación de trabajado mecánico ( $>75\%$ ) en el material en la zona bifásica  $\alpha+\beta$ , donde la estructura laminar es deformada plásticamente, introduciendo suficientes dislocaciones para así obtener una recristalización completa en el recocido, (dependiendo del procedimiento de deformación) durante este procedimiento desarrolla textura inducida. Subsecuentemente un recocido a  $700^{\circ}\text{C}$  produce una microestructura equiaxial-recocida (Figura 1.8), donde  $\alpha$  recristaliza, crece y no permite la formación de  $\alpha$  laminar dentro de la fase  $\beta$ , solo si la temperatura de recocido es baja [1, 5, 16, 17].



**Figura 1. 8** Estructura Equiaxial en Ti-6Al-4V [13].

### 1.2.1. 7 Estructura bimodal

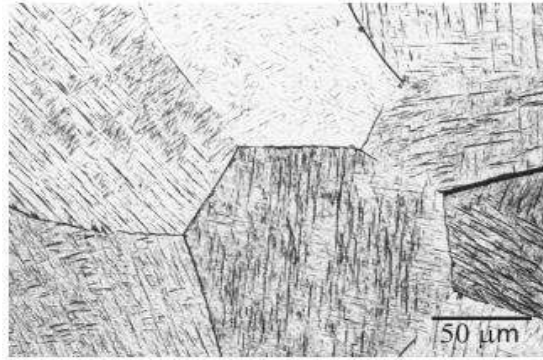
La estructura bimodal (Figura 1.9) consiste en granos primario de alfa aislados en una matriz beta transformada. Estas estructuras se obtienen de mejor forma por un recocido de 1 hora a 955°C seguidas por un templado en agua y envejecido a 600°C, resultando en granos primarios de alfa con tamaño de 15-20  $\mu\text{m}$ . Los envejecimientos por debajo de 650°C también pueden producir precipitados de alfa en beta templada previamente [1, 6, 16].



**Figura 1. 9** Estructura bimodal en Ti-6Al-4V [13].

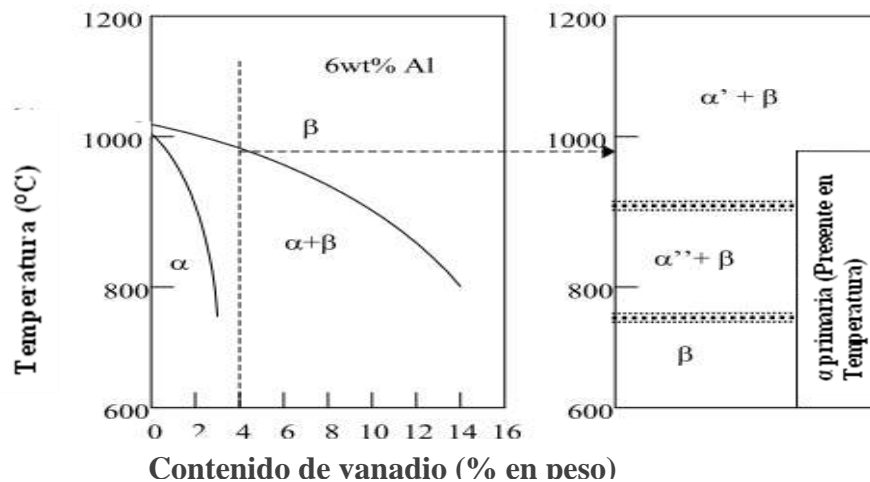
### 1.2.1. 8 Estructura martensítica

Los templados desde temperaturas superiores a los 900°C hasta por debajo de  $T_{\beta}$ , resultan en un porcentaje de estructura acicular hcp martensítica ( $\alpha'$ ) (Figura 1.10), los templados a temperaturas por encima de  $T_{\beta}$  transforman en martensita  $\alpha'$ , mientras que templados desde los 750 a 900°C producen un porcentaje de estructura ortorrómbica martensítica ( $\alpha''$ ). Las morfologías de las martensitas aparecen como agujas o tipo martensita de listón [1, 5, 16].



**Figura 1. 10** Estructura martensítica  $\alpha'$  por encima de  $T_\beta$  en Ti-6Al-4V [13].

Las velocidades de enfriamiento determinan significativamente la morfología de la microestructura; las velocidades de enfriamiento lentas desde el campo de la fase  $\beta$  producirán microestructuras laminares gruesas, mientras que velocidades de enfriamiento rápidas desde el campo de la fase  $\beta$  producirán microestructuras laminares finas, e incluso si el enfriamiento es muy rápido (templado en agua), se obtendrán microestructuras martensíticas [5]. El porcentaje de fase alfa en la microestructura también depende de la temperatura a la cual se haya realizado el templado, en el caso de las microestructuras obtenidas por templado por debajo de  $T_\beta$ , el porcentaje de fase alfa será menor a mayor temperatura y el porcentaje de beta será superior, y viceversa para temperaturas inferiores. En la Figura 1.11 se muestran las fases presentes para el templado en agua de la aleación Ti-6Al-4V.



**Figura 1. 11** Representación esquemática de las fases obtenidas en Ti-6Al-4V después del templado en agua a diferentes temperaturas [7].

La microestructura y porcentaje de fases determinará las propiedades mecánicas finales del material. En la tabla 1.III se muestran las propiedades mecánicas de acuerdo a la microestructura.

**Tabla 1. III** Relación entre característica microestructural y propiedades mecánicas Ti-6Al-4V [5].

<b>Tipo de Microestructura</b>	<b>Aumenta</b>	<b>Disminuye</b>
$\alpha$ equiaxial	Resistencia. Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia de fatiga a bajos ciclos.	Tenacidad a la fractura. Resistencia al crecimiento de grieta. Resistencia a la fatiga por desgaste.
$\alpha$ elongada	Tenacidad a la fractura. Resistencia a la fatiga por desgaste. Resistencia al crecimiento de grieta.	Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia de fatiga a bajos ciclos.
Widmástätten	tenacidad a la fractura. Resistencia a la fatiga por desgaste. Resistencia al crecimiento de grieta. Resistencia a la fluencia.	Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia de fatiga a bajos ciclos. Resistencia.
$\alpha$ bimodal	Resistencia. Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia de fatiga a bajos ciclos.	Resistencia al crecimiento de grieta. Tenacidad a la fractura.
Colonia $\alpha$	Resistencia al crecimiento de grieta. Tenacidad a la fractura. Resistencia a la fatiga por desgaste.	Resistencia. Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia de fatiga a bajos ciclos.
$\alpha$ secundaria	Resistencia. Ductilidad.	Tenacidad a la fractura.
Grano elongado	Propiedades de fractura. Resistencia al crecimiento de grieta. Resistencia a la fatiga por desgaste.	Resistencia a la iniciación de fatiga.
Granos $\beta$ gruesos	Tenacidad a la fractura. Resistencia a la fluencia.	Resistencia. Ductilidad. Resistencia de fatiga a bajos ciclos. Resistencia a la iniciación de fatiga.
Granos $\beta$ finos	Resistencia. Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga.	Tenacidad a la fractura. Resistencia a la fatiga por desgaste.
Tamaño de granos mixtos	Resistencia. Resistencia a la iniciación de fatiga.	Tenacidad a la fractura.
Películas $\alpha$	Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia a la fatiga por desgaste.	Resistencia al crecimiento de grieta.
Frontera de grano $\alpha$	Tenacidad a la fractura. Resistencia al crecimiento de grieta. Resistencia a la fatiga por desgaste.	Ductilidad. Resistencia a la iniciación de fatiga. Resistencia de fatiga a bajos ciclos.

## 1.2. 2 Tratamientos térmicos del Ti-6Al-4V

Las aleaciones de titanio pueden ser tratadas térmicamente para:

- Reducir los esfuerzos residuales desarrollados durante la fabricación (revelado de esfuerzos).
- Producir una combinación óptima de ductilidad, maquinabilidad y estabilidad estructural y dimensional (recocido).
- Incrementar su resistencia mecánica (solubilizado y envejecido).
- Optimizar propiedades especiales como resistencia a la fractura, fatiga, y alta resistencia a la propagación de grietas. (tabla 1.IV).

**Tabla 1. IV** Tratamientos térmicos aplicados a la aleación de Ti-6Al-4V [5].

Tratamiento térmico	Procedimiento	Comentarios
Relevado de esfuerzos	2 a 4 h, 595°C, enfriado al aire.	Releva los esfuerzos residuales causados por soldadura, maquinado, etc. Este ciclo solo releva un porcentaje de esfuerzos. Aun recocido completo debe ser usado para relevar completamente los esfuerzos. Dejando baja resistencia y buena ductilidad.
Recocido completo, laminado-recocido	2 h, 735 ± 15°C, enfriado al aire.	El más común de los tratamientos térmicos, deja en general una combinación de buenas propiedades, baja resistencia y buena ductilidad.
Recocido para láminas roladas continuamente	5 min., 870°C, enfriado en horno rápidamente, mas 5 min. A 595°C, enfriado al aire.	Se consigue aproximadamente la misma resistencia y ductilidad que el anterior, pero mejora la resistencia a la fractura.
Recocido de recristalización	4 o más h. 925°C, enfriado en horno de 760°C a 55°C/h.	Comúnmente usado para materiales ELI. Resistencia comparable sobre condiciones iniciales, pero mejora la tolerancia por daño: resistencia a la tensión, resistencia a la corrosión, propagación de grieta). La resistencia es menor para materiales ELI
Recocido bimodal	10 min. 940°C, enfriado al aire, mas 4 h. 675°C enfriado al aire.	Mejora la tolerancia al daño.
Recocido de beta	30 min. 1035°C enfriado al aire, mas 2 h. 730 °C enfriado al aire.	Usado para maximizar la tolerancia al daño. Estas propiedades son establecidas con una pequeña pérdida de ductilidad y una significativa carga de fatiga. Un tratamiento térmico preliminar seguido por otros tratamientos como recocido.
Beta STOA (solubilizado y sobre-envejecido)	30 min. 1035°C, enfriado en agua más de 2 a 4 h. 675 a 730°C.	Similar al templado de beta con un mejoramiento en el rendimiento a la fatiga.
Tratamiento térmico de solución	10 min. 940°C , enfriado en agua.	Usado como paso intermedio para la formación de un material que será usado en estado STOA.
Tratamiento de solución y envejecimiento	10 min. 940°C, enfriado en agua, mas 4 h. de 510 a 540°C enfriado al aire.	Se obtienen las más altas resistencias, pero menor ductilidad, resistencia a la corrosión, y resistencia a la fractura, similar al recocido.
Tratamiento de solución y sobre-envejecido	10 min. 940°C, templado en agua, mas 4 h. 675°C, enfriado al aire.	Resistencia intermedia entre recocido y STOA, pero con incremento en la ductilidad y tolerancias al daño, comparado con STOA.
Envejecido	de 4 a 8 h. de 480 a 595°C templado en agua.	Similar a tratamiento térmico de solución y envejecimiento.

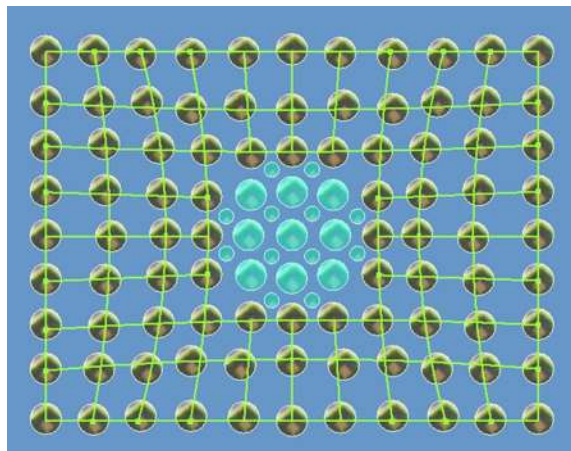
### 1.2.2 3 Tratamiento térmico de envejecimiento

No todas las aleaciones pueden ser endurecidas por envejecimiento. Se deben satisfacerse cuatro condiciones para que una aleación tenga una respuesta de endurecimiento por envejecimiento durante el tratamiento térmico:

1. El sistema de la aleación debe mostrar un decremento en la solubilidad sólida al reducirse la temperatura.
2. La matriz deberá ser relativamente blanda y dúctil; el precipitado, duro y frágil.
3. La aleación debe poder templarse.
4. Debe formarse un precipitado coherente.

El endurecimiento por envejecimiento o endurecimiento por precipitación es producida por consecuencia de transformaciones de fase que dejan una dispersión uniforme a nano escala, los precipitados coherentes en una matriz más dúctil generan una interrupción generalizada en la estructura de la matriz del cristal y el movimiento de las dislocaciones es impedido incluso si la dislocación pasa cerca del precipitado (Figura 1.12).

Una de las mayores ventajas del endurecimiento por precipitación es que puede ser usado para incrementar el esfuerzo de tensión de materiales metálicos sin crear cambios significativos de densidades, una de las desventajas de estos materiales es que las aleaciones endurecidas por envejecimiento pueden ser solo usadas dentro de un límite de temperaturas, a mayores temperaturas, los precipitados formados empezarán a crecer y eventualmente se disolverán.

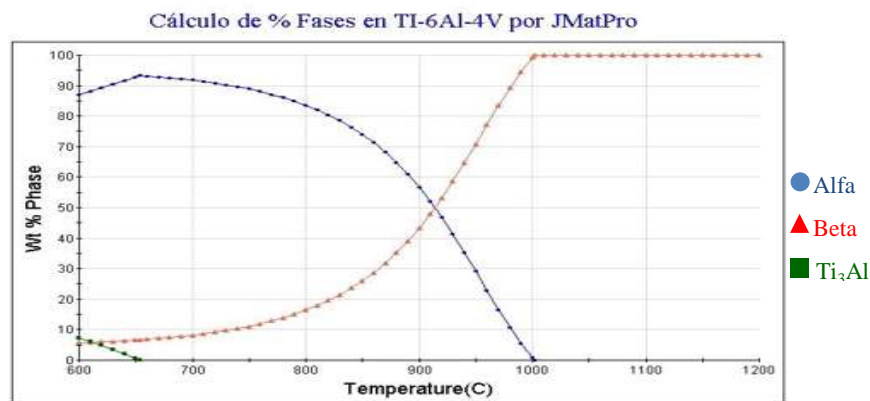


**Figura 1. 12** Precipitado coherente a tensión con relación a la estructura de la matriz.

Para la precipitación de segundas fases por envejecimiento es necesario un solubilizado donde se incremente la temperatura donde la fase matriz adquiera más soluto, incrementando el porcentaje del mismo hasta los valores deseados, y se manteniendo a esa temperatura hasta llegar al equilibrio, homogenizando sitios de soluto segregado, posteriormente templar a altas velocidades evitando que los átomos tengan tiempo de difundir, quedando una solución sobresaturada en la matriz donde precipitará la segunda fase, esta solución se encuentra fuera del equilibrio, y por último un tratamiento de envejecido donde la fase sobresaturada se calienta por debajo de la temperatura de solvus, donde los átomos difunden solo distancias cortas, los átomos de soluto difunden a numerosos sitios de nucleación y los precipitados comienzan a crecer, eventualmente si mantenemos la aleación suficiente tiempo de envejecimiento se alcanzará el equilibrio. [19].

El caso particular de la aleación de Ti-6Al-4V envejecida en el rango de 500 a 600°C, pueden precipitar nano partículas homogéneamente distribuidas de  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) dentro de la fase  $\alpha$ , lo que conduce a una mejora adicional en las propiedades mecánicas (Figura 1.13). El Aluminio en la aleación Ti-6Al-4V incrementa la temperatura de transformación  $\alpha/\beta$  y forma una región donde coexisten las fases  $\alpha$  y  $\alpha_2$  en el diagrama de fases (Figura 1.14), ya que funciona como elemento estabilizador de la fase  $\alpha$  (Figura 1.15). Y esta fase queda enriquecida en aluminio, con un porcentaje necesario para precipitar la fase  $\alpha_2$  en partículas muy finas, teniendo relación coherente con  $\alpha$  durante el envejecimiento [3,6,16,20].

En la Figura 1.15 se muestra un diagrama calculado mediante el software JMatPro 7.0 \_demo [56] donde se muestra el porcentaje de fases para la aleación Ti-6Al-4V.



**Figura 1. 13** Porcentaje de fases contra temperatura calculado por JMatPro 7.0 [56].

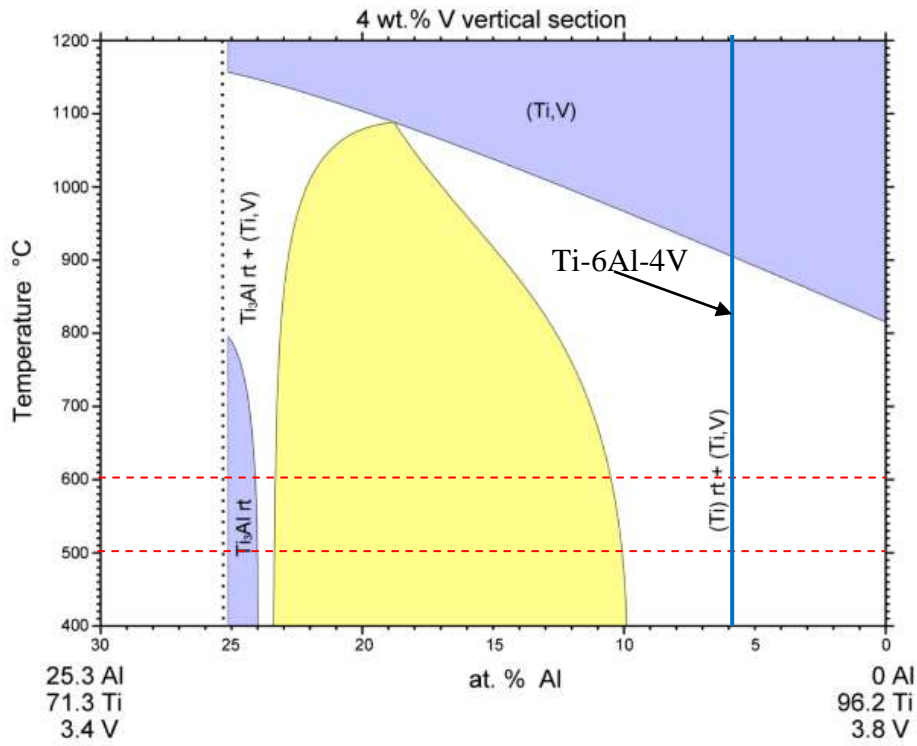


Figura 1. 14 Diagrama ternario Ti, Al, V [57].

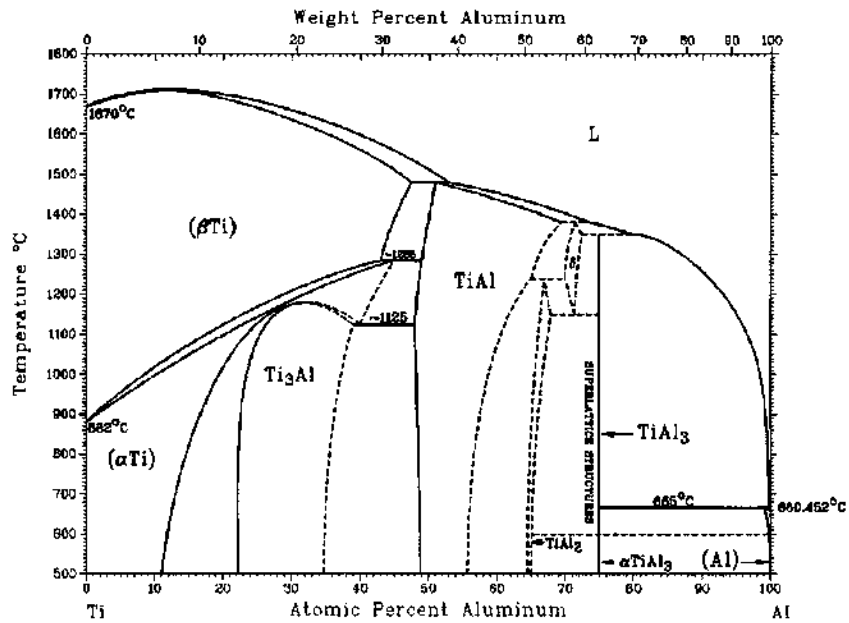
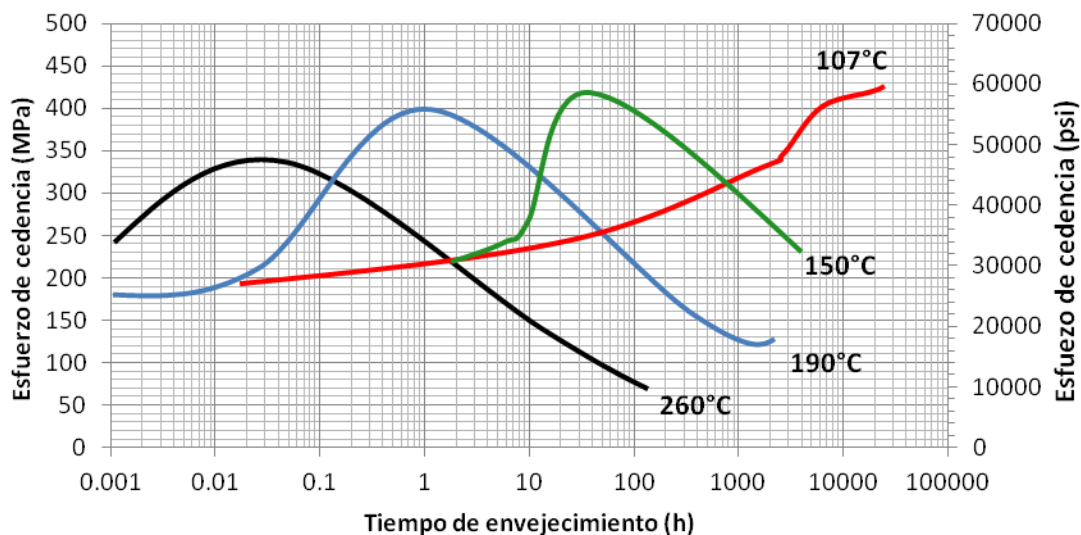


Figura 1. 15 Diagrama de fase Ti-Al. (T.B. Massalski, 1990). [1]

Las fases intermetálicas como  $\gamma$  (TiAl) y  $\alpha_2$  (Ti<sub>3</sub>Al) se caracterizan por las excelentes propiedades termo-físicas, que se basan principalmente en la naturaleza fuertemente ordenada de sus átomos y la unión direccional de los compuestos. Lo que involucra: un alto punto de fusión de 1460°C, baja densidad de 3.9 - 4.2 gr/cm<sup>3</sup>, módulo elástico elevado, bajo coeficiente de difusión, buena estabilidad estructural, buena resistencia contra la oxidación y corrosión [1].

#### 1.2.2 4 Efecto de la temperatura y el tiempo en el envejecimiento

Las propiedades de una aleación endurecida por envejecimiento dependen tanto de la temperatura como del tiempo de envejecimiento, por ejemplo en el caso de Al-4% Cu la difusión se da de forma rápida a 260°C, por lo tanto, al ser una aleación envejecible esta endurece por precipitación de segundas fases, y su dureza alcanza un máximo después de 1 hora de ser tratada, después de ese tiempo ocurre un sobre-envejecimiento lo que causa un decremento en su dureza (Figura 1.16) [19,21].



**Figura 1. 16** Efecto del tiempo y temperatura en el envejecimiento de la aleación (Al-4% Cu) [19].

### 1. 3 Termoelectricidad

Es el fenómeno en el cual dos conductores eléctricos de un metal conocido se encuentran unidos por sus extremos y generan una corriente eléctrica mediante la aplicación de un

diferencial de temperatura entre sus uniones (Figura 1.17), lo cual genera una diferencia de potencial proporcional a la diferencia de temperatura entre la punta fría y la punta caliente, su funcionamiento se basa en el descubrimiento hecho por Seebeck T.J. en 1821, quien observó que en un circuito formado por dos conductores distintos, cuyas uniones soldadas se encuentran en medios con temperaturas distintas, aparece entre ambos una diferencia de potencial (f.e.m). Posteriormente, se demostró que esta f.e.m. proviene en realidad de dos efectos diferentes, los cuales fueron relacionados al efecto Seebeck mediante Thomson (Lord kelvin):

- EFECTO PELTIER: básicamente es el contrario del efecto Seebeck, consiste en hacer pasar una corriente procedente de una fuente de energía eléctrica continua, a través de un circuito formado por dos conductores de distinta naturaleza, obteniéndose que una de sus uniones absorbe calor y la otra lo cede.

$$\Pi = T * S \tag{1.1}$$

Donde  $\Pi$  es el coeficiente de Peltier,  $T$  es la temperatura absoluta y  $S$  es el coeficiente Seebeck

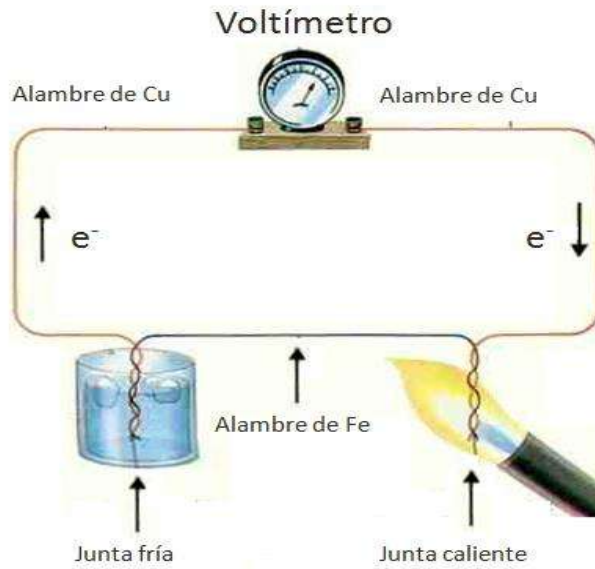
- EFECTO THOMPSON: Este consiste en la absorción o liberación de calor por parte de un conductor eléctrico, con un gradiente de temperaturas, por el cual circula una corriente eléctrica.

$$\mu = T \frac{\Delta S}{\Delta T} \tag{1.2}$$

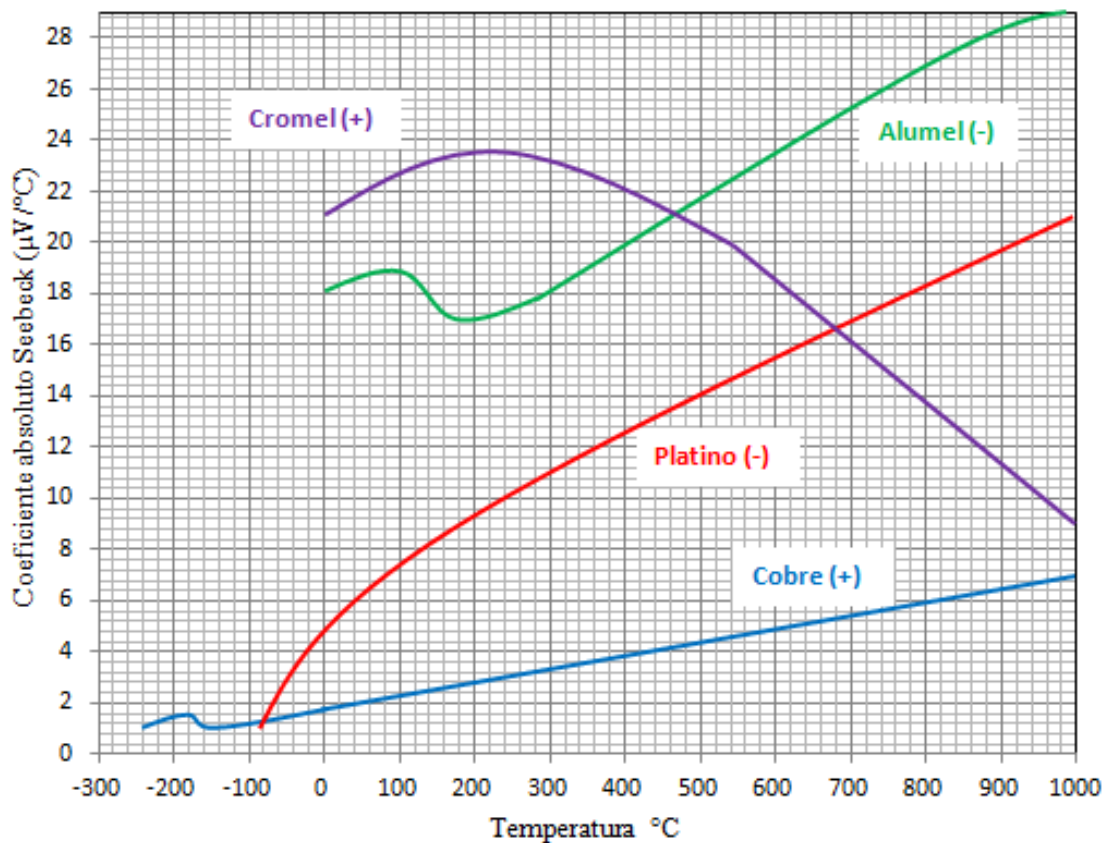
En la mayoría de los casos, la suma de los efectos Peltier y Thompson es aceptable considerarla como una buena aproximación del efecto Seebeck. [22, 23,24]

Gran parte de las referencias bibliográficas sobre termopares muestran valores de voltaje en función de la temperatura. Sin embargo, existen tablas que muestran valores del coeficiente Seebeck en función de la temperatura (Figura 1.18). Se define al coeficiente Seebeck como el cociente entre el voltaje generado en el termopar ( $\Delta V$ ) y la pequeña diferencia de temperatura ( $\Delta T$ ) entre sus extremos.

Para cada metal es posible determinar su coeficiente Seebeck absoluto formando una unión con un metal de referencia. Por convención, el signo de dicho coeficiente se dice positivo, si la corriente inducida fluye hacia el metal de referencia.



**Figura 1. 17** Esquema del efecto Seebeck.



**Figura 1. 18** Coeficientes Seebeck absolutos en función de la temperatura, para distintos materiales usados comúnmente en la construcción de termopares [24].

### 1.3. 1 Flujo de portadores de carga

Los portadores de carga en los materiales (electrones en metales, electrones y huecos en los semiconductores, iones en los conductores iónicos) fluirán cuando un extremo de un conductor está a una temperatura diferente del otro. Portadores calientes se fluirán desde el extremo caliente al extremo frío, pues hay menor densidad de portadores calientes en el extremo frío del conductor. Portadores fríos fluirán desde el extremo frío al extremo caliente por la misma razón.

Si el conductor dejara alcanzar el equilibrio termodinámico, este proceso resultaría en la distribución uniforme de calor a través del conductor. El movimiento de calor (en la forma de portadores cargados) de un extremo al otro se llama corriente de calor. Así como portadores de carga moviéndose, es también una corriente eléctrica.

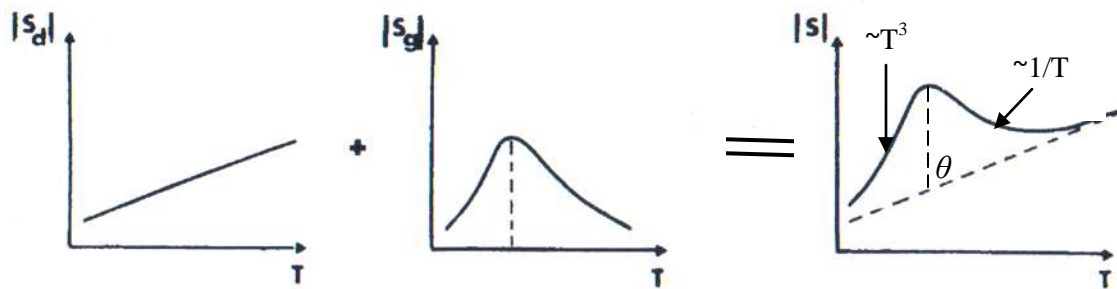
En un sistema donde ambos extremos se mantienen a diferencia constante de temperatura (una corriente constante de calor de un extremo a otro), existe un flujo constante de portadores. Si la razón de fluidez de portadores calientes y fríos en direcciones opuestas es igual, allí no sería un cambio neto en la carga. Pero, el flujo de carga se dispersa con impurezas, imperfecciones, y vibraciones de la red cristalina (fonones). Si la dispersión depende de la energía, los portadores calientes y fríos fluirán a razones diferentes. Esto crea una densidad mayor de portadores a un extremo del material, y la distancia entre las cargas positivas y negativas produce una diferencia de potencial; un voltaje electrostático.

Los electrones de conducción alrededor de la energía de Fermi tienen una velocidad media que solo tiene una pequeña dependencia con la temperatura. Este pequeño cambio en la velocidad media con la temperatura, es importante para entender el efecto termoeléctrico. Este campo eléctrico, sin embargo, se opone a la dispersión desigual de portadores, y se alcanza un equilibrio donde el número neto de portadores desplazados es cancelado por el número neto de portadores moviéndose en dirección opuesta desde el campo electrostático. Esto indica que el potencial termoeléctrico de un material depende grandemente de las impurezas, imperfecciones, y cambios estructurales (el cual frecuentemente varía entre ellos mismos con la temperatura y el campo eléctrico), y el potencial termoeléctrico de un material es la colección de muchos efectos diferentes [22,24]

El potencial termoeléctrico generado en el conductor ( $S$ ) depende principalmente de dos contribuciones la cuales son: el potencial termoeléctrico debido al flujo de los electrones en el

material ( $S_d$ ) y el potencial termoeléctrico debido a la interacción fonón/electrón ( $S_g$ ) ver ecuación 1.3. En el primer caso, el incremento en la corriente termoeléctrica es debido al flujo de electrones de la punta caliente a la punta fría los cuales tienen mayor energía térmica que los electrones en la punta fría, el cual presenta un comportamiento lineal con respecto a la temperatura, mientras que la contribución al potencial termoeléctrico debido a las ondas de Debye o fonones, que son causados por la energía que fluye a través de la red y que se presentan como vibraciones de la red cristalina interactuando significativamente con los electrones de conducción mediante colisiones, lo que ocasiona una variación en la resistencia del conductor dependiente de la temperatura, teniendo así un efecto conocido como: efecto fonón/electrón, donde estas ondas tienden a “barrer” los electrones desde la zona caliente hacia la zona fría. El incremento en la vibración de la red corresponde a un incremento no lineal para temperaturas bajas el cual es proporcional al cubo de la temperatura (para  $T \ll \theta$ ), hasta que el incremento en la temperatura aumenta la probabilidad de que una onda generada en la red, choque con otra onda generada, más que con un electrón de conducción, haciendo que estas ondas se anulen en un movimiento no armónico, este efecto aumenta con la temperatura haciendo que la colisiones fonón/fonón sean más frecuentes, disminuyendo la interacción entre fonón/electrón en  $1/T$ , desapareciendo el efecto fonón/electrón a más altas temperaturas (para  $T \geq \theta$ ) (Figura 1.19) [22].

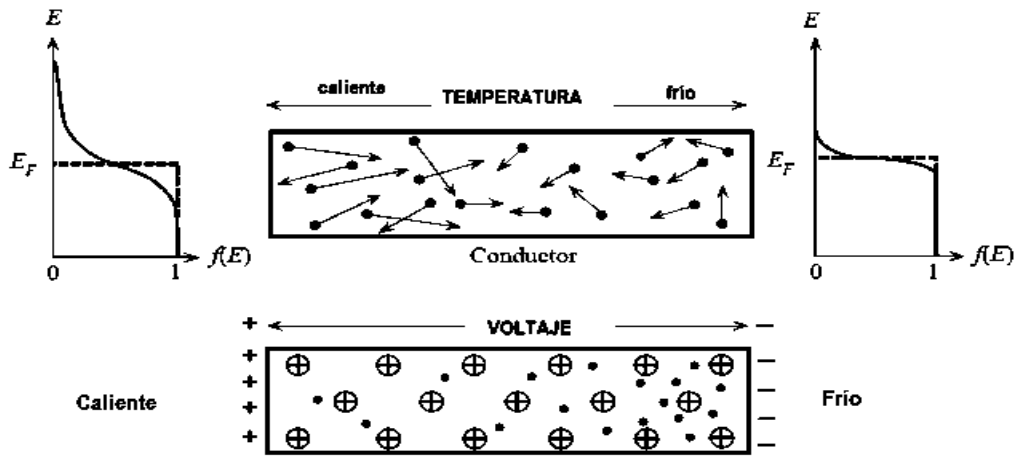
$$S(T) = S_d(T) + S_g(T) \quad (1.3)$$



**Figura 1. 19** Esquema de PTE absoluto,  $S_d$  = PTE componente de flujo de electrón,  $S_g$ = PTE componente fonón/electrón.  $\theta$  = temperatura de Debye.

### 1.3.2 Efecto Seebeck

Para explicar este efecto, considérese una barra de un metal que es calentada por un extremo y enfriada por el otro como se muestra en la Figura 1.20. Los electrones en la región caliente tienen mayor energía y, por lo tanto, tienen mayores velocidades que los de la región fría. Por consiguiente, hay un flujo neto de electrones del extremo caliente hacia el extremo frío, lo cual deja detrás iones metálicos positivos expuestos en la región caliente y acumulación de electrones en la región fría. Por consiguiente, se desarrolla un voltaje entre los extremos caliente y frío, donde el extremo caliente presenta el potencial positivo. La diferencia de potencial  $\Delta V$  a través de la pieza del metal debida a la diferencia de temperatura  $\Delta T$  es llamada efecto Seebeck.



**Figura 1. 20** Efecto Seebeck. Gradiente de temperatura en un conductor.

El efecto volumétrico está íntimamente relacionado con el fenómeno de termoelectricidad por la cinética de los electrones a través del material. Entonces, el coeficiente del potencial termoelectrico esta dado por la teoría de Mott-Jones expresado por la ecuación siguiente:

$$S = -\frac{\pi^2}{3} \cdot \frac{k_B^2 T}{e} \frac{\partial}{\partial E_e} [\ln \sigma]_{E_e = E_f} \quad (1.4)$$

donde  $e$ , es la carga en el electrón;  $E_e$  es la energía en el electrón;  $E_f$  es la energía de Fermi;  $K_B$  es la constante de Boltzmann;  $T$  es la temperatura y  $\sigma$  es la conductividad eléctrica.

### 1.3. 3 Técnica de potencial termoelectrico

Las técnicas termoelectricas convencionales son únicamente sensibles a variaciones intrínsecas del material, pero son básicamente insensibles a efectos geométricos externos como lo son, la forma, tamaño, y calidad de la superficie del espécimen a ser inspeccionado. Solo los termopares hechos con materiales de diferentes poderes termoelectricos generarán una señal termoelectrica, esta característica única hace un simple medidor termoelectrico, uno de los más sensibles instrumentos utilizados en la caracterización de materiales por técnicas no destructivas.

Los efectos microestructurales del material están relacionados fuertemente por el fenómeno de la termoelectricidad, por las cinéticas de los electrones a través del material. El poder termoelectrico de los metales es sensible a una variedad de propiedades del material que pueden afectar la medición. Claramente, la composición química ejerce el más fuerte de los efectos en las propiedades termoelectricas, y en consecuencia, la aplicación básica del de caracterización de materiales termoelectricos es la clasificación del metal, sin embargo, es bien conocido que bajo condiciones especiales, los materiales de idéntica composición química pueden incluso producir un termopar eficiente como resultado de un tratamiento térmico diferente, procesos de precipitación, crecimiento de grano, restauración, endurecimiento, textura, esfuerzos residuales, fatiga, etc. Los cuales pueden ser caracterizados mediante evaluaciones no destructivas de materiales [22,26-32,45,46,48].

Se consideran dos materiales diferentes A y B (Figura 1.21) conectados por los extremos 1 y 2, si se mantienen estas dos uniones a temperaturas diferentes  $T_1$  y  $T_2$ , circulará un voltaje termoelectrico en el circuito, este voltaje es proporcional a la diferencia de temperatura  $\Delta T = T_1 - T_2$  entre las dos uniones. El potencial termoelectrico  $S_{AB}$  del metal A es relativo al metal B.

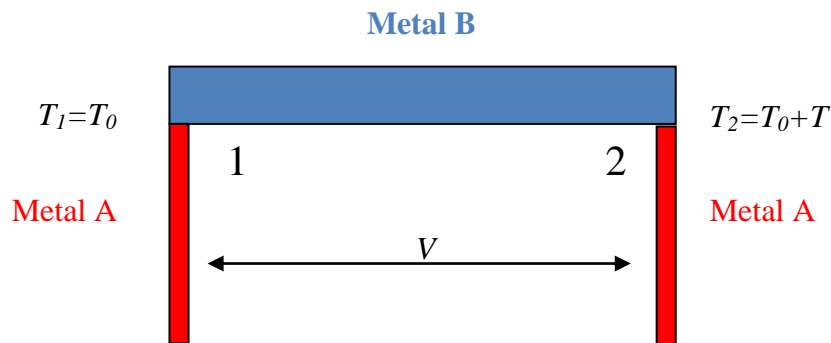


Figura 1. 21 Diagrama esquemático de la unión doble en la que se muestra el efecto Seebeck.

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (\mu\text{V/K}) \quad (1.5)$$

Que es igual a:

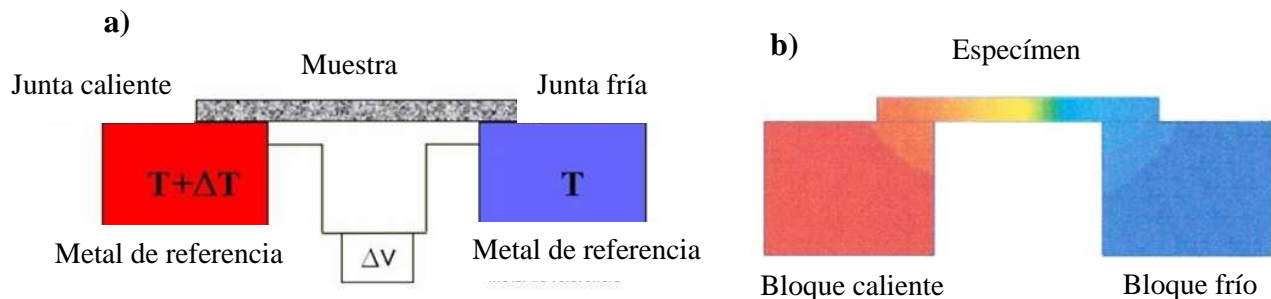
$$\Delta S = S_A - S_B = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} (\Delta V / \Delta T) \quad (1.6)$$

Donde  $S_A$  y  $S_B$  son potenciales termoeléctricos absolutos del metal A y B respectivamente. Para determinar el potencial termoeléctrico del metal que deseamos caracterizar es necesario primeramente producir dos uniones con un metal de referencia como el mostrado en la Figura 1.21, posteriormente se genera un gradiente de temperatura controlado dentro del espécimen  $\Delta T$ , y finalmente se mide el voltaje generado  $\Delta V$ , donde mediante la siguiente ecuación podemos determinar el PTE absoluto del espécimen, conociendo el PTE absoluto del metal de referencia.

$$S_A = S_B + \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (1.7)$$

Las mediciones deben de ser a una temperatura fija donde el potencial termoeléctrico absoluto  $S(T)$  tenga una comportamiento lineal, que es donde los fonones (vibraciones en la red cristalina con influencia en la conductividad térmica) han sobrepasado la temperatura de Debye y ya no contribuyen a la variación calor específico (aproximadamente por encima de 300K) y únicamente se tenga un PTE debido al flujo de los electrones.

Existen dos métodos principalmente para la determinación del PTE. El primero es el *método del gradiente lateral* en el cual un espécimen es posicionado entre dos bloques de un metal conocido (por ejemplo, cobre), uno de los bloques se encuentra a una temperatura  $T_1$  y el otro bloque se encuentra a una temperatura  $T_1+T_2$ . La unión de estos bloques mediante el espécimen, cierra un circuito el cual genera una corriente eléctrica, (Figura 1.22 a)).

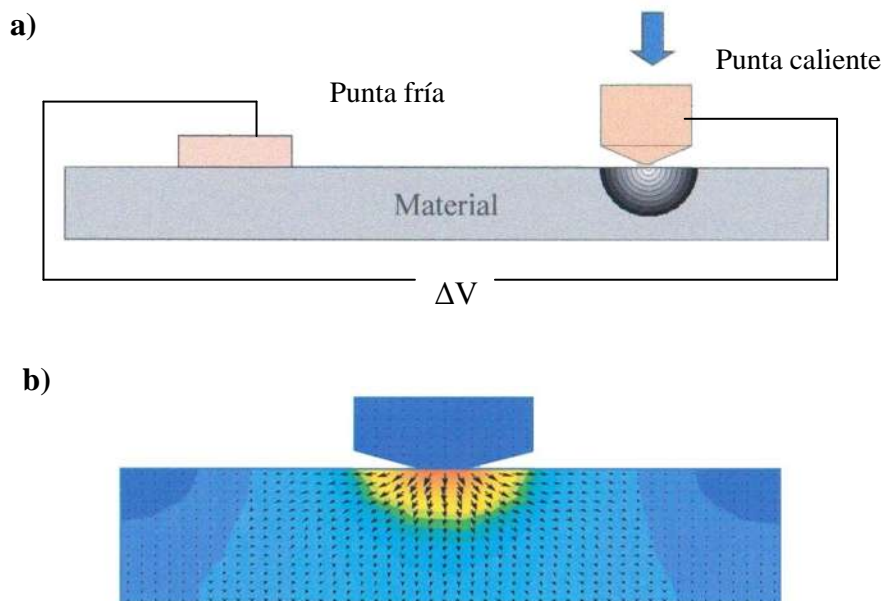


**Figura 1. 22** a) Diagrama esquemático del equipo de gradiente lateral b) Gradiente térmico.

Esta técnica se considera volumétrica ya que el gradiente térmico es homogéneo a través del espécimen además de ser muy sensible siempre y cuando se respeten algunas dimensiones de las probetas para garantizar una buena medición de la temperatura en los extremos del espécimen (Figura 1.22 b)), para ello el error de la medición de la temperatura se reduce si la resistencia térmica de la muestra se incrementa y la resistencia de contacto se disminuye, esto se logra disminuyendo la longitud y sección transversal de la muestra.

La resistencia térmica del contacto introduce un gradiente térmico en la unión, para reducir esta resistencia se debe aplicar un control mecánico en la presión de la unión, pulir la unión de la muestra, remover la capa de oxido que se pudiera formar y aplicar eventualmente un conductor térmico líquido.

El segundo método para la medición de PTE es el *método de punta caliente*, en el cual únicamente se regula la temperatura de una de las puntas, (punta caliente = 50°C) mientras la otra punta permanece a temperatura ambiente (punta fría) (Figura 2.23 a)).



**Figura 1. 23** a) Diagrama esquemático del equipo de punta caliente b) gradiente térmico.

En este método el gradiente térmico es localizado en el área de contacto y su tamaño es determinado por el tamaño de la unión, (diámetro de la punta) el volumen de gradiente térmico equivale aproximadamente a 6 veces el radio de la punta (Figura 2.23 b)).

Una de las ventajas de este método es que las mediciones del PTE son localizadas y éstas pueden hacerse a elementos en sitio. La principal desventaja es que tiene una menor sensibilidad que el *método de gradiente lateral*, esto es debido a que la determinación precisa de la temperatura en la unión, por consecuencia del espesor de la punta que puede desarrollar un amplio gradiente térmico en la unión con el espécimen. La incertidumbre de la temperatura está fuertemente relacionada con la conductividad térmica del material estudiado, este error se incrementa con el aumento en la conductividad del material. [50]

#### 1. 4 Técnica de ultrasonido

El ultrasonido son ondas acústicas de idéntica naturaleza que las ondas sónicas, diferenciándose de éstas en que su rango de frecuencias se encuentra por encima de la zona audible del ser humano (20,000 Hz). Por los fenómenos que provocan en su propagación en los sólidos, líquidos y gases, han dado lugar a numerosas aplicaciones científicas, como: obtención de estados metálicos finamente divididos en el área de pulvimetalurgia, refinamientos de grano en procesos de colada, aceleración de la difusión en tratamientos térmicos, detección de heterogeneidades (defectología), determinación de sus propiedades (caracterización) y medida de espesores (metrología), etc. [33]

El sonido viaja a diferentes velocidades dependiendo del metal por el cual se propague, en ultrasonido a esto se le llama velocidad del sonido en el material. Los factores que afectan la velocidad son la densidad y la elasticidad del material. Los materiales con altos módulos de Young tienen una alta velocidad del sonido, los valores altos de densidad en el material, tienen baja velocidad del sonido.

$$c = \frac{2 * l}{t} \quad (1.8)$$

Donde  $t$  es el tiempo de vuelo o cantidad de tiempo que tarda la onda en recorrer el material,  $l$  es el espesor del material inspeccionado y  $c$  es la velocidad de la onda.

La densidad y la elasticidad son los factores dominantes que afectan la velocidad del sonido en el material, pero existe otro efecto que juega un papel importante en el cambio de la velocidad, que es la llamada, relación de Poisson, este relaciona el estrechamiento de una sección transversal con respecto al estiramiento perpendicular a la sección [9].

La velocidad de una onda longitudinal para un material dado puede ser calculada por la siguiente ecuación:

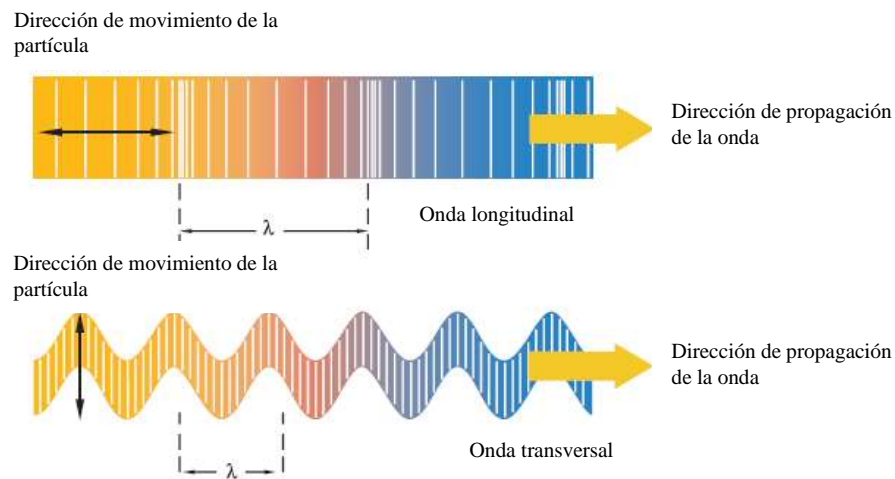
$$c_c = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1-\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (1.9)$$

donde  $c_c$  es la velocidad de una onda longitudinal,  $E$  es el módulo elástico de Young,  $\rho$  es la densidad del material, y  $\nu$  es la relación de Poisson. [9,33].

Las ondas de corte son capaces de propagarse en los sólidos y estas no viajan a la misma velocidad que las ondas longitudinales en un material dado, esto es debido a que el módulo de rigidez, en lugar del módulo de Young, define la velocidad, y el módulo de rigidez es más bajo que el módulo de elasticidad. Esto significa que la velocidad de una onda de corte es siempre más lenta que la velocidad de una onda longitudinal en un material. De manera general se considera que una onda de corte viaja aproximadamente a la mitad de la velocidad de la onda longitudinal (Figura 1.24). La velocidad de una onda de corte puede ser calculada de la siguiente forma:

$$c_s = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1}{2(1+\nu)}} \quad (1.10) \quad \text{ó también} \quad c_s = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (1.11)$$

donde  $c_s$  es la velocidad de una onda de corte y  $G$  es el módulo de rigidez, [9,33]



**Figura 1. 24** Propagación de una onda longitudinal y una onda de corte en el material [36].

Los transductores de ondas de corte son utilizados regularmente para la medición de la velocidad ultrasónica y junto con la velocidad ultrasónica longitudinal puede ser calculado

el radio de Poisson, módulo de Young, y el módulo de corte. Mediante las siguientes formulas.

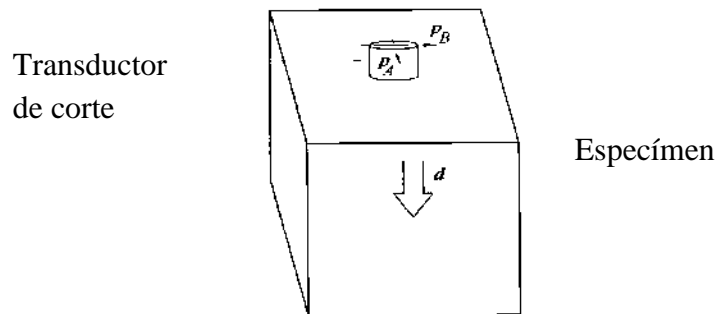
$$\nu = \frac{1 - 2 \cdot (c_s / c_c)^2}{2 - 2 \cdot (c_s / c_c)^2} \quad (1.12)$$

$$E = \frac{c_c^2 \rho \cdot (1 + \nu)(1 - 2 \cdot \nu)}{(1 - \nu)} \quad (1.13)$$

$$G = c_s^2 \rho \quad (1.14)$$

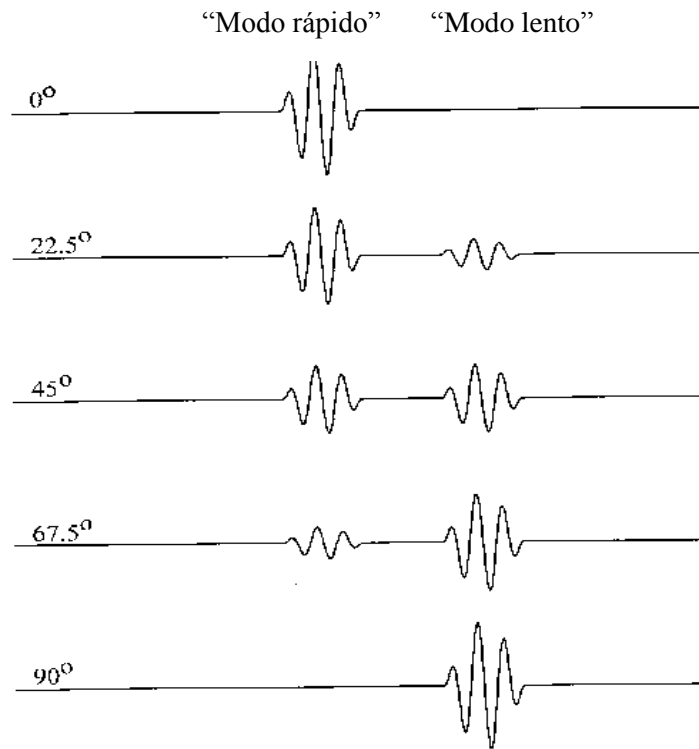
donde  $\nu$  es el radio de Poisson,  $\rho$  es la densidad del material,  $E$  es el módulo de Young y  $G$  es el módulo de corte [36].

Un transductor de ondas de corte puede ser usado para detectar un fenómeno conocido como birrefringencia el cual es la refracción de la propagación de una onda ultrasónica de una dirección dada en dos señales de onda de diferentes velocidades y polarizaciones ortogonales mutuas, la Figura 1.25 muestra la configuración geométrica de la medición de la birrefringencia. La Figura 1.26 muestra la separación de la señal ultrasónica en dos componentes “rápido” y “lento” donde la dirección de propagación se encuentra entre las direcciones “puras” debidas a la birrefringencia.



**Figura 1. 25** Configuración geométrica para medición de la birrefringencia [9].

La birrefringencia generalmente caracteriza la anisotropía del material debido a una orientación preferencial por trabajado mecánico o a una anisotropía cristalina en un material monocristalino con estructura cristalina no isotrópica, como por ejemplo hcp.

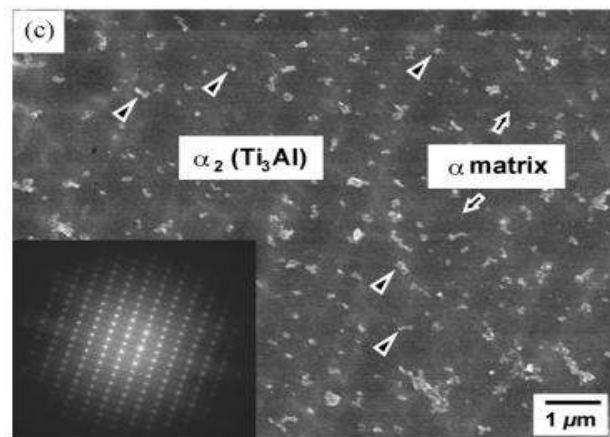


**Figura 1. 26** Separación de la señal en un componente “rápido” y otro” lento” cuando la dirección de polarización está entre la dirección “pura” debido a la birrefringencia [9].

### 1. 5 Estado del arte

Geun et al. [3] mediante las técnicas de resistencia a la fractura, impacto de Charpy y capacidad de amortiguamiento, realizaron la caracterización del efecto de partículas  $\alpha_2$  precipitadas por efecto del tratamiento térmico de la aleación Ti-6Al-4V en tres microestructuras diferentes: Widmanstätten, equiaxial y bimodal, a las cuales se le realiza un tratamiento de envejecimiento a una temperatura de 545°C durante 200 horas, precipitando las partículas de  $\alpha_2$  dentro de la fase  $\alpha$  (Figura 1.27). Los resultados de energía de absorción de la prueba de impacto de Charpy y en la resistencia a la fractura, se notó un decremento conforme el envejecimiento era hecho, mientras que las propiedades de amortiguamiento aumentaban con el envejecimiento en las estructuras Widmanstätten y equiaxial, mientras que la estructura bimodal se debilitaba debido al reblandecimiento de la martensita templada y el decremento en la diferencia elástica entre la martensita templada y la fase  $\alpha$  que contenía partículas de  $\alpha_2$ . Por otra parte realizaron análisis microestructural antes y después del tratamiento de envejecimiento para las tres microestructuras, donde determinaron que no

había una variación significativa en los tamaños de grano, espesor de límite de grano y porcentajes de fases presentes.

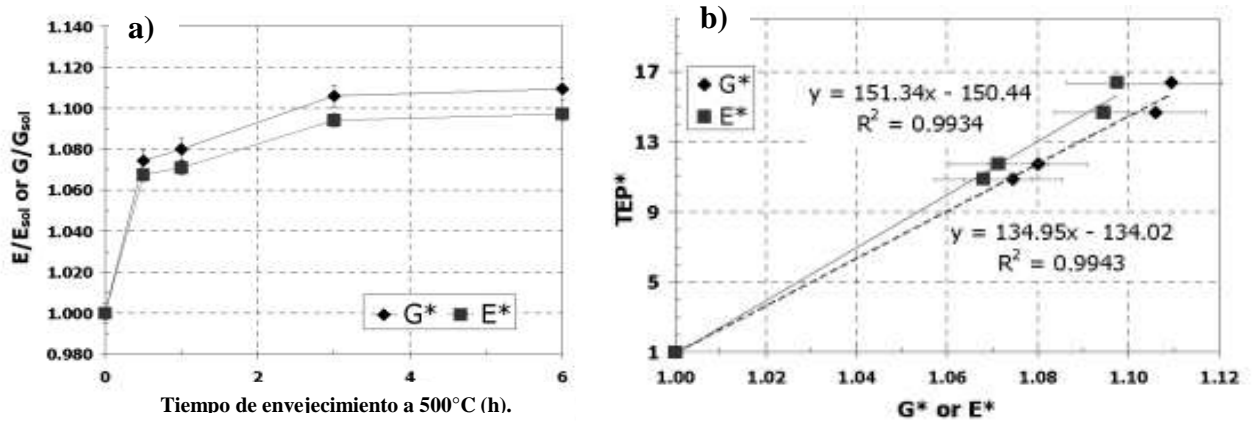


**Figura 1. 27** Partículas homogéneamente distribuidas de  $\alpha_2$  precipitadas de tamaño 50-200 nm homogéneamente distribuidas dentro de  $\alpha$ , la cual es similar para las tres estructuras [3].

Snir et. al. [45] hicieron uso del PTE para evaluar el proceso de envejecimiento de una acero martensítico 250, el cual endurece en el envejecimiento por la precipitación de partículas de  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  ó  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  y  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ .

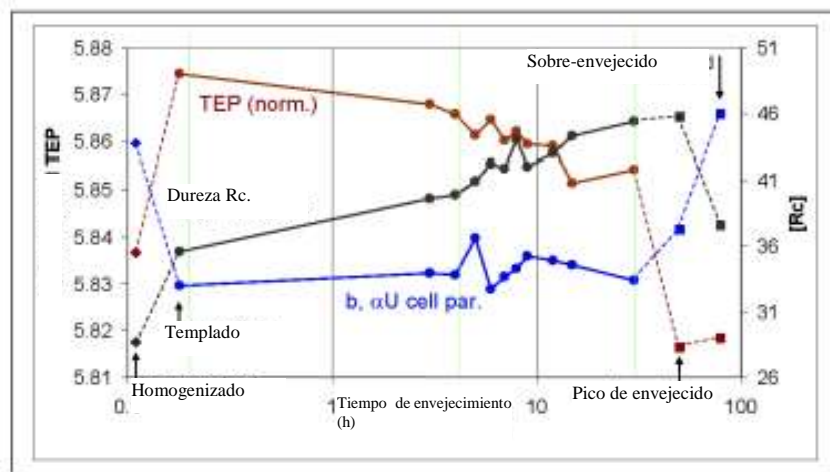
El acero martensítico 250 fue envejecido a  $500^\circ\text{C}$  de 0.5 a 6 horas en vacío, se hicieron mediciones de PTE, DRX, UT y HRC (Figura 1.28), las mediciones se hicieron a diferentes tiempos de envejecimiento, el módulo de Young lo calcularon mediante UT, las mediciones de DRX con un avance de  $0.02^\circ/\text{paso}$  para la medición del micro-estrés en los picos característicos de la martensita (222) y (031).

Determinaron que el envejecimiento de este material reduce los valores de PTE al igual que las mediciones realizadas por ultrasonido, determinando que los factores involucrados en las mediciones son los mismos, encontrando una muy buena correlación entre el PTE y el modulo de rigidez y modulo de Young determinado por ultrasonido.



**Figura 1. 28** a) modulo de corte y modulo de Young, b) correlación de PTE entre modulo de rigidez y modulo de Young [45]

Herrmann et. al [21] estudiaron la cinética de envejecimiento en una aleación bifásica de uranio-titanio por medio del PTE. Donde obtuvieron una microestructura martensítica por un tratamiento de solubilizado en la fase  $\gamma$  templada en agua y un posterior envejecimiento. El envejecimiento de la aleación causa endurecimiento por la precipitación de  $U_2Ti$ . Llevaron a cabo mediciones de PTE, HRC y DRX para determinar el parámetros de red “b” de la fase  $\alpha$  de la matriz de uranio (Figura 1.29).



**Figura 1. 29** Comparativo entre los valores del PTE, dureza Rc y parámetro de celda unitaria [21].

Concluyeron que para la región I correspondiente al envejecimiento se tiene una solución sobresaturada de ~4 en % atómico de Ti en la fase martensítica, lo que causa un incremento

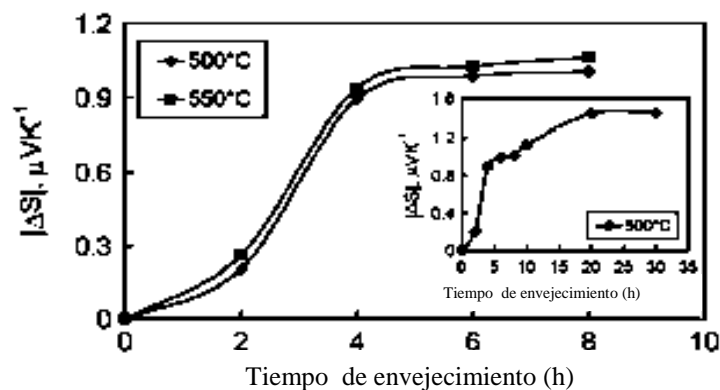
en la dureza del material, además de que los parámetros de red se ven incrementados también, causando estrés interno en el material, el cual se sabe que el PTE es muy sensible a este tipo de variable.

La región II es característica por una variación lineal en las mediciones de las propiedades, donde los precipitados coherentes crecen y transforman a precipitados semi-coherentes.

En la región III se observa un comportamiento inestable en las tres técnicas relacionado con la evolución semi-coherente de los precipitados y la evolución microestructural, la cual modifica sus propiedades.

La región IV es caracterizada por la evolución de los precipitados  $\delta$  ( $U_2Ti$ ) en no coherentes, en esta etapa la dureza y el parámetro de red tienen un cambio abrupto indicando la reducción del titanio en la matriz, y los cambios en el PTE debido al micro-estrés en el material se reducen, revelando la estabilidad de la estructura bifásica del material.

R.Rana et al. [48] caracterizaron mediante PTE la precipitación de cobre en un nuevo acero libre de intersticiales, el cual puede endurecer por medio de envejecimiento. Realizaron adiciones de cobre en el material quedando enriquecido con un 0.8 % en peso, posteriormente se solubilizó y se envejeció con distintos tiempos de permanencia a 500 y 550°C. La evolución del envejecimiento fue monitoreada por mediciones en la dureza (dureza Vickers) y por medio de DRX para la medición de parámetros de red. Los valores de las mediciones en el PTE se incrementaron conforme se incrementaba el tiempo de envejecimiento Figura 1.30.



**Figura 1. 30** Incremento del poder termoeléctrico debido al envejecimiento, recuadro: envejecimiento a 500°C para periodos de tiempo más largos [48].

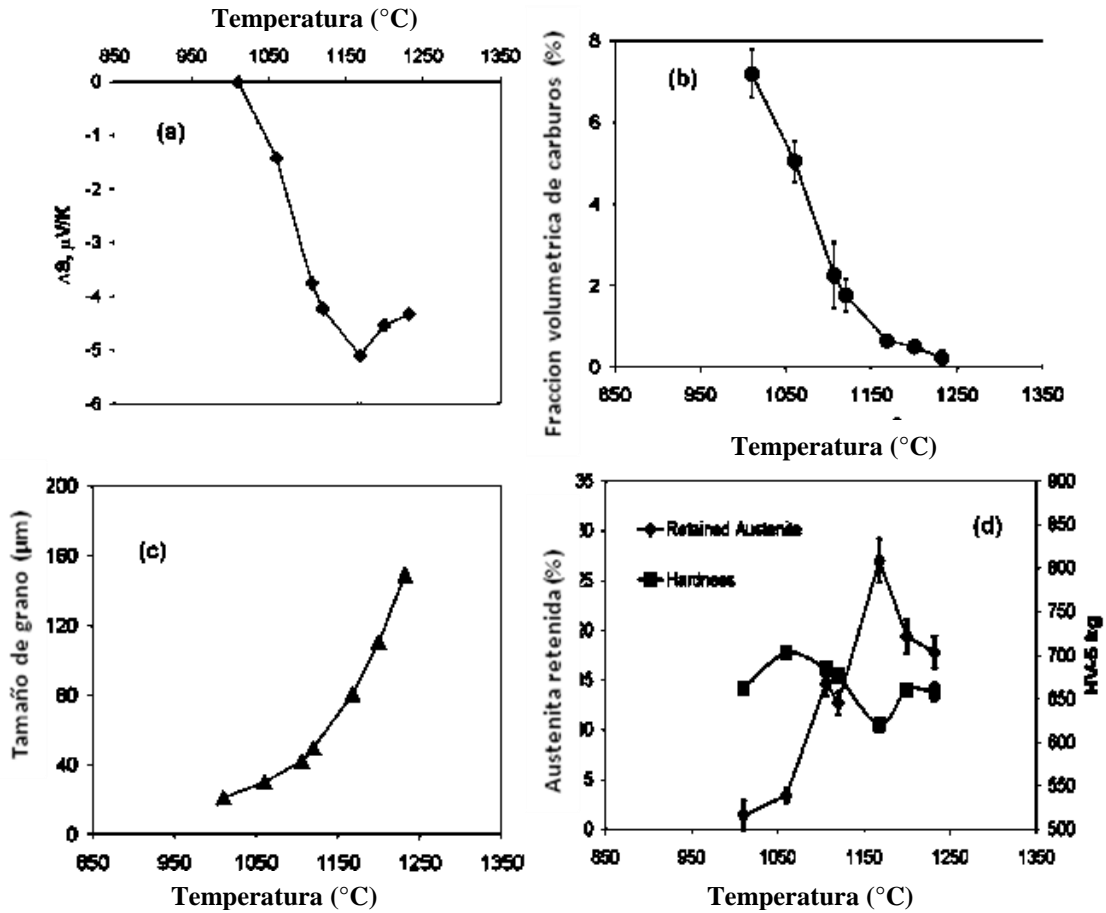
La separación de valores de PTE entre las dos temperaturas se concluye que es debido a la mayor velocidad de difusividad a 550°C que a 500°C y que el potencial termoeléctrico se ve disminuido en solución sólida, y que es aumentado por su precipitación. La precipitación del cobre causa estrés, lo que causa la reducción del PTE.

El estrés debido a la precipitación de estas partículas es menor en los tiempos cortos de envejecimiento y se incrementa conforme se incrementa el tiempo de envejecimiento hasta llegar al pico máximo de envejecimiento, que es en donde se alcanzan las mayores propiedades de endurecimiento debido a la precipitación. Que en el caso estudiado se presenta entre 4 y 8 horas de envejecimiento. El incremento en el PTE después de 8 horas de envejecimiento se atribuye a la pérdida de coherencia de los precipitados, cuando los precipitados no se encuentran en el pico máximo de envejecimiento y comienzan a sobre-envejecer.

Caballero et al. [26] caracterizaron mediante PTE el proceso de disolución de carburos  $M_{23}C_6$  en un acero inoxidable X45Cr13, mostrando así la influencia del carbono y los contenidos de cromo en una solución en austenita, las fronteras de grano de la austenita y la microestructura sobre el TEP fueron determinados (Figura 1.31).

Mediante un analizador de imagen determinaron la cantidad de área ocupada por los carburos, una prueba adicional para la disolución de los carburos fue la de la dureza Vickers aplicada a cada muestra.

Concluyeron que el incremento en el porcentaje de carbono en solución sólida es el factor principal de la variación del PTE, siendo inversamente proporcional, ya que esta muestra una mayor correlación de los datos experimentales.



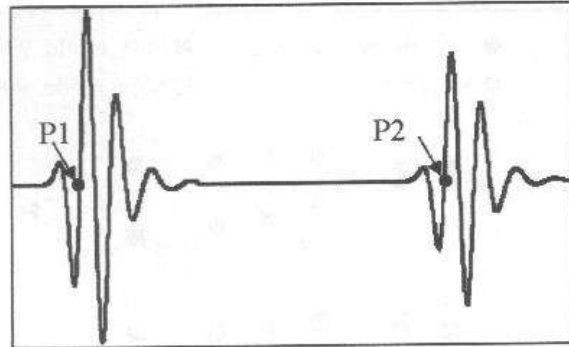
**Figura 1.31** a) Variación PTE, b) fracción volumétrica de carburos, c) diámetro del grano de austenita, d) fracción volumétrica de austenita retenida y dureza de las muestras templadas desde diferentes temperaturas de austenización. De la misma aleación [26].

Ruiz et al. [35] reportaron las mediciones ultrasónicas de la textura cristalográfica en un acero inoxidable dúplex 2205 envejecido isotérmicamente a 700°C y 900°C por diferentes intervalos de tiempo. Las mediciones de textura fueron realizadas por birrefringencia de una onda de corte. La evidencia experimental encontró cambios de velocidad en el modo rápido de la onda de corte conforme el tiempo de envejecimiento aumenta, mientras que la velocidad en el modo lento de la onda de corte permanece sin cambio a lo largo del tratamiento térmico.

Los tiempos de vuelo de dos ecos consecutivos de la pared posterior fueron medidos, eligiéndose la medida correspondiente al cruce positivo en cero en el primer y segundo eco de la pared posterior del espécimen (Figura 1.32), la velocidad de la onda de corte fue determinada con la formula:

$$c_{m,n} = \frac{2 * l}{t_{m,n}} \quad (1.16)$$

La onda de corte es sensible al efecto de recristalización y puede ser una herramienta muy útil para la evaluación no destructiva.

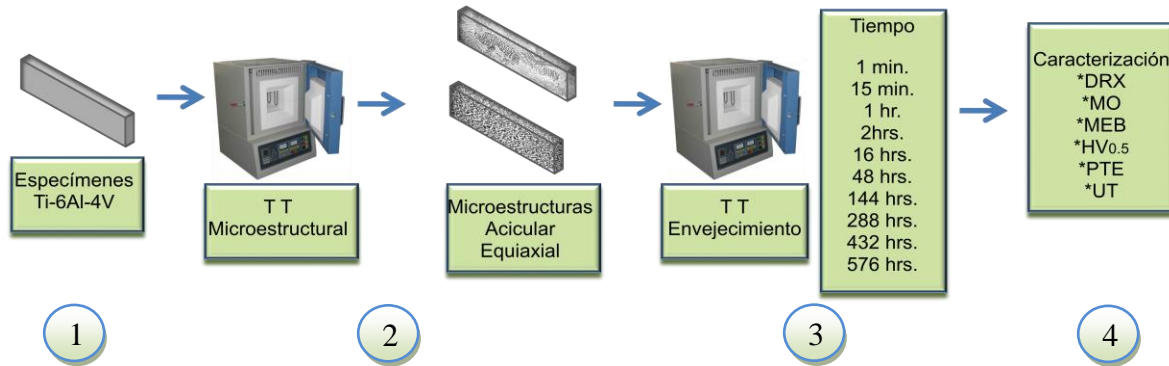


**Figura 1. 32** Explicación de cruces positivos usados para mediciones de tiempo [35].

Concluyendo que una onda de corte es sensible a efectos microestructurales de recristalización, desde el punto de vista de equilibrio termo-mecánico de la estabilidad de la fase característica del acero dúplex estudiado.

## CAPITULO 2. Desarrollo experimental

De acuerdo a la revisión bibliográfica y discusión del estado del arte, en esta etapa se diseñó el procedimiento experimental (Figura 2.1) para la obtención de las microestructuras equiaxial y acicular, así como el tratamiento térmico de envejecimiento para la precipitación de las partículas  $\alpha_2$ .



**Figura 2. 1** Esquema de arreglo experimental.

### 2. 1 Selección y obtención de probetas de Ti-6Al-4V

Se seleccionó para este estudio una aleación de titanio Ti-6Al-4V De la compañía Titanium Industries, Inc. con la siguiente composición certificada en el análisis químico (% en peso) Al 6.14, V 3.85, Fe 0.17, O 0.16, C 0.12, N 0.006, H 0.003, Ti restante. De un placa se cortaron probetas con dimensiones 1.6 mm × 30 mm × 10 mm. Las consideraciones para las dimensiones de las probetas fueron de acuerdo a los requerimientos de las diferentes técnicas se utilizaron para la caracterización. De estas se obtuvieron 62 piezas.

### 2. 2 Obtención de microestructuras acicular y equiaxial

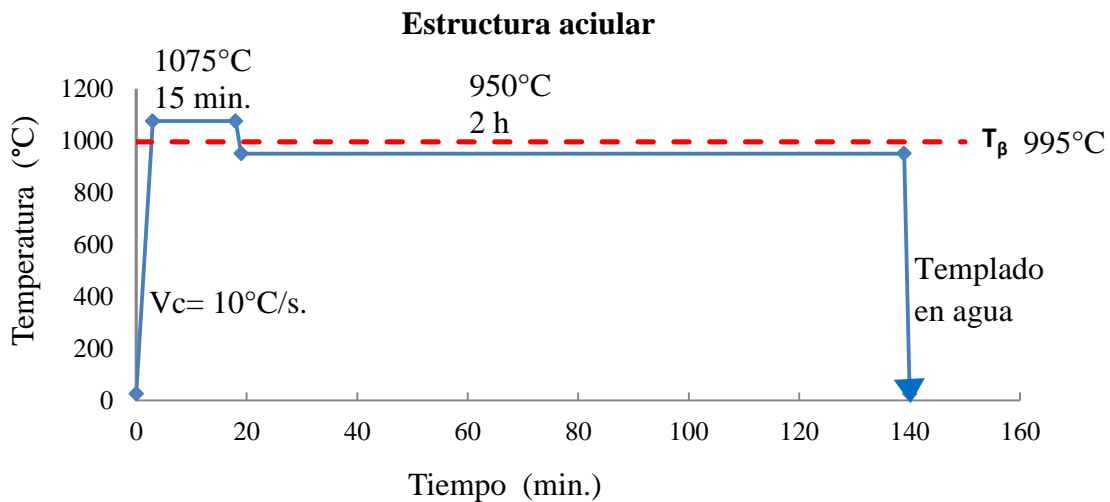
De las principales microestructuras que se pueden obtener de la aleación Ti-6Al-4V se escogió una microestructura equiaxial y una acicular para el posterior tratamiento de envejecimiento donde precipitaron las nano-partículas  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) dentro de la fase  $\alpha$ .

Para la obtención de las microestructuras escogidas se sabe que las morfologías de las microestructuras dependen directamente de los tratamientos termo-mecánicos a los que sean sometidos, y estos a su vez dependen del tiempo, temperatura, grado y forma de deformación

[1, 21, 25, 26, 24, 32]. Para ello es necesario saber la historia termo-mecánica a la que fue sometida durante el proceso de fabricación, se sabe que la forma más común en que la aleación Ti-6Al-4V es comercializada es en estado “laminado-recocido” (Mill-annealed) [5,20] el cual fue verificado mediante microscopía óptica y más ampliamente discutido en el capítulo 3. Ahora bien, sabiendo la historia termo-mecánica del material utilizado, se procedió a diseñar el tratamiento térmico para la obtención de las microestructuras deseadas.

### 2.2. 1 Microestructura acicular

Para la microestructura acicular primeramente se hizo un tratamiento de solubilizado por encima de  $T_{\beta}$  a  $1075^{\circ}\text{C}$  durante 15 minutos con una velocidad de calentamiento de  $10^{\circ}\text{C/s}$  para homogenizar la microestructura en solutos, posteriormente se redujo la temperatura por debajo de  $T_{\beta}$  con un tiempo de permanencia de 2 horas y posteriormente se realizó un templado en agua para retener gran cantidad de Al en la fase  $\alpha$  (Figura 2.2).

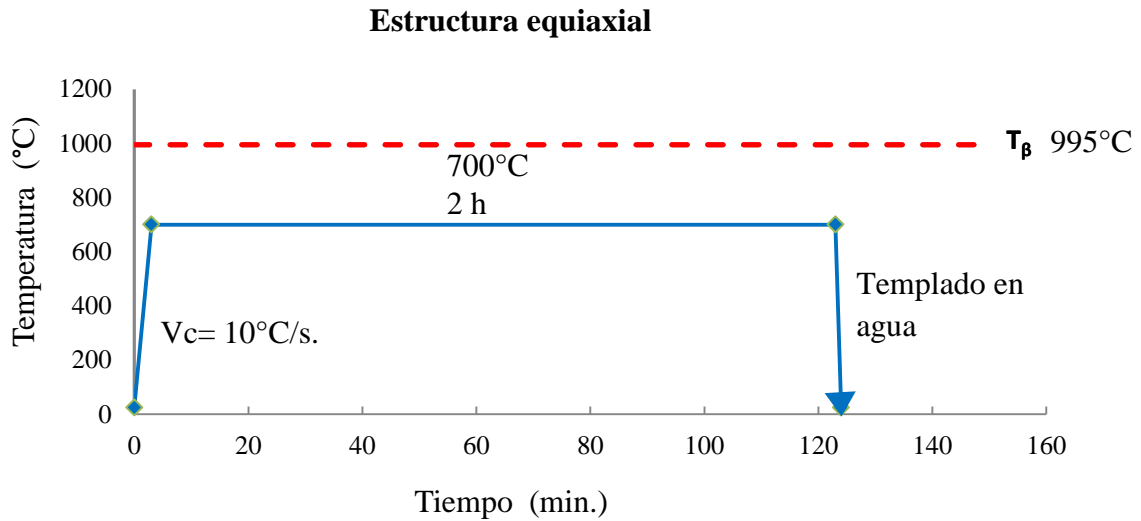


**Figura 2. 2** Ciclo térmico para la obtención de la estructura acicular.

### 2.2. 2 Microestructura equiaxial

Debido a la historia previa de trabajado de la lámina comercial “laminado-recocido”, únicamente fue necesario calentar esta microestructura a temperaturas donde no se modifique la morfología equiaxial de la misma. Para ello se incrementó la temperatura a  $700^{\circ}\text{C}$  con una

velocidad de calentamiento de  $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$ , y se mantuvo por 2 horas (el tiempo a esta temperatura no tiene mucha influencia en la microestructura), posteriormente se templó en agua para retener la mayor cantidad de aluminio en  $\alpha$  que será indispensable para la precipitación de  $\alpha_2$  (Figura 2.3).



**Figura 2. 3** Ciclo térmico para la obtención de la estructura globular.

### 2. 3 Tratamiento térmico de envejecimiento

A las dos microestructuras obtenidas se les realizó un tratamiento térmico de envejecimiento a tres diferentes temperaturas las cuales se encontraban dentro del rango de precipitación de partículas  $\alpha_2$  ( $\text{Ti}_3\text{Al}$ ) que va desde los  $500^{\circ}$  a  $600^{\circ}\text{C}$  [3, 5, 20, 44]. Las tres temperaturas escogidas fueron  $515^{\circ}$ ,  $545^{\circ}$  y  $575^{\circ}\text{C}$ , con tiempos de permanencia de 0, 1min., 15 min., 1 h, 2 h, 16 h, 48 h, 144 h, 288 h, 432 h y 576 h, posteriormente se removió la capa de óxido formada en la superficie. La tabla 2.I muestra espesor de capa de óxido formada, la cual fue removida, antes de ser inspeccionada por cualquier técnica.

**Tabla 2. I** Capa de óxido mínima a ser removida después de ser expuesta la aleación Ti-6Al-4V a atmosferas oxidantes [20].

temperatura de tratamiento	tiempo en temperatura	capa mínima para remover en superficie
480-593° C	≤ 12 h.	0.005 mm
649-704° C	1-8 h.	0.020 mm
1039-1066° C	≤ 0.5 h.	0.229 mm

## 2. 4 Caracterización

En esta etapa se determinaron los resultados experimentales de la microestructura desarrollada, algunas propiedades mecánicas y los resultados de la medición de potencial termoeléctrico.

### 2.4. 1 Microscopía óptica (MO)

Las probetas fueron embebidas en resina debido a que los especímenes eran relativamente pequeños para así facilitar su pulido (Figura 2.4). Para este análisis únicamente se tomaron en cuenta especímenes de algunos tiempos que se consideraron relevantes, estos fueron a 2 h, 16 h, 48 h, 144 h, 288 h, 432 h y 576 h, la disposición de las muestras en las resinas se muestra en la tabla 2.II, se colocaron en pares de mismo tiempo y misma temperatura pero diferente microestructura, donde la probeta con la microestructura equiaxial se encuentra contigua a la marca de referencia circular, y la acicular al otro extremo. Se realizó un pulido fino con lijas del 650 al 1500 y mediante pasta de diamante se le dio el acabado final, posteriormente las microestructuras fueron reveladas con solución Kroll (H<sub>2</sub>O 100 ml, HF 3 ml, HNO<sub>3</sub> 6 ml), de 10 a 20 segundos, y enjuagadas en alcohol para detener el ataque del revelador, las microestructuras fueron observadas en el microscopio óptico.



**Figura 2. 4** Probetas sumergidas en resina, microestructura equiaxial contigua a referencia redonda.

**Tabla 2. II** Disposición de especímenes montados en resina.

No. de muestra	Temperatura (°C)	Tiempo h	No. de muestra	Temperatura (°C)	Tiempo h	No. de muestra	Temperatura (°C)	Tiempo h
1	515	2	8	545	48	15	575	288
2	545	2	9	575	48	16	515	432
3	575	2	10	515	144	17	545	432
4	515	16	11	545	144	18	575	432
5	545	16	12	575	144	19	515	576
6	575	16	13	515	288	20	545	576
7	515	48	14	545	288	21	575	576

Dentro de la caracterización mediante microscopía óptica se utilizó un programa comercial llamado “SigmaScan Pro 5”, que ayudó a una medición confiable del porcentaje de fase  $\alpha$ , porcentaje de fase  $\beta$  y tamaño de grano, esto para la estructura equiaxial y en el caso de la microestructura acicular se midió el porcentaje de fase  $\alpha$ , fase  $\beta$ , espesor de placa  $\alpha$ , espesor de frontera  $\alpha$  y tamaño de colonia.

En microscopía óptica la fase  $\alpha$  aparece en tonos claros, mientras que la fase  $\beta$  en tonos oscuros.

#### 2.4. 2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Se realizó microscopía electrónica de barrido a los especímenes observados en microscopía óptica con el fin de determinar la presencia de los precipitados de  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) así como distribución, fracción volumétrica y tamaño de precipitado, para esta tarea se utilizó un

microscopio electrónico de barrido marca Jeol con filamento de tungsteno termoiónico, con un voltaje de operación de 15 kV .

### 2.4. 3 Potencial termoeléctrico (PTE)

Se realizaron mediciones de potencial termoeléctrico (PTE) mediante dos técnicas, *gradiente lateral*, y *punta caliente*. Los valores de PTE de ambas microestructuras se compararon para determinar qué cambio microestructural durante el envejecimiento tuvo mayor repercusión en el PTE.

Para la medición de PTE con el *método de gradiente lateral* se utilizó un Equipo marca Techmetal con electrodos de referencia de cobre, el tiempo de medición fue aproximadamente de 1 minuto, la resolución del equipo es de 0.001  $\mu\text{V}/^\circ\text{K}$  , las temperatura del bloque frío fue de 15°C, mientras que el bloque caliente se encontraba a una temperatura de 25°C (condiciones de operación del equipo) para obtener un diferencial de temperatura de  $\approx 10^\circ\text{C}$ .

Se realizaron 5 mediciones en cada probeta colocando la misma entre los dos bloques de cobre puro (material de referencia), posteriormente se calculó el promedio de cada conjunto de datos de cada probeta mediante la fórmula siguiente:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (2.1)$$

Además del conjunto de datos se obtuvo la varianza mediante la ecuación 2.2 para denotar que no existiera una dispersión muy grande del conjunto de datos y así tomar el muestreo como aceptable, de lo contrario se procedía a tomar el muestreo de nueva cuenta; este equipo muestra directamente los valores de PTE absoluto.

$$s^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (2.2)$$

Para la medición del PTE con el *método de la punta caliente*, el equipo utilizado para realizar las mediciones fue un ThermoSorter Walker Scientific, Inc., este consta de dos puntas metálicas de diferente material, contando con una punta a temperatura ambiente (punta fría,

aproximadamente 25°C) y la otra punta con una temperatura superior (punta caliente aproximadamente 50°C), teniendo así un diferencial de temperatura entre ambas de ≈25°C. La forma de hacer la medición del PTE relativo es colocar primeramente la punta fría en el espécimen y posteriormente la punta caliente con un tiempo de medición aproximado de 2 segundos, tiempo suficiente para mostrar el voltaje generado en la pantalla del equipo sin variaciones, se tomaron en total 30 mediciones en cada probeta por ambos lados.

Al hacer mediciones de coeficiente Seebeck con el equipo se obtienen resultados relativos, para traducir dichos resultados a medidas absolutas fue necesario realizar una calibración.

### 2.4.3. 1 Calibración de equipo de punta caliente para punta de Cu y punta de Au

Se procedió a realizar la calibración del equipo de PTE de punta caliente para convertir los valores de PTE relativo a valores de PTE absoluto.

Inicialmente se tomaron lecturas de los valores del coeficiente Seebeck absoluto para los diferentes materiales tales como: aluminio, cobre, alumel, chromel, Ti-6Al-4V y otras aleaciones (tabla 2.III). Estos son valores tomados de referencias bibliográficas que representan valores conocidos para estos materiales Figura 1.18, estos valores se muestran ya sea en grados Celsius (°C) o en grados kelvin (K).

**Tabla 2. III** Potencial termoelectrico absoluto.

Material	Potencial termoelectrico absoluto
Aluminio	-0.48
Cobre	1.94
Ti-6Al-4V	-5.1
Acero Inoxidable 304L	-1.34
Alumel	-18.2
Chromel	21.7

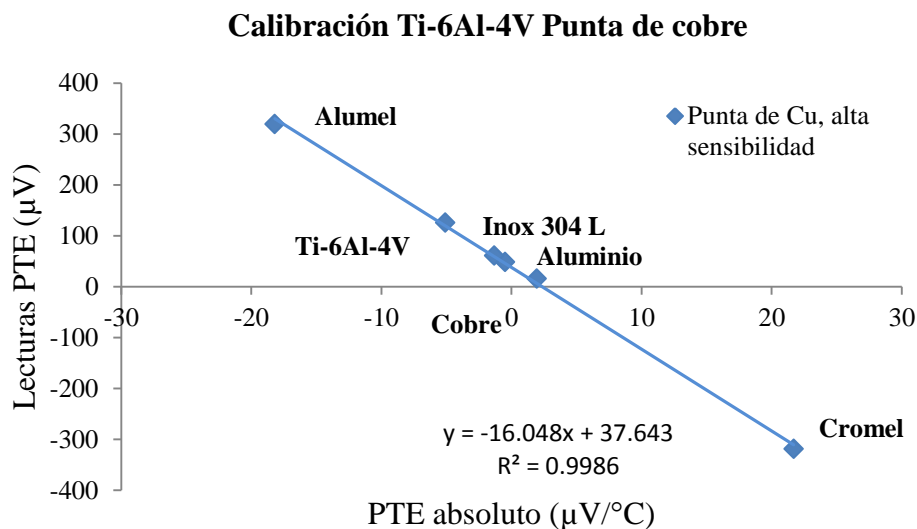
Posteriormente se realizaron varias mediciones de las probetas de los materiales antes mencionados, con la punta de cobre (Cu) y con la punta de oro (Au), en la modalidad de alta sensibilidad y se calculó la media aritmética de cada conjunto de mediciones a los distintos materiales, cuyos valores numéricos se muestra en la tabla 2.IV.

**Tabla 2. IV** Mediciones de PTE para calibración de equipo.

Material	Absoluto ( $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ )	Alta sensibilidad	
		Punta Cu	Punta Au
		Lecturas ( $\mu\text{V}$ )	Lecturas ( $\mu\text{V}$ )
Aluminio	-0.48	47.78	39.97
Cobre	1.94	15.61	21.23
Ti-6Al-4V	-5.10	125.10	111.60
Acero Inoxidable 304L	-1.34	60.82	55.77
Alumel	-18.20	319.13	280.57
Chromel	21.70	-318.83	-245.23

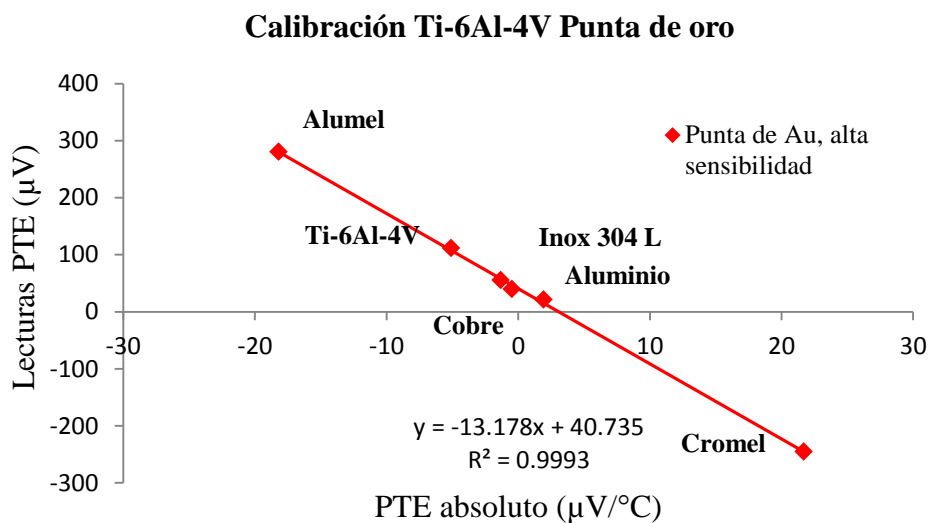
Con los valores mostrados en la tabla anterior, se grafica el Potencial Termoeléctrico absoluto contra las lecturas relativas para cada punta diferente, correspondiente a las ordenadas y abscisas, respectivamente.

Una vez que los valores son graficados se calcula la ecuación de regresión mediante un programa comercial, en este caso se utilizó Excel, en éste se calculó la ecuación que se ajusta a una línea recta de acuerdo a los valores introducidos así como el coeficiente de correlación (Figura 2.5)



**Figura 2. 5** Gráfico de calibración de Ti-6Al-4V con punta de cobre.

Posteriormente se grafican los valores de PTE relativo medidos con la punta de oro contra los valores de PTE absoluto de tablas de los materiales conocidos, de la misma forma en que se realizó la calibración de la punta de cobre, quedando de la siguiente forma (Figura 2.6)



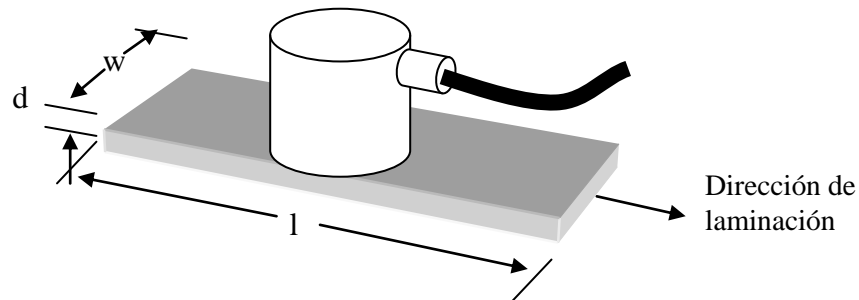
**Figura 2. 6** Gráfico de calibración de Ti-6Al-4V con punta de oro.

El cálculo del PTE absoluto mediante la aplicación de la calibración del equipo por la ecuación de regresión de una recta, elimina el error de la medición del diferencial de temperatura  $\Delta T$  en las uniones de la probeta con el material de referencia, ya que no es necesaria la aplicación de las ecuaciones del PTE que involucran el  $\Delta T$ , únicamente se toman en cuenta los valores de voltaje producido por la diferencial de temperatura  $\Delta V$  y mediante la ecuación de regresión lineal obtenemos el PTE absoluto ( $\mu V/^\circ C$ ).

#### 2.4. 4 Ultrasonido (UT)

Mediante la velocidad ultrasónica se caracterizaron cambios microestructurales que están directamente relacionados con las propiedades mecánicas [12,44], en el caso de la presencia de los precipitados  $\alpha_2$  debido a su naturaleza que presenta un elevado módulo elástico se podría determinar que conforme aumenta el porcentaje de esta fase aumentará la velocidad del sonido [1], también se pretende determinar la presencia de texturas cristalográficas en el material de la microestructura equiaxial [19].

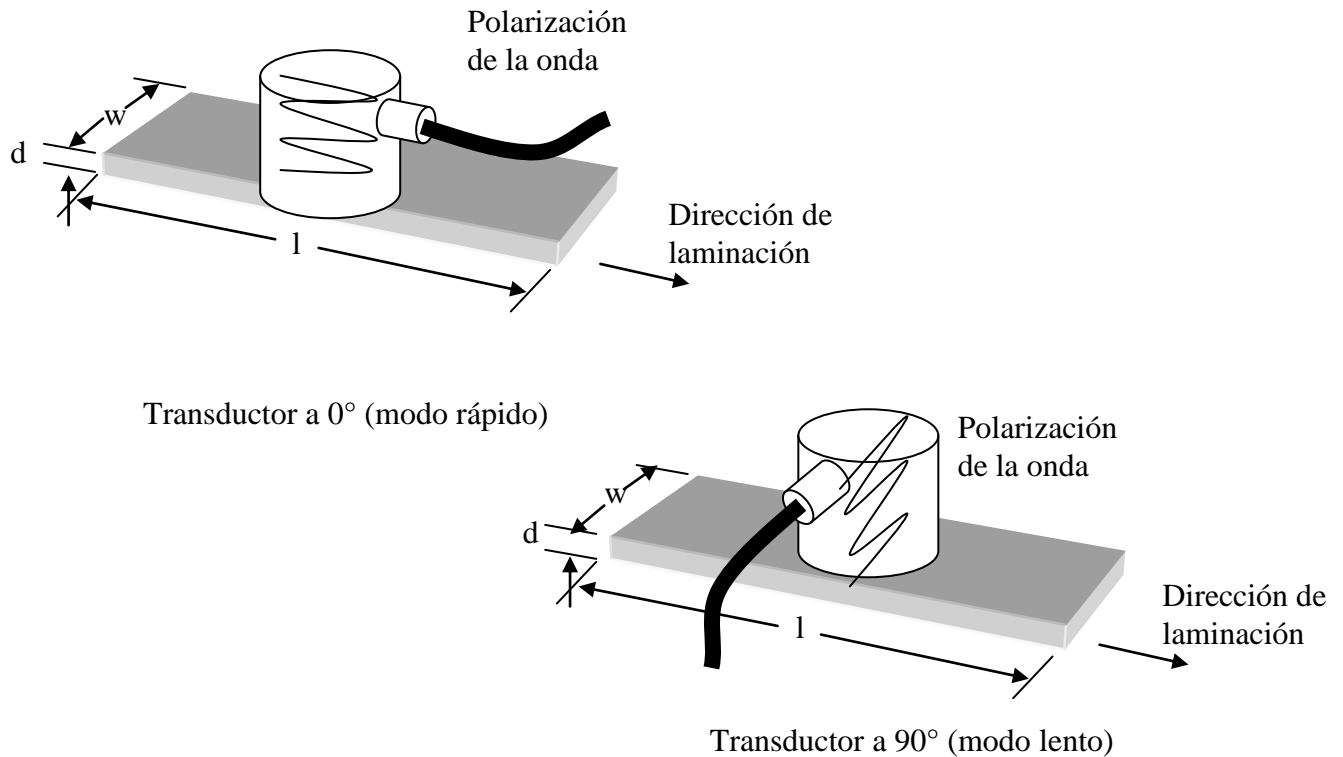
Las mediciones de velocidad ultrasónica longitudinal, se realizaron a las dos microestructuras y las tres temperaturas de envejecimiento de la aleación Ti-6Al-4V tratadas térmicamente por envejecimiento, para ello se utilizó un equipo de ultrasonido marca Le Croy wave Surfer con transductor de ondas longitudinales: V116 20/.125 613907 con los siguientes parámetros de operación: PRF 500 Hz, energía 4, amortiguamiento 5, ganancia 16 dB usando el arreglo de la Figura 2.7.



**Figura 2.7** Arreglo de inspección de velocidad ultrasónica longitudinal.

Las mediciones de velocidad ultrasónica transversal, se realizaron a las dos microestructuras y las tres temperaturas de envejecimiento de la aleación Ti-6Al-4V tratadas térmicamente por envejecimiento, para ello se utilizó un transductor de ondas transversales: V222-BB 20/.25" 349046 con los siguientes parámetros de operación: PRF 500 Hz, energía 4, amortiguamiento 5, ganancia 16 dB, este transductor puede determinar mediante la polarización de la onda de corte la anisotropía del material si en esta llegase a existir, mediante la colocación del transductor sobre el espécimen de la aleación Ti-6Al-4V posicionándolo a  $0^\circ$  ( $v_1$ ) y rotando el transductor sobre su propio eje vertical en la misma cara hasta los  $90^\circ$  ( $v_2$ ), (birrefringencia).

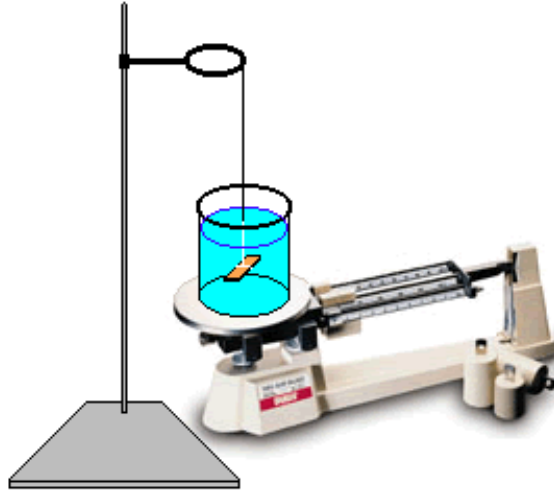
Se realizaron las mediciones de velocidad ultrasónica a los especímenes de ambas microestructuras envejecidas a  $575^\circ\text{C}$  con polarización de la onda en la dirección ( $w$ ) de  $0^\circ$  y  $90^\circ$  (Figura 2.8) debido a que esta aleación puede presentar anisotropía causada por el tratamiento termo-mecánico al que haya sido sometido



**Figura 2. 8** Arreglo de inspección de velocidad ultrasónica transversal, polarización de la onda a 0 y 90° (velocidad rápida y velocidad lenta respectivamente).

Mediante la medición de la velocidad ultrasónica a través del material, se determinaron algunas propiedades mecánicas como el módulo de Young, módulo de corte y relación de Poisson (Ecuaciones 1.12, 1.13 y 1.14), para ello fue necesario primeramente conocer la densidad de cada probeta tratada térmicamente, utilizando para ello el método de Arquímedes.

Donde primeramente se colocó en una balanza analítica un vaso de precipitado con un volumen conocido de agua, se pesó ese volumen y se obtuvo la densidad del agua, correspondiente a  $0.97 \text{ g/cm}^3$ , posteriormente para la determinación de la densidad del material se coloca sobre la balanza analítica el vaso de precipitado con un volumen de agua y se pone en ceros la balanza una vez que se haya estabilizado la medición, posteriormente se suspende la muestra en el interior del vaso de precipitado como se muestra en la Figura 2.9 cubriendo en su totalidad el espécimen y que no entre en contacto con el vaso de precipitado, se anota el peso que marca la balanza que corresponde al peso del agua volumen desplazado por la probeta, y por último se pesa la probeta en seco.



**Figura 2. 9** Esquema de medición de la densidad por el método de Arquímedes.

Mediante la siguiente ecuación se calcula la densidad del material:

$$\delta_s = \frac{W_D}{W_W} \cdot \delta_w \quad (2.3)$$

Donde  $\delta_s$  es la densidad del material estudiado,  $W_D$  es el peso del espécimen en seco,  $W_W$  es el peso del volumen de agua desplazado por la probeta y  $\delta_w$  es la densidad del agua.

Se realizaron 5 mediciones de densidad por cada probeta mediante el método de Arquímedes.

Una vez determinada la densidad se puede conocer mediante la medición de la velocidad ultrasónica a través del material algunas propiedades mecánicas como el módulo de Young, módulo de corte y relación de Poisson mediante las Ecuaciones 1.12, 1.13 y 1.14.

#### **2.4. 5 Microdureza Vickers (HV)**

Se realizó microdureza Vickers con un microdurometro marca Leitz Wetzlar Germany 7556. a los especímenes envejecidos de ambas microestructuras obtenidas con una carga de 500 g, se realizaron 10 mediciones por probeta y se promediaron sus valores.

El cálculo de la dureza se realizó mediante la siguiente ecuación

$$HV = \frac{1.854}{d^2} \cdot F \quad (2.4)$$

Donde  $F$  es igual a la carga en kilogramos, y  $d$  es la distancia diagonal de la huella en milímetros.

#### **2.4. 6 Difracción de rayos-X (DRX)**

La difracción de rayos-X se llevó a cabo en un arreglo Bragg-Brentano de geometría  $2\theta$ , en un difractómetro marca Siemens con ánodo de Cu de  $\lambda=1.54184$  con ángulos de  $25^\circ$  a  $80^\circ$  con pasos de  $0.020^\circ$  y un tiempo de paso de 2 segundos, el indexado de los picos de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  se obtuvo de la base de datos de titanio  $\alpha$  (00-044-1294) y titanio  $\beta$  (00-044-1288), y mediante la ecuación de Bragg (ecuación 2.5) se calculó la distancia interplanar en la fase  $\alpha$  para determinar la influencia de los precipitados  $\alpha_2$  dentro de la matriz.

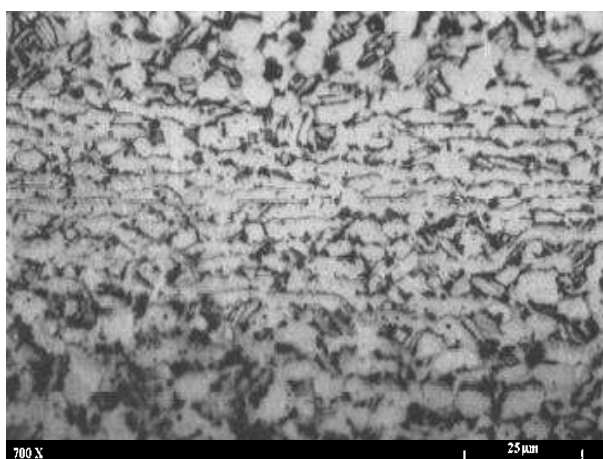
$$\lambda = 2d \cdot \sin\theta \quad (2.5)$$

Donde  $\lambda$  es la longitud de onda del cátodo,  $\theta$  es el ángulo de difracción y  $d$  es el espaciamiento entre planos.

## CAPITULO 3. Análisis y discusión de resultados

### 3. 1 Microscopía óptica

La micrografía de la Figura 3.1 muestra la aleación Ti-6Al-4V como fue adquirida comercialmente, observada mediante microscopía óptica mostrando el estado “laminado-recocido” ( Mill-annealed), el cual es el estado más comúnmente comercializado de esta aleación [5,20] , este es obtenido mediante laminación en caliente y un posterior recocido aproximadamente a 705°C enfriado al aire, lo que deja como consecuencia una estructura equiaxial recocida [5,7], este laminado en caliente induce un texturizado en la estructura debido al esfuerzo de deformación [1,25,5], el cual permanece en el material después del recocido y es evidente en la micrografía mostrada.

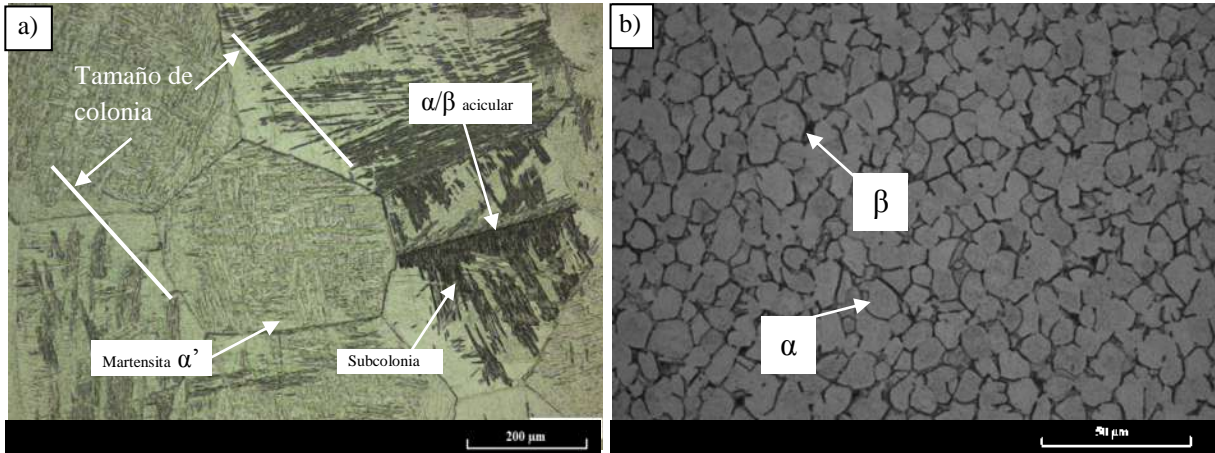


**Figura 3. 5** Micrografía de sección paralela a la dirección de laminado, estructura “laminado-recocido” ( Mill-annealed).

En la Figura 3.2 a) se observa la microestructura acicular la cual está conformada de granos de gran tamaño, estos granos fueron formados por el tratamiento térmico de solubilizado a la temperatura de 1075°C por encima de  $T_{\beta}$  a lo largo de 15 minutos, lo que produjo la eliminación de esfuerzos residuales causados por el proceso de laminación, además de homogenizar la microestructura en solutos, a esta temperatura se tiene completamente la fase  $\beta$ , el tamaño de grano  $\beta$  es grande no importando sí el tiempo de permanencia en esta zona es reducido [5,17,44], posteriormente a la temperatura de 950°C, por debajo de  $T_{\beta}$ , un porcentaje de  $\alpha$  ya habría precipitado comenzando por los límites de grano y otro porcentaje dentro de los granos  $\beta$  como  $\alpha$  laminar [5], aquí el porcentaje de fase  $\alpha$  se encuentra aproximadamente alrededor del 10% [20], posteriormente el templado en agua produjo una

microestructura de  $\alpha$  primaria en los límites de grano, y dentro de los granos fase  $\alpha + \beta$  acicular y un porcentaje alto de martensita hexagonal  $\alpha'$ , lo que coincide con la literatura [5].

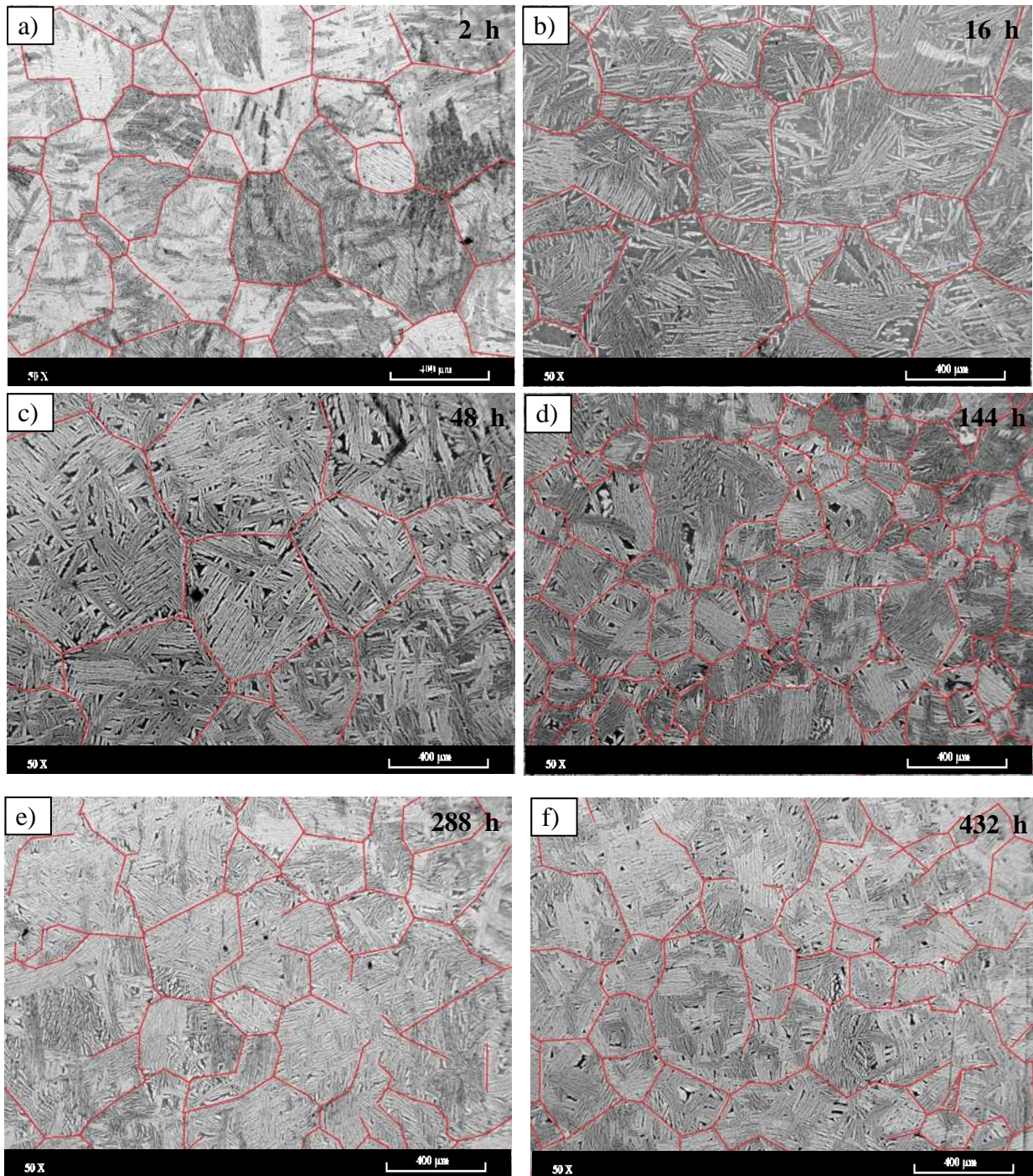
Para el caso de la microestructura equiaxial (Figura 3.2 b)), el calentamiento a la temperatura de  $700^{\circ}\text{C}$  de la microestructura “Mill-annealed” no tiene mucha influencia en la microestructura, ya que el crecimiento de los granos es muy lento en la microestructura equiaxial, los tamaños de grano estarán determinados principalmente por el tamaño de  $\alpha$  laminar en el punto de inicio antes de la deformación, y esta a su vez por la velocidad de enfriamiento desde la temperatura por encima de  $T_{\beta}$ , [17]. Después del temple la microestructura obtenida es una microestructura equiaxial de  $\alpha$  y  $\beta$  primaria +  $\beta$  retenida, además de que la textura inducida del material permanecerá presente [17,44].

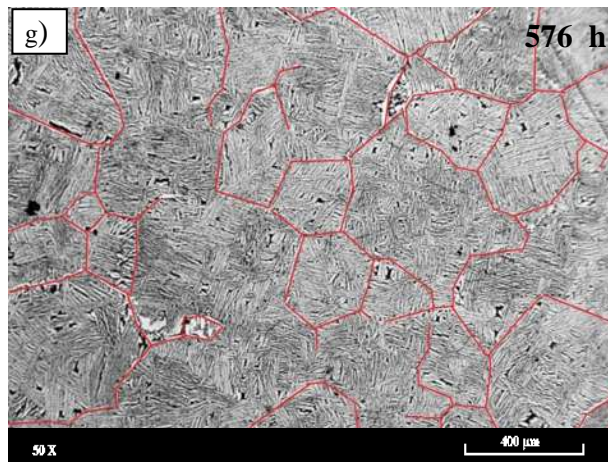


**Figura 3. 6** Micrografía de microestructura obtenida del tratamiento térmico microestructural a) acicular, 100X. b) equiaxial, 500X.

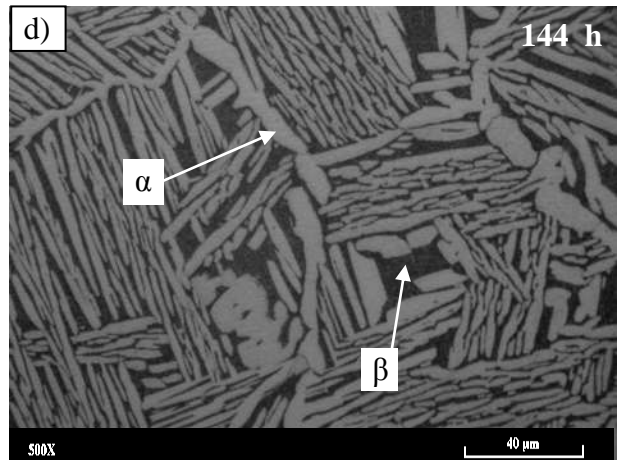
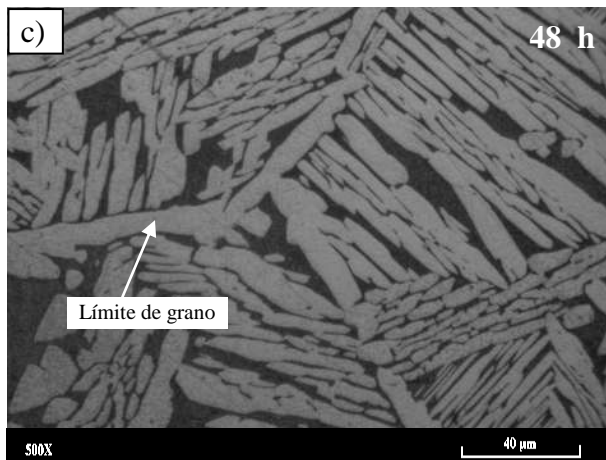
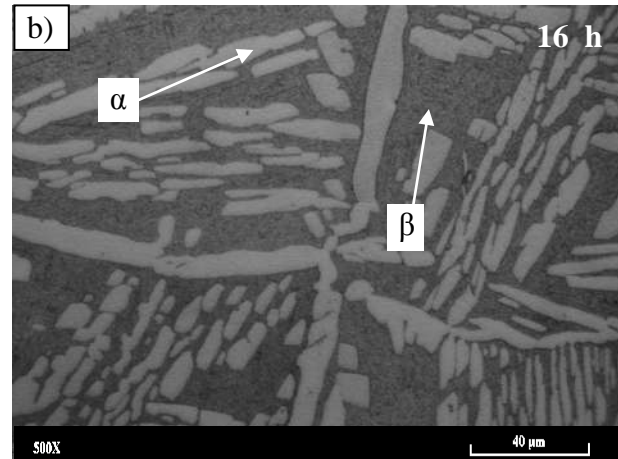
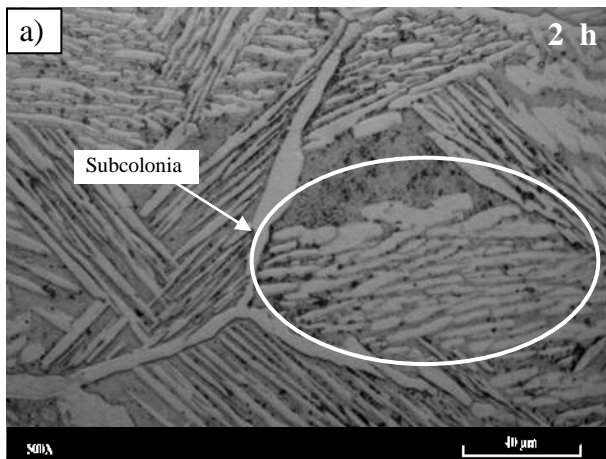
En la Figura 3.3 se muestra la evolución microestructural de la microestructura acicular a la temperatura de  $575^{\circ}\text{C}$ , las fronteras de grano de la microestructura acicular se marcaron en color rojo para facilitar la visualización de las mismas ya que para tiempos superiores de envejecimiento el límite de grano era muy delgada y difusa, como en el caso de las microestructuras de la Figura 4.3 e), f) y g) donde se observa el inicio de desaparición de los límites de grano debido a la aglutinación de granos  $\beta$  (colonias) mediante la unión de subcolonias debidas a la orientación de las mismas. Se midió el tamaño de colonia el cual corresponde al tamaño de grano  $\beta$  primario, donde en su interior se encuentran sub-colonias

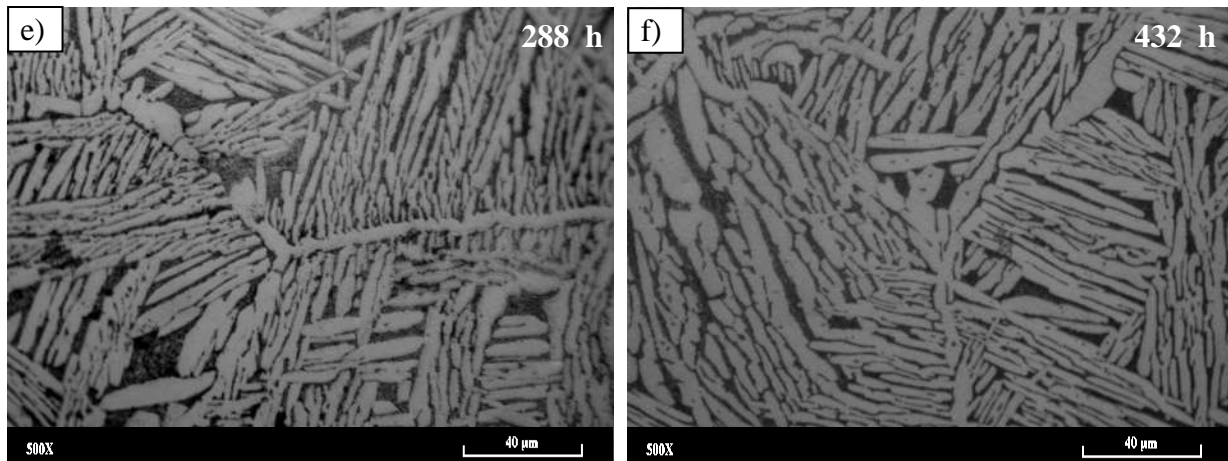
de  $\alpha+\beta$  acicular que con el tiempo de envejecimiento se va convirtiendo en una estructura más gruesa y posterior a esto en una estructura levemente refinada (Figura 4.4).





**Figura 3. 7** Evolución de microestructura acicular a 575°C, a) 2 h, b) 16 h, c) 48h, d) 144 h, e) 288 h, f) 432 h, g) 576 h.

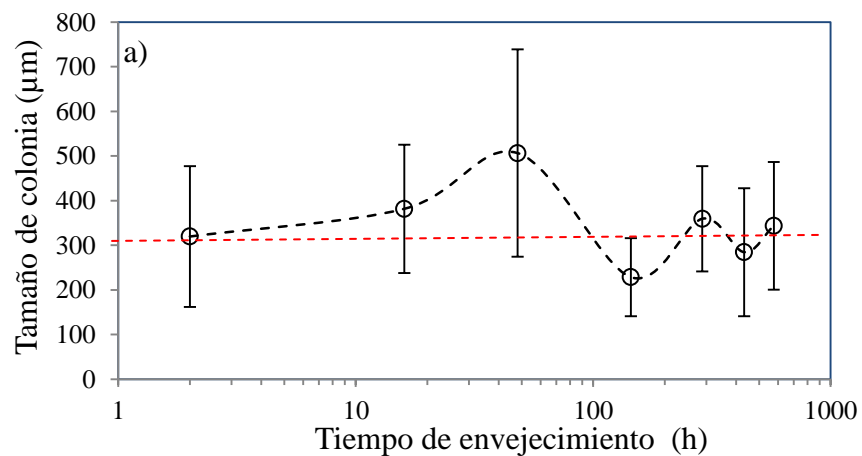


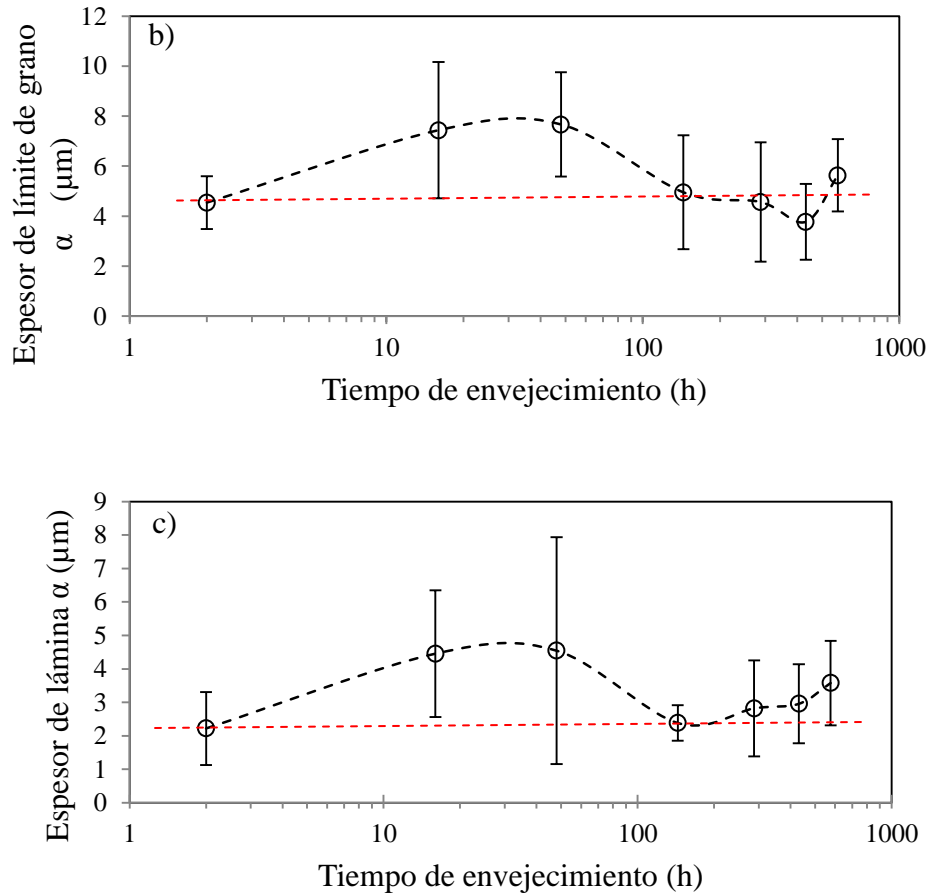


**Figura 3. 8** Evolución de microestructura acicular a 575°C, a) 2 h, b) 16 h, c) 48 h, d) 144 h, e) 288 h, f) 432 h.

En el caso de la estructura acicular los tamaños de colonia, espesor de límite de grano  $\alpha$  y espesor de lámina  $\alpha$ , son graficados contra el tiempo de envejecimiento (Figuras 3.5 a)-c)).

La variación en los parámetros medidos están dentro del rango de error lo cual es debido a la falta de homogeneidad en las microestructuras obtenidas, lo que quiere decir, que se tienen valores promedio de tamaños grandes y finos de granos, espesor de límites de grano y espesores de láminas  $\alpha$  en cada una de las microestructuras, representando así en los gráficos, dicho promedio de las mediciones para cada caso particular de tiempo de envejecido. Lo que indica que los tratamientos de envejecimiento para la microestructura acicular hicieron variar ligeramente las microestructuras ópticas.

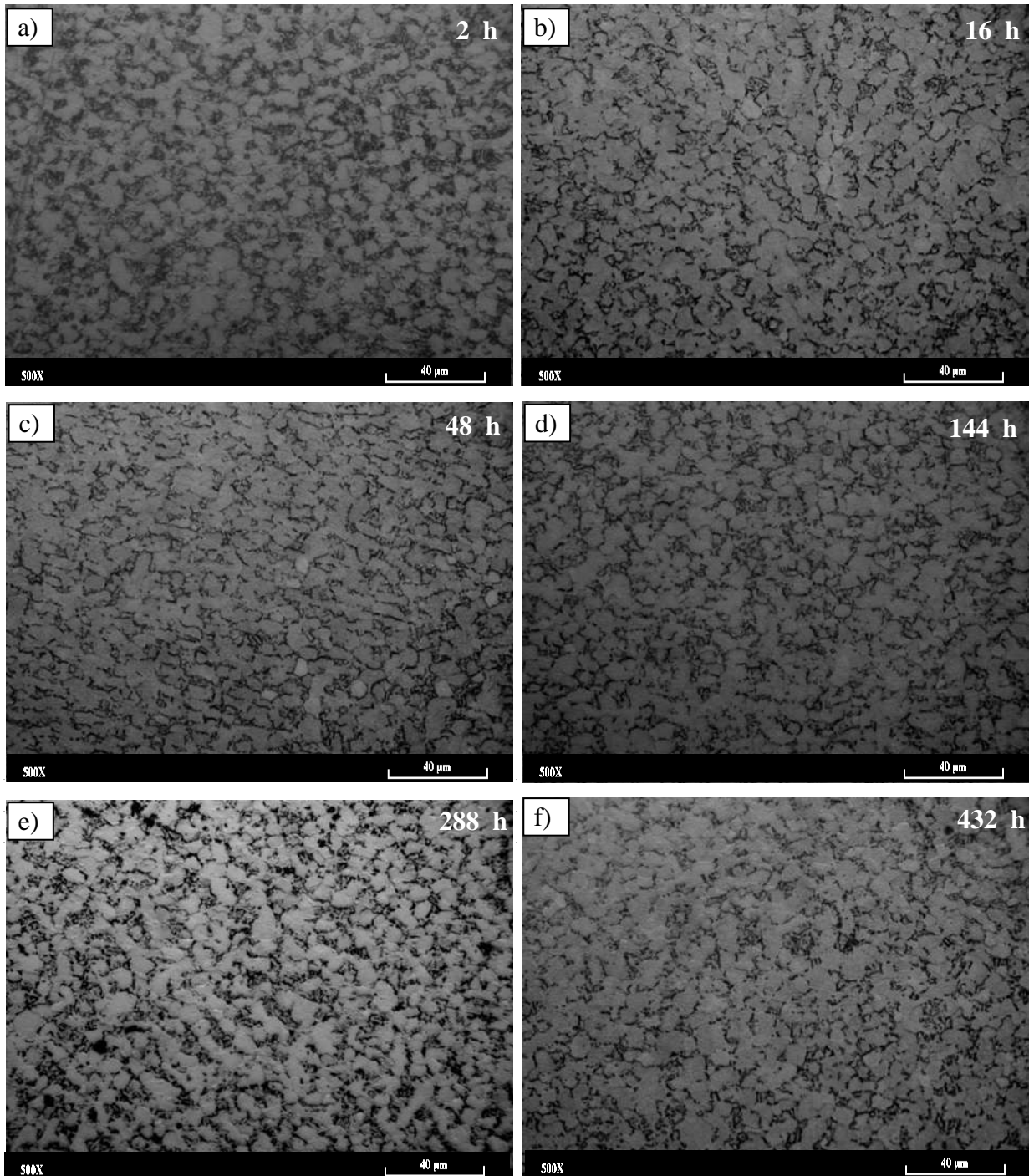


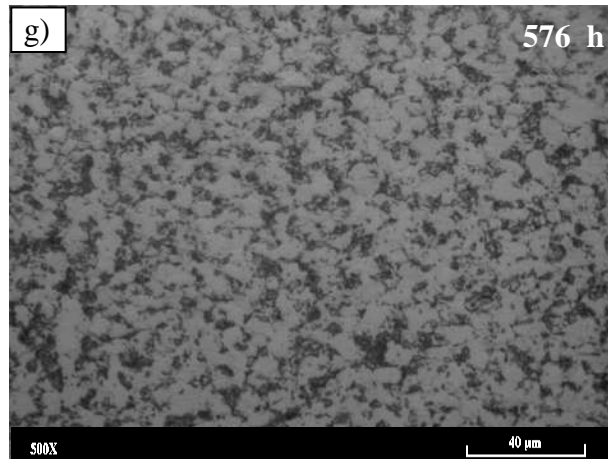


**Figura 3. 9** Tamaño de colonia contra tiempo de envejecimiento microestructura acicular, b) Espesor de frontera de grano contra tiempo de envejecimiento microestructura acicular, c) Espesor de lámina  $\alpha$  contra tiempo de envejecimiento microestructura acicular.

De acuerdo a las Figuras anteriores correspondientes a la microestructura acicular tratada térmicamente por envejecimiento a  $575^{\circ}\text{C}$ , primeramente se da la descomposición de la martensita  $\alpha'$ , y conforme se incrementa el tiempo de envejecido la estructura transforma progresivamente en una estructura laminar robusta, donde tiene un máximo de tamaño de colonia, espesor de límite de grano, y espesor de lámina a 48 h. de envejecimiento, coincidiendo con investigaciones de otros autores [17, 38,44]; para tiempos mayores a 48 h. la microestructura se va refinando, después de 288 h. los granos de  $\beta$  primaria referidos como colonias se van aglutinando mediante la orientación de las subcolonias, creando tamaños de colonias más grandes con espesores de límite de grano y espesores de laminas  $\alpha$

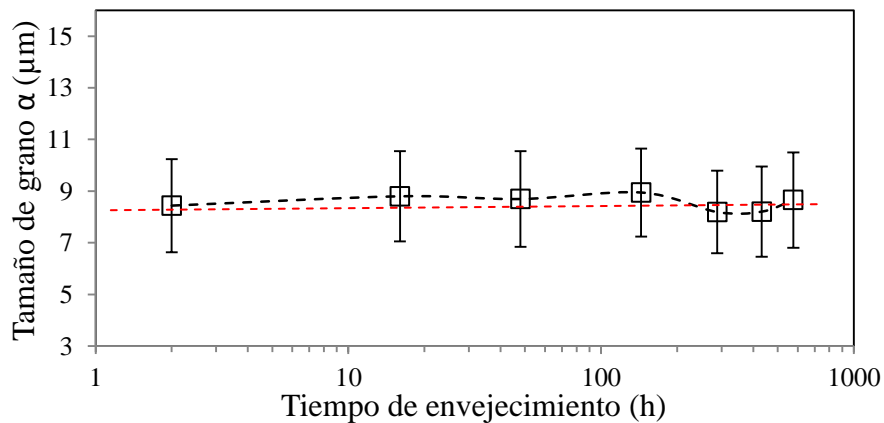
más delgados, dejando como consecuencia, variación en las propiedades mecánicas debido al cambio de la microestructura [17].





**Figura 3. 10** Evolución de microestructura equiaxial a 575°C, a) 2 h, b) 16 h, c) 48 h, d) 144 h, e) 288 h, f) 432 h, g) 576 h.

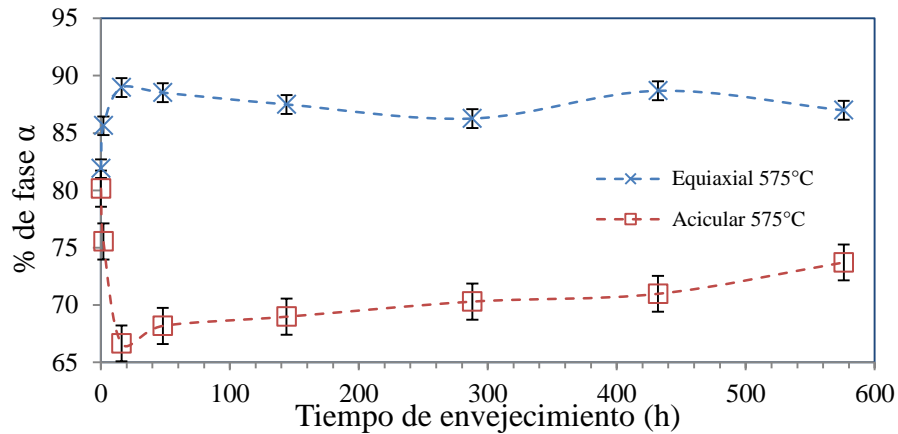
Para el caso de la microestructura equiaxial a 575°C (Figura 3.6), el análisis de las microestructuras equiaxiales por medio del programa SigmaScan Pro 5 se determinó que el tamaño de grano no varía con el tratamiento térmico de envejecimiento lo que coincide con investigaciones anteriores [3, 17, 44].



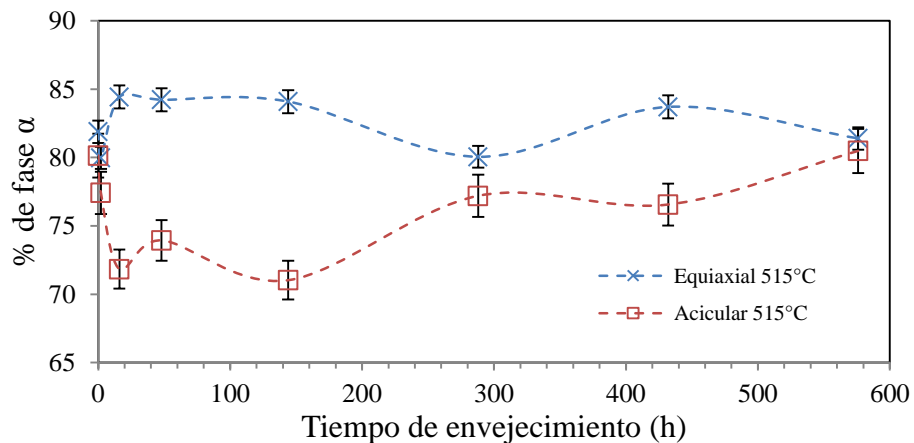
**Figura 3. 11** Tamaño de grano  $\alpha$  contra tiempo de envejecimiento microestructura equiaxial.

La microestructura equiaxial para cada tiempo de envejecimiento muestra una combinación de tamaños de granos grandes y pequeños. El tamaño promedio de grano  $\alpha$  no tuvo variación, manteniéndose alrededor de los 8.5  $\mu\text{m}$ , coincidiendo con investigaciones anteriores [23,37].

Se midió el porcentaje de fase  $\alpha$  de ambas microestructuras conforme al tiempo de envejecimiento para la temperatura de 575°C (Figura 3.8) y 515°C (Figura 3.9).



**Figura 3. 12** Porcentaje de fase  $\alpha$  contra tiempo de envejecimiento (microestructura equiaxial y acicular a 575°C).



**Figura 3. 13** Porcentaje de fase  $\alpha$  contra tiempo de envejecimiento (microestructura equiaxial y acicular a 515°C).

En la Figura 3.8 para el caso de la microestructura equiaxial sin envejecimiento, el porcentaje de  $\alpha$  es de aproximadamente un 80%, la composición de esta microestructura es de  $\alpha$  primaria +  $\beta$  primaria +  $\beta$  retenida de 700°C por medio del templado en agua, posteriormente, en el envejecido a 575°C el porcentaje de  $\alpha$  primaria es mayor en el diagrama de equilibrio que a la temperatura de 700°C, así que mediante el tratamiento de

envejecimiento a un tiempo no muy prolongado, la fase  $\beta$  retenida va transformando a fase  $\alpha+\beta$ , incrementando el porcentaje de  $\alpha$ , alcanzando un máximo de 88.9 % a 16 h, posterior a esto, el porcentaje de  $\alpha$  no varía en gran medida, suponiendo una estabilización.

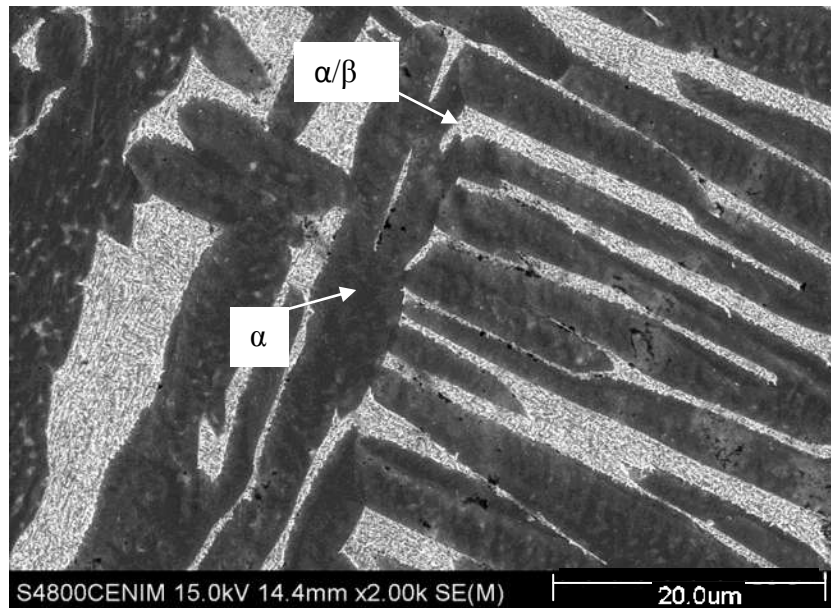
En la Figura 3.8 para el caso de la microestructura acicular sin envejecimiento se tiene una composición de  $\alpha'$  (martensita) en mayor proporción, así como  $\alpha$  primaria +  $\beta$  en menor porcentaje, debido a que el porcentaje de  $\alpha$  de la microestructura se calculó mediante análisis de imágenes, el contraste de la  $\alpha'$  con  $\alpha$  primaria es muy similar, por lo tanto el porcentaje de  $\alpha$  medido es elevado; conforme la aleación es envejecida esta fase martensítica transforma a  $\alpha$  secundaria +  $\beta$ , por lo tanto la fase  $\alpha'$  se va reduciendo rápidamente y  $\alpha$  secundaria va precipitando en menor proporción debido a que  $\beta$  también precipita de la fase martensítica hasta que desaparece; a un tiempo de 16 horas comienza un periodo de transformación en el porcentaje de fases menos acelerado.

El mismo comportamiento sucede para la temperatura de 515°C (Figura 3.9), pero en el caso de la microestructura acicular el porcentaje de fase  $\alpha$  en la microestructura es mayor, esto es debido a que a temperaturas bajas se tiene mayor cantidad de fase  $\alpha$  y viceversa.

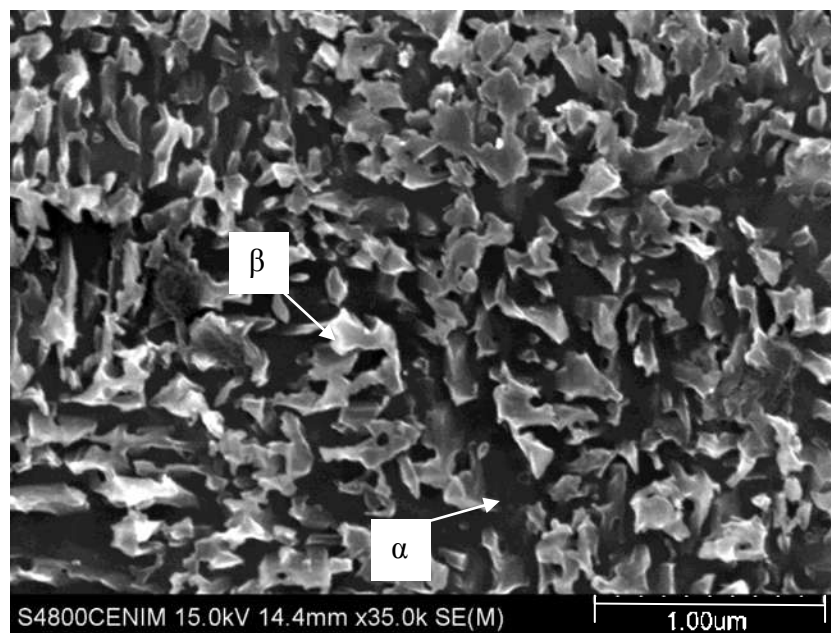
### **3. 2 Microscopía electrónica de barrido**

En la Figura 3.10 se observa la microestructura acicular la cual está compuesta de una zona  $\alpha$  (oscura) y una  $\alpha+\beta$  (clara), la zona clara está formada por una mezcla de fase  $\alpha$  y  $\beta$  como se puede observar claramente en la Figura 3.11, se realizaron diversas mediciones de porcentaje de fases para las tres temperaturas y diferentes tiempos de envejecimiento en esta zona bifásica, observando una composición promedio corresponde aproximadamente al 50%  $\alpha$  y 50%  $\beta$  ( $\pm 2\%$ ), la cual fue determinada mediante tratamiento de imágenes.

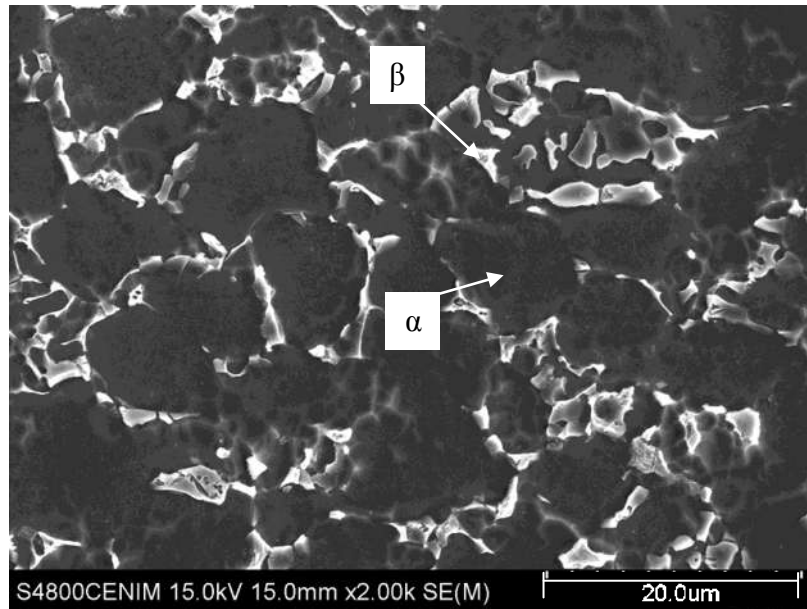
En las Figuras 3.12 y 3.13 se muestran una microestructura equiaxial donde la zona oscura pertenece a la fase alfa, la cual es la matriz de precipitación de la fase  $\alpha_2$  y la zona blanca pertenece a la fase  $\beta$ , la cual a diferencia de la microestructura acicular, no es una combinación de fases.



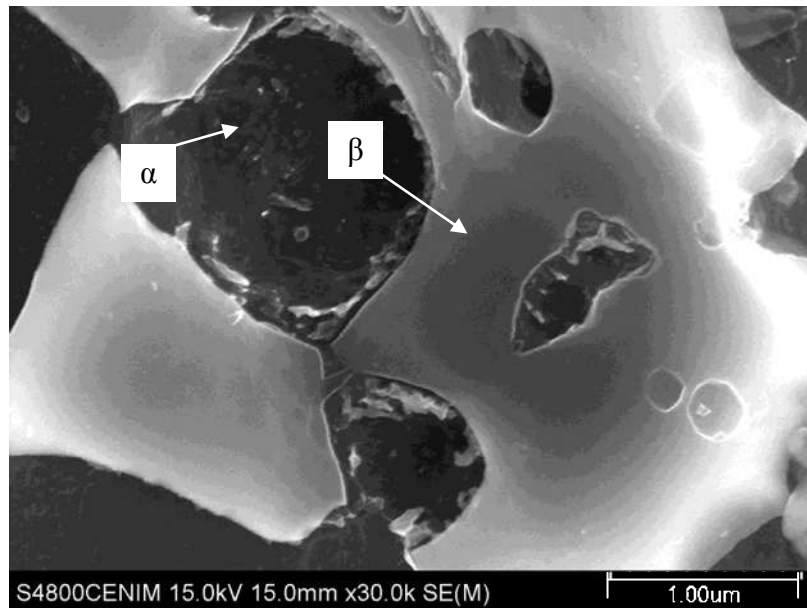
**Figura 3. 14** Estructura acicular 515°C, 288 h. de envejecimiento.



**Figura 3. 15** Estructura acicular 515°C, 288 h. zona  $\alpha/\beta$ .

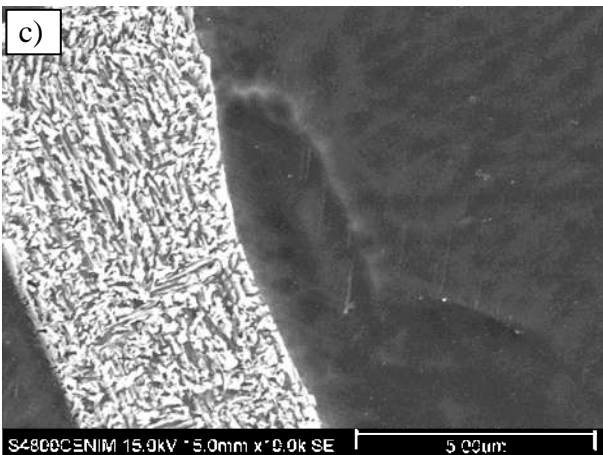
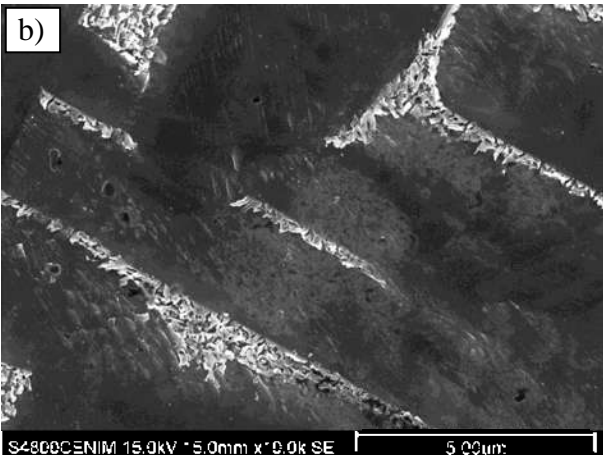
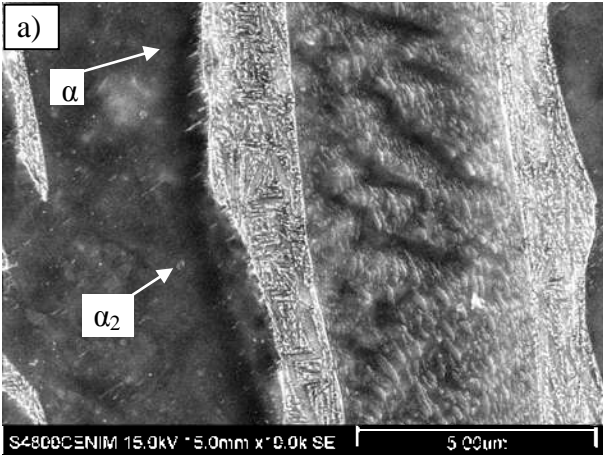


**Figura 3. 16** Microestructura equiaxial 515°C, 288 h. (2,000X).

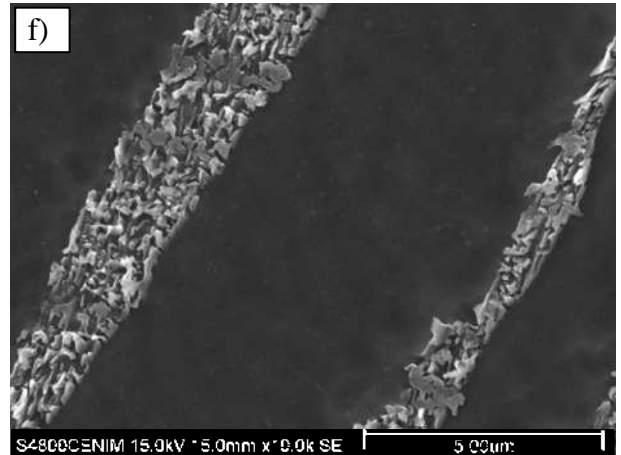
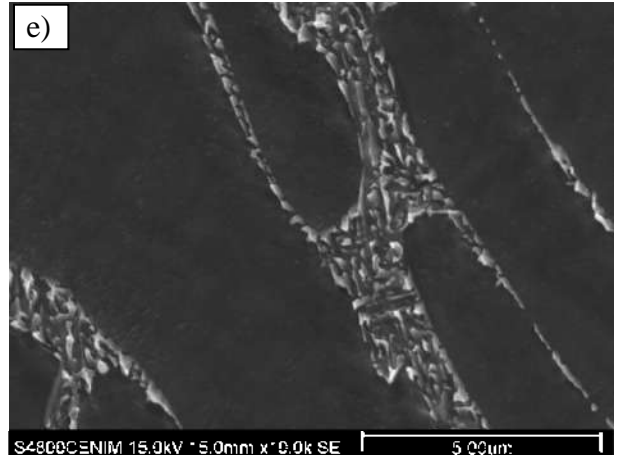


**Figura 3. 17** Microestructura equiaxial 515°C, 288 h. Zona  $\beta$  (30,000X).

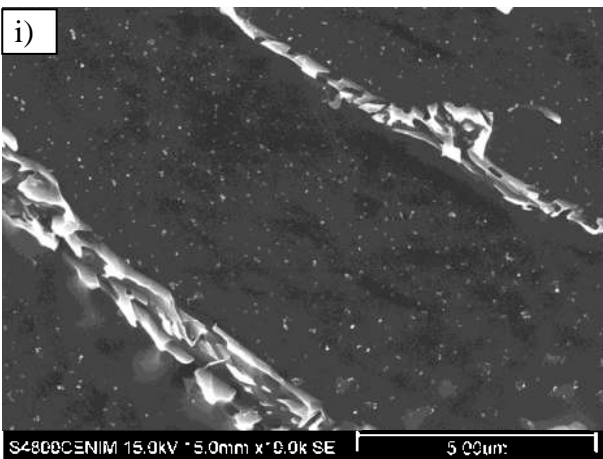
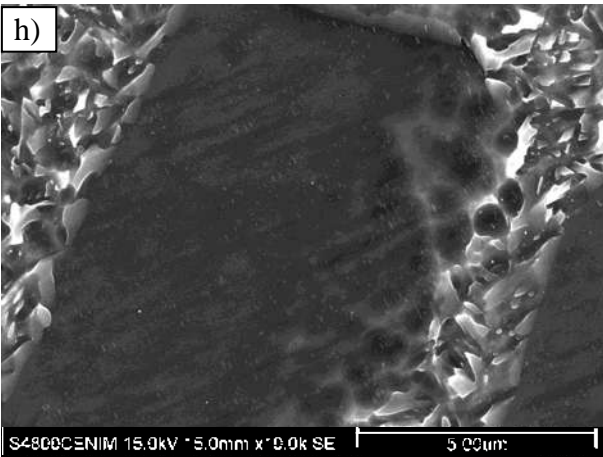
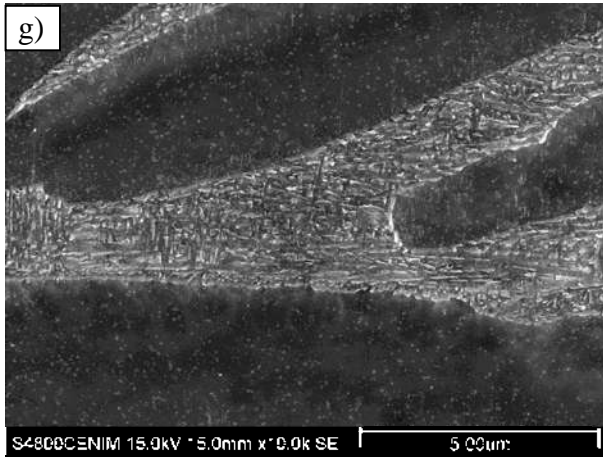
En las Figuras 3.14 - 3.17 se muestran las micrografías de la microestructura acicular a 515°C, 545°C y 575°C respectivamente, con diferentes tiempos de envejecimiento, para la temperatura de 575°C la precipitación de  $\alpha_2$  es más evidente, por lo cual se procedió al estudio detallado en esta temperatura para ambas microestructuras.



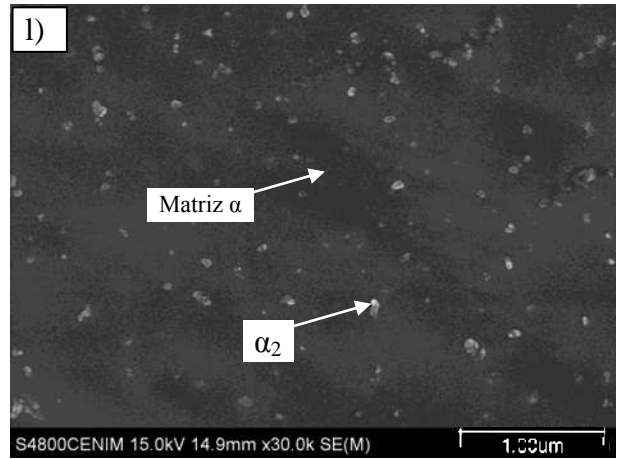
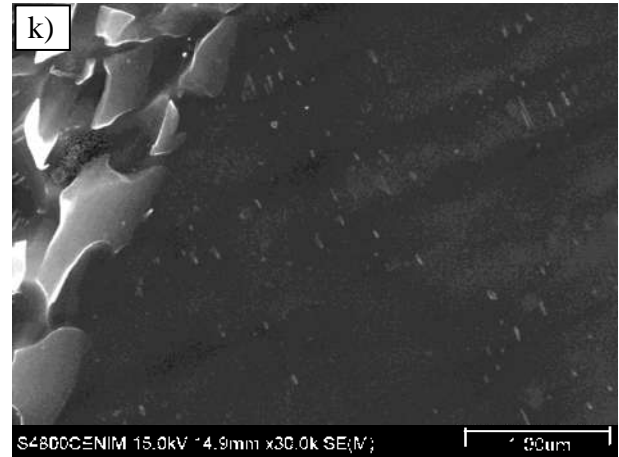
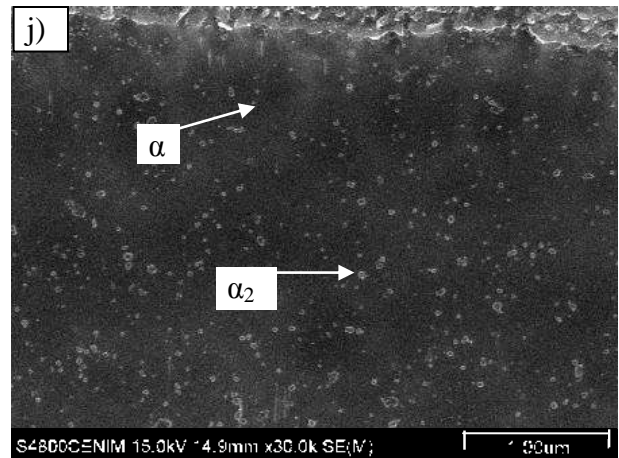
**Figura 3. 18** Microestructuras aciculares 515°C, a) 2 h., b) 288 h. y c) 576 h. Amplificación 10,000X.



**Figura 3. 19** Microestructuras aciculares 545°C, d) 2 h., e) 288 h. y f) 576 h. Amplificación 10,000X.

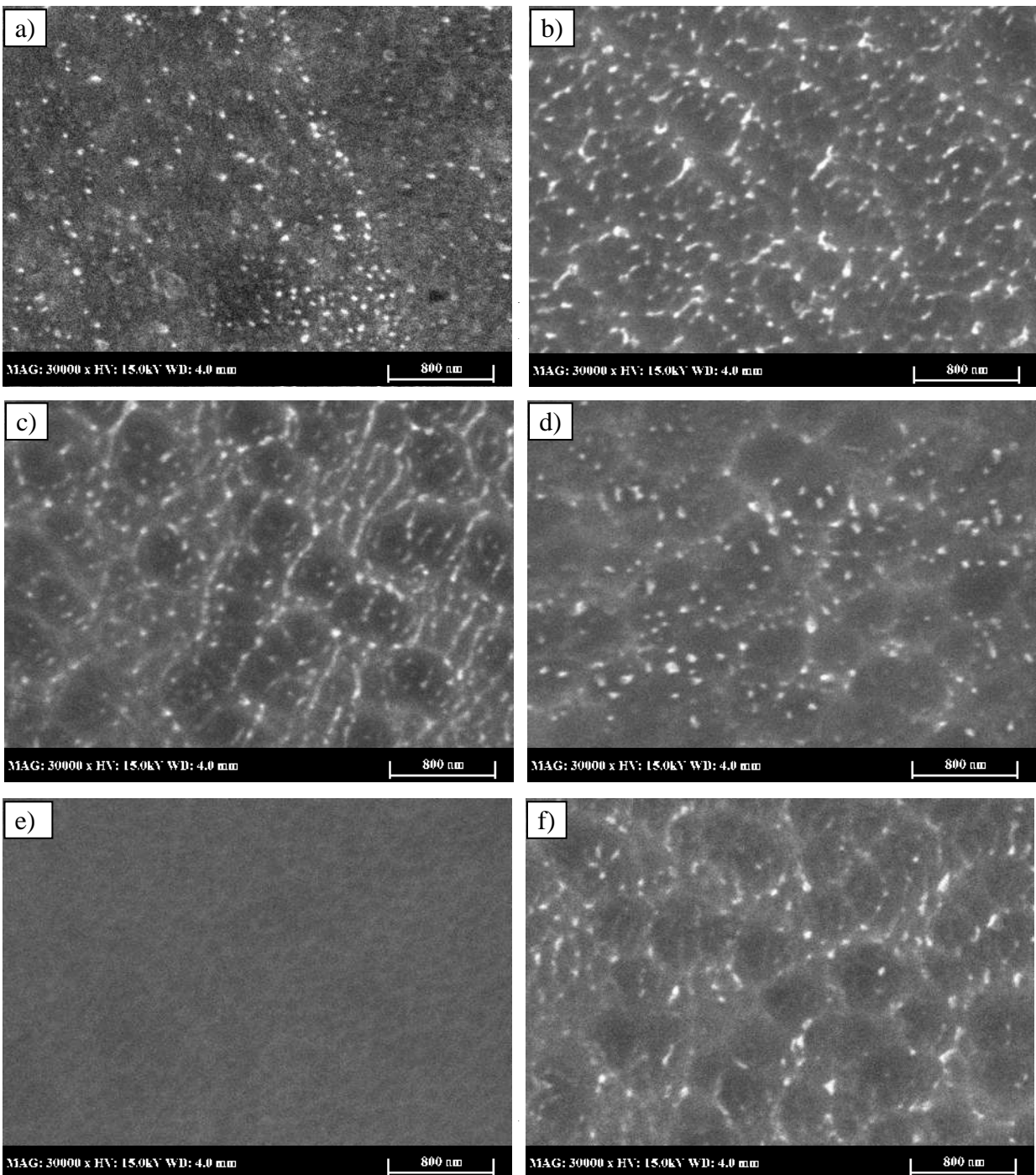


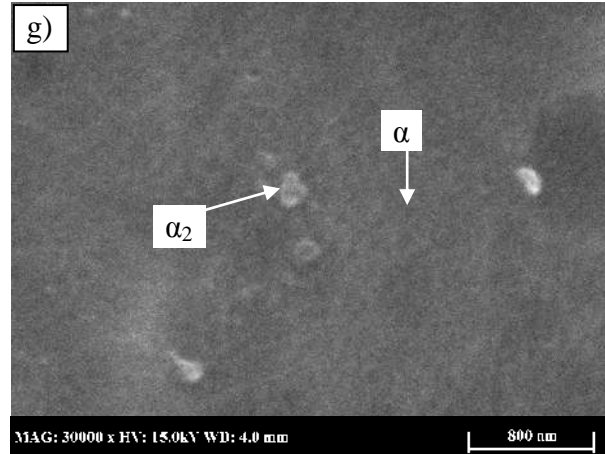
**Figura 3. 20** Microestructuras aciculares 575°C, g) 2 h., h) 288 h. y i) 576 h. Amplificación 10,000X.



**Figura 3. 21** Microestructuras aciculares 575°C, j) 2 h., k) 288 h. y l) 576 h. Amplificación 30,000X.

En la Figura 3.18 se muestra la evolución de la precipitación de las partículas  $\alpha_2$  dentro de la zona alfa de la microestructura equiaxial a 575°C de envejecimiento a diferentes tiempos.





**Figura 3. 22** Evolución de precipitados  $\alpha_2$  en microestructura equiaxial a  $575^\circ\text{C}$ , a) 2 h., b) 16 h., c) 48 h., d) 144 h., e) 288 h., f) 432 h., g) 576 h. Amplificación 50,000X.

Se puede apreciar que la morfología y distribución de estos precipitados dependen del tiempo de envejecimiento y pueden presentarse en partículas alargadas como las obtenidas a las 16 o 48 h. de envejecimiento o parcialmente esféricas como a 2 o 144 h. o una mezcla de ambas. A los tiempos de envejecimiento de 16 y 48h. se puede apreciar que existe una mayor densidad de precipitados  $\alpha_2$ , además de que para tiempos de envejecimiento mayores a 48 h. la distribución de las partículas  $\alpha_2$  se encuentran precipitadas de tal manera que forman estructuras parecidas a las de un panal, donde estos precipitados se encuentran mayoritariamente en las paredes de las celdas formadas, esto para todas las temperaturas estudiadas ( $515$ ,  $545$  y  $575^\circ\text{C}$ ) y ambas microestructuras (acicular y equiaxial) siendo más evidente en la microestructura equiaxial (Este tipo de formaciones no se encuentra que hayan sido reportadas por investigadores anteriormente).

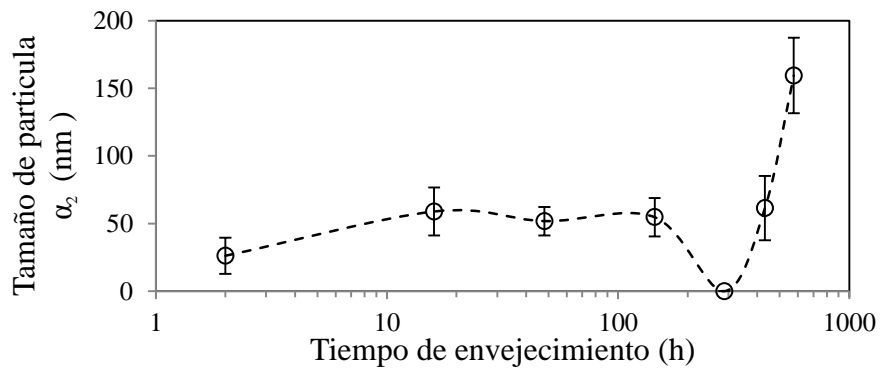
De la microestructura equiaxial a  $575^\circ\text{C}$  el tamaño y porcentaje de los precipitados  $\alpha_2$  fueron medidos y graficados quedando como se muestra en la Figura 3.19 y 3.20.

En el caso de la microestructura equiaxial envejecida a  $575^\circ\text{C}$  se observa la evolución de precipitación de  $\alpha_2$  con tamaños aproximadamente de 50 a 100 nm (rango nanométrico) manteniéndose dentro de este rango, únicamente al tiempo de envejecimiento de 576 h. se presentan tamaños de precipitados muy grandes (Figura 3.19). El porcentaje de precipitación de esta segunda fase  $\alpha_2$  aumenta con el tiempo de envejecimiento hasta 48 h. considerándolo como el pico de envejecimiento (condición máxima de endurecimiento por precipitación)

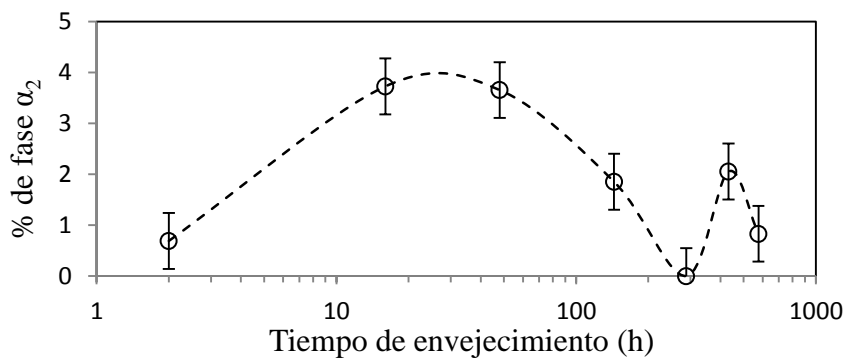
[19,21], seguido por una dilución gradual hasta la desaparición completa de los precipitados  $\alpha_2$  a 288 h, después de este tiempo de envejecido los precipitados aparecen de nuevo.

Se determinó el porcentaje de fase alfa dentro de la microestructura equiaxial (Figura 3.21) y acicular (Figura 3.22) a 575°C, observando que el porcentaje de  $\alpha_2$  precipitado dentro de  $\alpha$  tenía el mismo comportamiento, esto es, que si se incrementa el porcentaje de fase  $\alpha$  en la microestructura, también se incrementará el porcentaje de  $\alpha_2$  precipitado dentro de un área de  $\alpha$  determinada, en el caso de la microestructura acicular a 515°C se muestra la comparación de estas dos variables, la relación en el incremento de las dos variables no es muy estrecha, sin embargo tiene una pequeña relación (Figura 3.23).

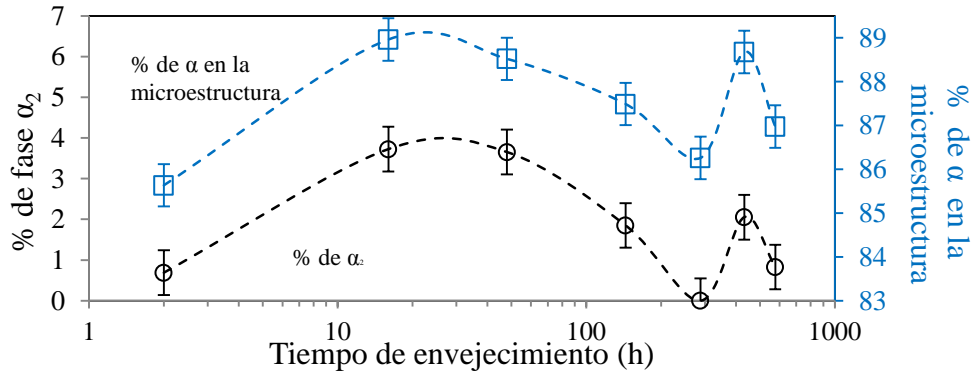
El estudio microestructural se centró principalmente en los especímenes envejecidos a 575 °C debido a que para las temperaturas de 515°C y 545°C la evolución microestructural se dará de igual manera pero en tiempos más prolongados de envejecimiento, debido a que a estas temperaturas la difusión de elementos tiene velocidades más bajas [20, 44, 48].



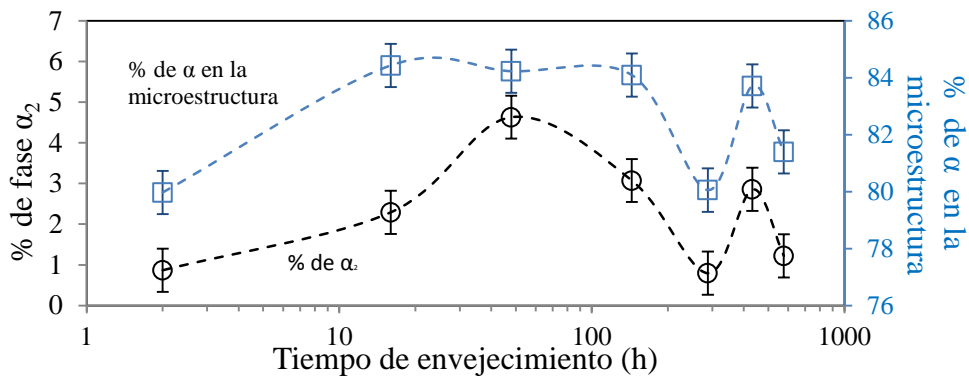
**Figura 3. 23** Tamaño de partícula  $\alpha_2$  contra tiempo de envejeciendo a 575°C, microestructura equiaxial.



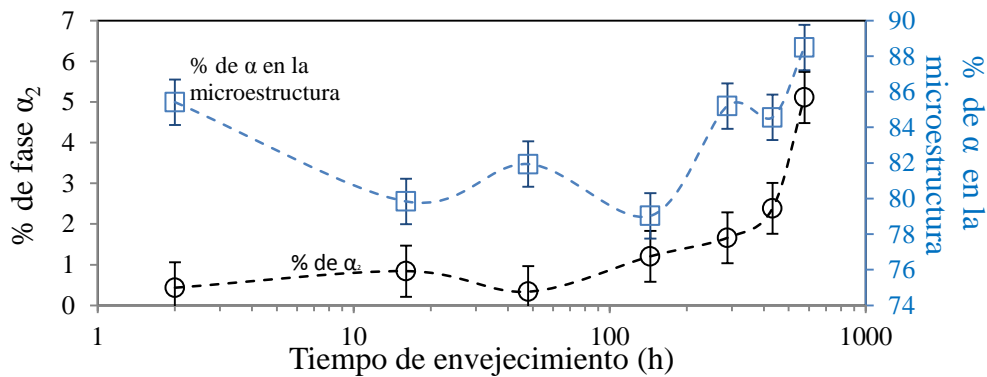
**Figura 3. 24** Porcentaje de  $\alpha_2$  precipitada dentro de  $\alpha$  Contra tiempo de envejecimiento a 575°C para la microestructura equiaxial.



**Figura 3. 25** Porcentaje de fase  $\alpha$  precipitada en la microestructura, y porcentaje de fase  $\alpha_2$  precipitada en  $\alpha$  para la microestructura equiaxial a 575°C.

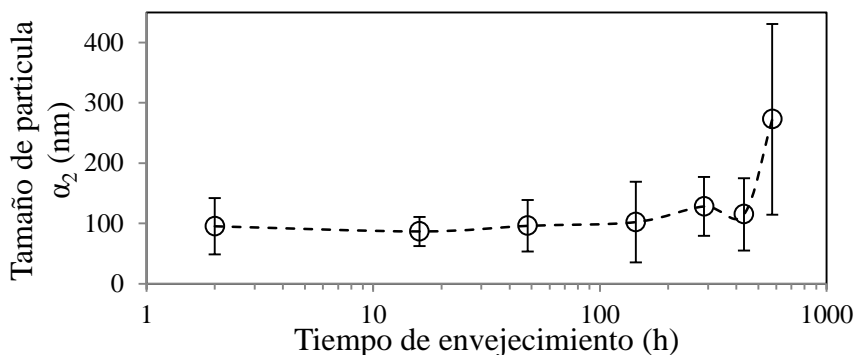


**Figura 3. 26** Porcentaje de fase  $\alpha$  precipitada en la microestructura, y porcentaje de fase  $\alpha_2$  precipitada en  $\alpha$  para la microestructura equiaxial a 515°C.

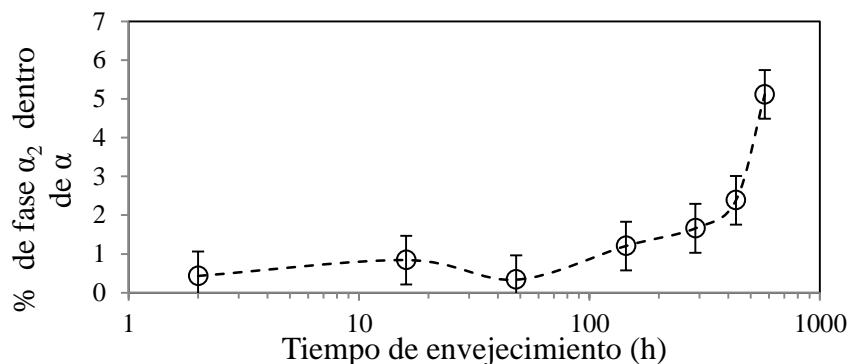


**Figura 3. 27** Porcentaje de fase  $\alpha$  precipitada en la microestructura, y porcentaje de fase  $\alpha_2$  precipitada en  $\alpha$  para la microestructura acicular a 515°C.

Para el caso de la microestructura acicular también se midió el porcentaje de fase  $\alpha_2$  precipitada y tamaño de partícula  $\alpha_2$  (Figura 3.24 y 3.25), donde las barras de error denotan la desviación estándar del conjunto de partículas medidas, la muestra un promedio de partículas  $\alpha_2$  grandes y pequeñas.



**Figura 3. 28** Tamaño de partícula  $\alpha_2$  contra tiempo de envejeciendo a 515°C, microestructura acicular.



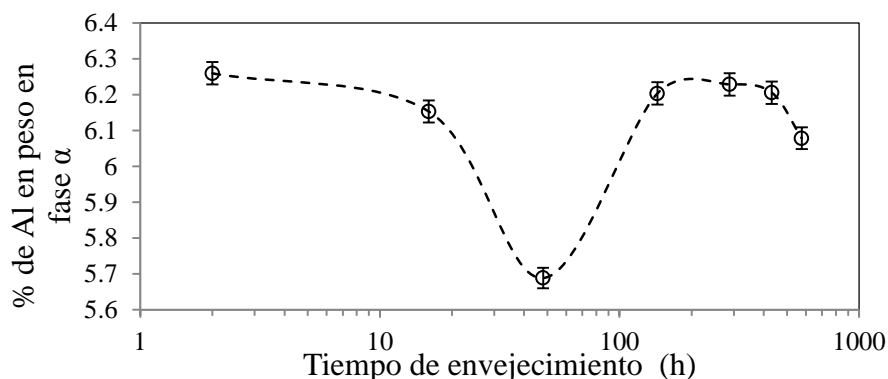
**Figura 3. 29** Porcentaje de  $\alpha_2$  precipitada dentro de  $\alpha$  Contra tiempo de envejecimiento a 515°C para la microestructura acicular.

La fracción precipitada junto con el tamaño de partícula de  $\alpha_2$  da una idea de en qué momento la microestructura comienza a sobre-envejecer, una disminución en la fracción del intermetálico precipitado, indica la dilución de la fase dentro de la matriz, lo que conlleva a una disminución en las propiedades mecánicas, al igual que el incremento del tamaño de la fase intermetálica precipitada por el efecto del envejecimiento [19, 48, 51]. Las Figuras anteriores muestran que el tamaño de partícula de  $\alpha_2$  es muy grande para tiempos superiores a las 288 horas con respecto a tiempos de envejecimiento menores, lo que significa que la

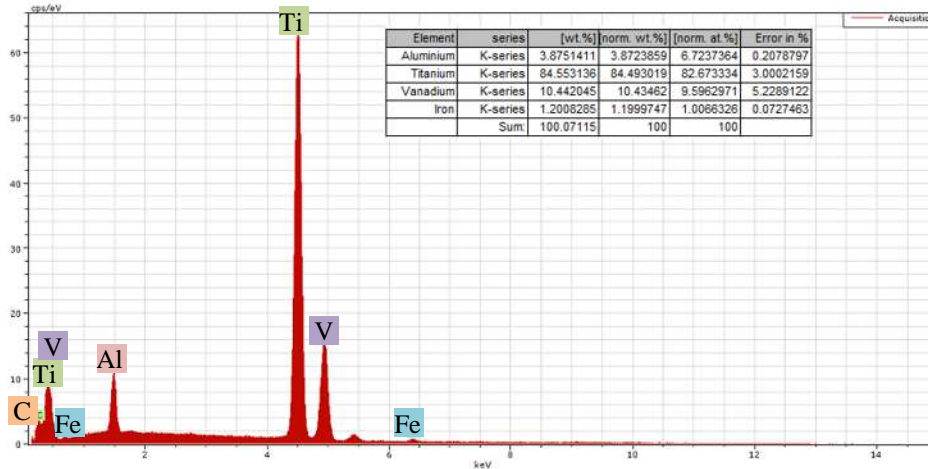
microestructura está sobre-envejeciendo, sin embargo es necesario corroborar estas observaciones mediante alguna técnica de medición de propiedades mecánicas posteriormente realizadas.

Se realizó la técnica de EDS para identificar el porcentaje de elementos presentes en las fases  $\alpha$  y  $\beta$  para así determinar si algún elemento en solución con la matriz tiene influencia en las técnicas de PTE [26,48] o en la velocidad ultrasónica [39]. En la Figura 3.26 podemos observar que el contenido de Al % en peso, en la fase  $\alpha$  se mantiene relativamente constante, pero a 48 h de envejecimiento existe un empobrecimiento de aluminio en la fase alfa, inferior al 6 % en peso, mientras que para los demás tiempos de envejecimiento, el contenido de aluminio es superior al 6 % en peso. Para que pueda darse la precipitación de  $\alpha_2$ , el porcentaje de aluminio en peso deberá ser mayor al límite de solubilidad del aluminio en el titanio [5], sin embargo a ese tiempo de envejecimiento de acuerdo a las micrografías mostradas en la Figura 4.19 para el tiempo de 48 h. existe la presencia de los precipitados de  $Ti_3Al$  esto puede ser debido a la presencia de elementos estabilizadores de alfa que se presentan como impurezas que son el oxígeno y el carbono (Figura 3.27).

Con respecto al porcentaje de los demás elementos en solución en las fases alfa y beta analizados por EDS se determinó que no había una variación significativa que pudiera causar efectos en el PTE o velocidad ultrasónica, como en el caso del aluminio ya que el aluminio se considera el principal endurecedor de la fase  $\alpha$  actuando como elemento sustitucional en el titanio [39].



**Figura 3. 30** Contenido del Al % en peso en la fase Alfa de la microestructura equiaxial a 575°C.



**Figura 3. 31** Espectrograma de la fase  $\alpha$  y  $\beta$  de la aleación Ti-6Al-4V.

Para el caso de la microestructura equiaxial a 575°C se midió el porcentaje de fase  $\alpha_2$  precipitada a través de los tiempos de envejecimiento resultando un porcentaje creciente de fase  $\alpha_2$  reportando un máximo de precipitación a 48 h. posteriormente el porcentaje disminuía conforme el tiempo de envejecimiento crecía, al único tiempo prolongado de envejecimiento donde no se encontró evidencia de fase  $\alpha_2$  fue a 288 h.

### 3. 3 Potencial termoeléctrico (PTE)

Se ha demostrado que esta técnica de PTE es muy sensible a cambios microestructurales como presencia de precipitados, tamaño de grano, fracción volumétrica de fases presentes, texturas cristalográficas, esfuerzos residuales, entre otras [26, 32, 45, 46, 48].

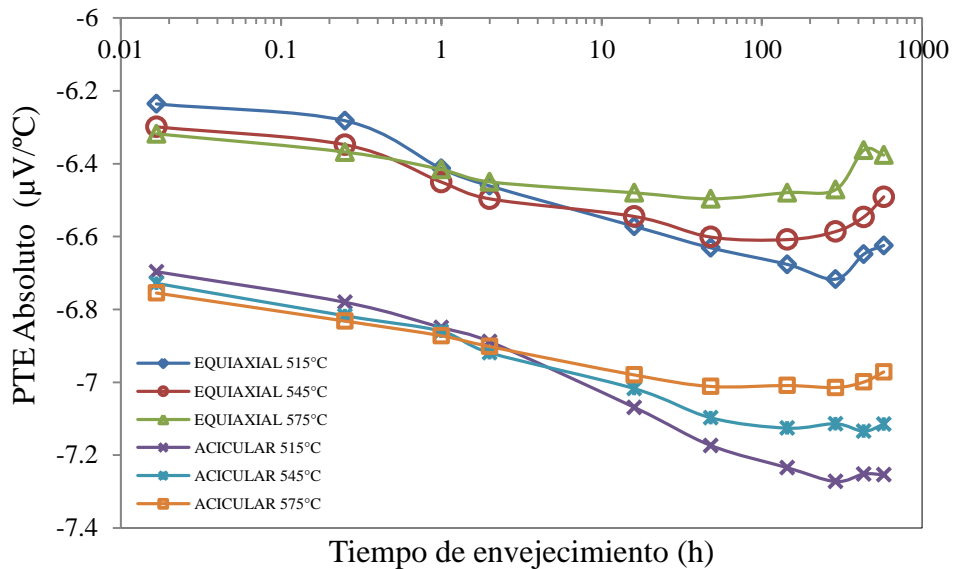
Se realizaron medidas del PTE utilizando la técnica de contacto por el método de gradiente lateral y por el método de punta caliente.

#### 3.3. 1 (PTE) Método de gradiente lateral (bloques de cobre)

Los datos de potencial termoeléctrico absoluto para el método del gradiente lateral muestran entre sí una tendencia muy similar (Figura 3.28), donde para tiempos superiores a las 2 horas de envejecimiento las mediciones comienzan a separarse en las tres temperaturas diferentes para cada conjunto de microestructuras, principalmente se denota la distinción de las microestructuras en el rango de valores de PTE, para la microestructura equiaxial el PTE es menos negativo que para la microestructura acicular, esto quiere decir que el movimiento de

electrones en la microestructura equiaxial es más lenta, posiblemente debido al tamaño de grano que es menor y por consiguiente presenta mayor densidad de límites de grano, mismas que reducen el transporte de electrones [22,24,26].

Para el caso de la temperatura de 575°C de la microestructura equiaxial analizada con mayor profundidad se tiene que el potencial termoeléctrico se hace más negativo conforme el tiempo de envejecimiento aumenta hasta llegar a un valor menor de PTE de  $-6.49\mu\text{V}/^\circ\text{C}$  a 48 h. y posteriormente el valor de PTE aumenta, este mínimo valor de PTE coincide con el máximo porcentaje de nano-partículas  $\alpha_2$  precipitadas.



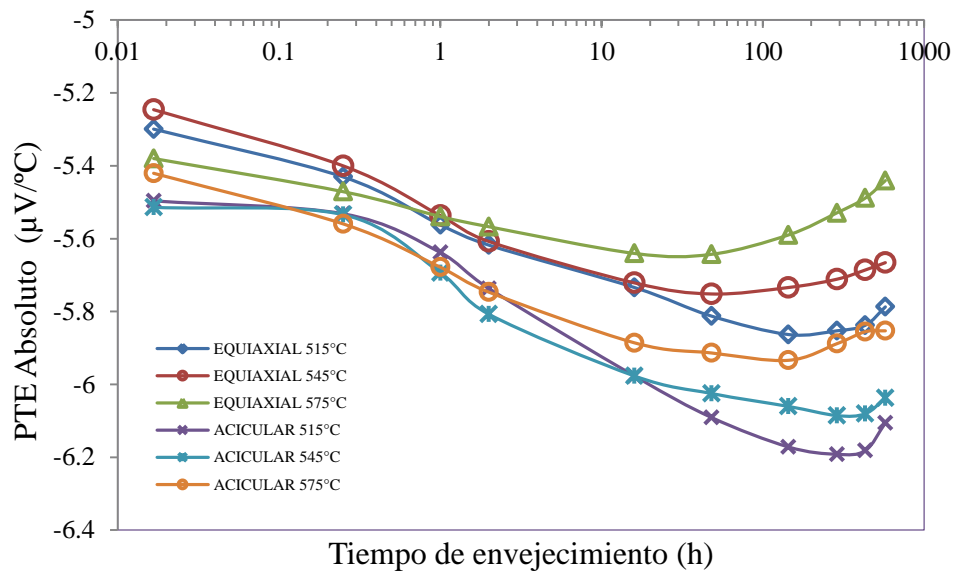
**Figura 3. 32** PTE Contra tiempo de envejecimiento, por el método de gradiente lateral.

Si bien se sabe que los precipitados de  $\alpha_2$  son coherentes con la matriz de  $\alpha$  causando deformaciones a la red cristalina en forma de esfuerzos de tensión, y el PTE es sensible a efectos de precipitación que a su vez causan esfuerzos los cuales reducen los valores de PTE [45,48], se considera que el porcentaje de precipitados  $\alpha_2$  está directamente relacionado con la variación del PTE.

### 3.3.2 (PTE) Método de punta caliente (punta de oro)

Mediante la ecuación de regresión lineal, correspondiente a la punta de oro se sustituyeron los valores obtenidos en las mediciones para así convertirlos en valores absolutos, dimensionalmente en  $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$  (Figura 3.29)

Los resultados de este método con punta de oro son muy similares a los medidos por el método de gradiente lateral, la diferencia más notable es la separación de valores de PTE entre una microestructura y otra, mas sin embargo el comportamiento en la disminución para los primeros tiempos de envejecimiento es al decremento y para tiempos superiores hay incremento.

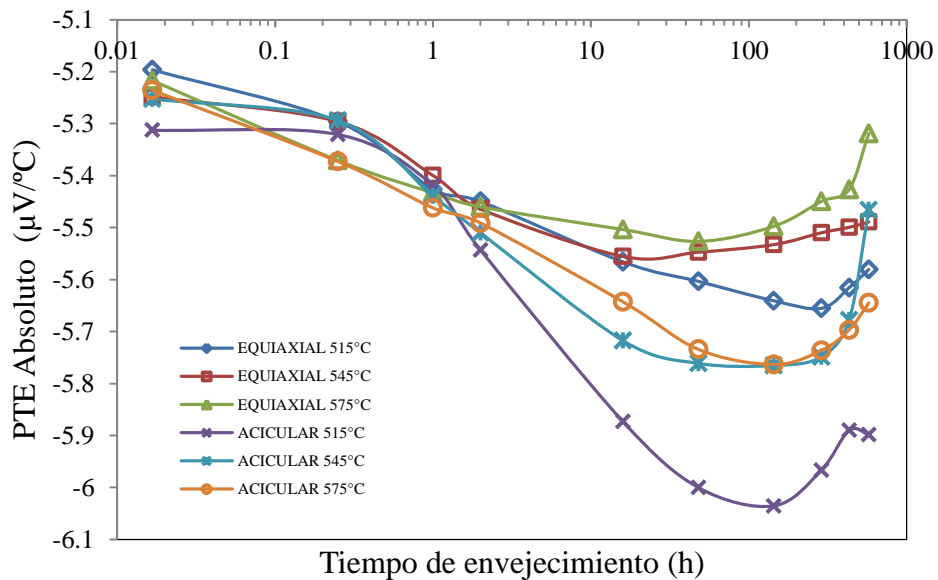


**Figura 3. 33** PTE Contra tiempo de envejecimiento para método de punta caliente (punta de oro).

### 3.3.3 Método de punta caliente (punta de cobre)

Al igual que en el método de punta caliente con punta de oro, se tomo el mismo número de mediciones y se trataron los datos de igual manera, después estos valores se convierten a valores absolutos de PTE mediante la ecuación de regresión correspondiente a la punta de cobre y se grafican contra el tiempo de envejecimiento (Figura 3.30).

Por último los resultados arrojados por este método con punta de cobre muestran una tendencia muy similar a los casos anteriores, pero se presenta traslapamiento de algunas mediciones para las tres temperaturas diferentes, cosa que no sucede en los métodos anteriores.

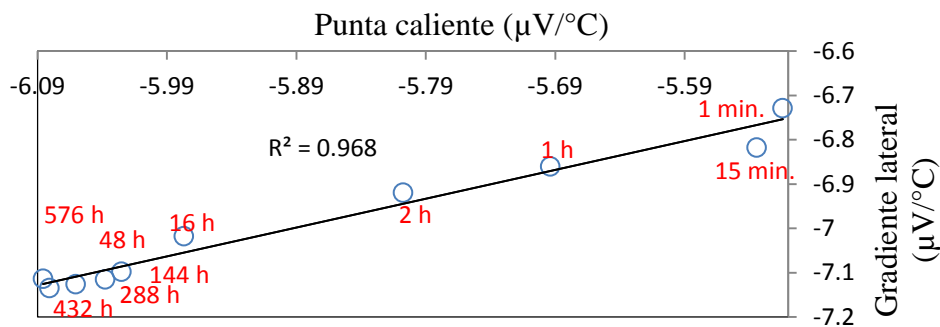


**Figura 3. 34** PTE Contra tiempo de envejecimiento con método de punta caliente (punta de cobre).

### 3.3. 4 Determinación de la sensibilidad de los métodos

Se calculó el coeficiente de correlación por medio de Excel de los resultados de PTE de los tres conjuntos de pruebas diferentes; gradiente lateral, punta caliente de oro y punta caliente de cobre, para así determinar qué métodos presentaban la relación más estrecha en sus resultados, denotando así la fiabilidad y sensibilidad de los resultados y el mejor método de medición del PTE.

A continuación se muestran los resultados de los coeficientes de correlación de una de las combinaciones (Figura 3.31).



**Figura 3. 35** Gráfico de coeficiente de correlación entre técnicas de PTE (gradiente lateral contra punta caliente de oro).

De la serie de resultados se determina que entre más cercano a 1 se encuentre la correlación  $R^2$ , más fiable es el método utilizado. En la tabla 3.I se muestran los resultados que determinan los mejores métodos.

**Tabla 3. I** Comparación entre métodos de gradiente lateral por medio de coeficientes de correlación.

Método	$R^2$ promedio	Varianza
Punta de Au contra gradiente lateral.	0.9539	0.00200409
Punta de Cu Contra gradiente lateral.	0.895	0.01013917
Punta de Au Contra punta de Cu.	0.934	0.00492487

De acuerdo a la tabla anterior podemos deducir que existe una mejor correlación entre los valores de punta de oro con los valores de gradiente lateral, ya que muestra el promedio de coeficiente de correlación más cercano a 1 y la varianza es la menor.

Sabiendo que el método de gradiente lateral presenta entre sus ventajas una mayor sensibilidad además de ser una técnica volumétrica y no sub-superficial como la de punta caliente, se deduce que el método de punta caliente de oro en relación al de gradiente lateral es un buen equipo sensible a la evolución microestructural para la medición del PTE para aplicaciones industriales ya que este método no requiere de especímenes de tamaño

determinado además de ser portátil, y el que el método de gradiente es un equipo más sensible, ya que además de mostrar un cambio en las mediciones del PTE, hace una buena distinción entre las dos microestructuras existentes de la misma aleación Ti-6Al-4V, también se pudo determinar que el método de punta caliente de oro es más sensible que el de punta de cobre, esto puede ser debido en gran parte a la diferencia en la conductividad térmica que hay de el oro y el cobre, ya que el gradiente térmico entre la probeta y la punta del equipo de PTE se ve afectado por esta constante [22].

De acuerdo a los resultados obtenidos en la microestructura equiaxial envejecida a 575°C de PTE y fracción de  $\alpha_2$ , se tiene la tabla 3.II que muestra el valor menor de PTE para cada microestructura y temperatura de experimentación que determina la mayor fracción de  $\alpha_2$  precipitada.

En el caso general del potencial termoeléctrico, conforme aumenta el tiempo de envejecimiento el PTE absoluto se hace más negativo, llegando a un punto mínimo el cual depende de la microestructura y tiempo de envejecimiento. En el equipo de gradiente lateral para la microestructura equiaxial, el valor promedio más negativo de PTE es de -6.717  $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$  a 515°C obtenido a un tiempo de envejecimiento 288 horas, para la temperatura de 545°C el valor promedio más negativo de PTE es de - 6.609  $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$  y es obtenido a 144 horas y para la temperatura de 575°C el valor promedio más negativo de PTE es de - 6.497  $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$  y es obtenido a 48 horas, por lo tanto entre mayor sea la temperatura, el valor mínimo de PTE se presentará a menores tiempos de envejecimiento.

**Tabla 3. II** Valor de PTE y tiempo de envejecimiento, para las dos microestructuras a diferentes temperaturas de envejecimiento con los métodos de PTE de punta caliente y gradiente lateral.

Estructura	Temperatura	Parámetro	PTE gradiente lateral ( $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ )	PTE punta de Au ( $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ )	PTE punta de Cu ( $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ )
Equiaxial	Inicial	PTE menor	-6.148	-5.221	-5.063
	515	PTE mayor	-6.717	-5.863	-5.655
		Tiempo (h)	288	144	288
	545	PTE mayor	-6.609	-5.752	-5.556
		Tiempo (h)	144	48	16
	575	PTE mayor	-6.497	-5.643	-5.527
Tiempo (h)		48	48	48	
Acicular	Inicial	PTE Mayor	-6.697	-5.286	-5.313
	515	PTE mayor	-7.273	-6.192	-6.035
		Tiempo (h)	288	288	144
	545	PTE mayor	-7.135	-6.086	-5.765
		Tiempo (h)	432	288	144
	575	PTE mayor	-7.015	-5.934	-5.763
Tiempo (h)		288	144	144	

Para el caso de la microestructura acicular, el valor promedio más negativo de PTE está entre un rango de  $(-7.015 \text{ a } -7.273 \mu\text{V}/^\circ\text{C})$  en las tres temperaturas de envejecimiento y se obtiene entre las 288 y 432 horas. En relación con el método de punta caliente se puede determinar también que entre mayor sea la temperatura, el valor mínimo de PTE se presentará a menores tiempos de envejecimiento, esto podría ir relacionado directamente con el incremento de la velocidad de difusión de los elementos, que entre mayor sea la temperatura, las velocidades de difusión de los elementos será mayor, y por consecuencia, la precipitación y posterior dilución en el sobre-envejecimiento de la fase  $\alpha_2$  serán más rápidas, coincidiendo con otras investigaciones de envejecimiento tiempo-temperatura [19, 21, 48], el incremento en el PTE va de un 5% a un 9%.

### 3. 4 Velocidad ultrasónica

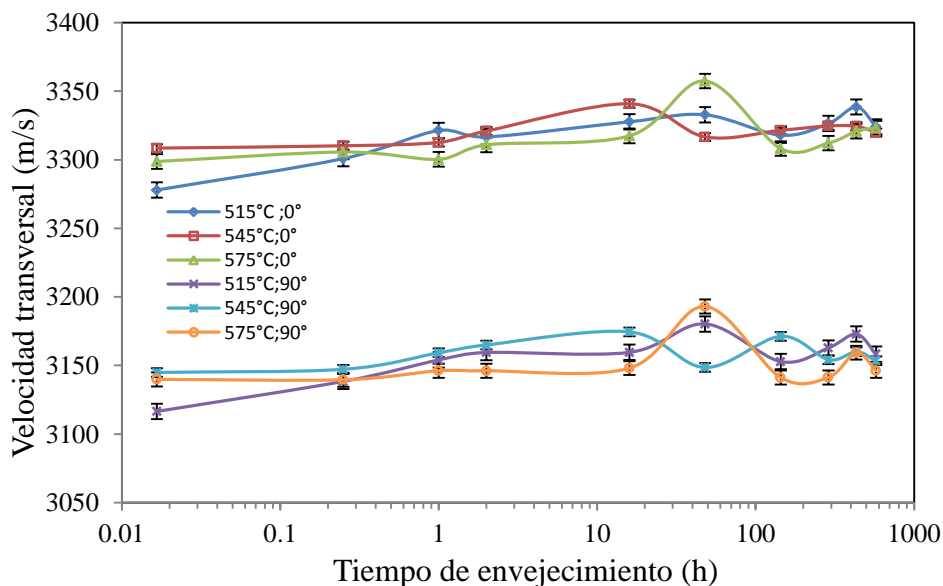
la velocidad ultrasónica en los materiales es un método ampliamente utilizado en el campo de los ensayos no destructivos, mediante la cual podemos determinar el estado interno del

material estudiado, así como sus propiedades mecánicas que se encuentran fuertemente ligadas a la microestructura.[9]

### 3.4. 1 Velocidad ultrasónica transversal

Se encontró que en la microestructura equiaxial obtenida y tratada térmicamente por envejecimiento presentaba un cambio en la velocidad ultrasónica medida en la posición de  $0^\circ$  con respecto a la medida a  $90^\circ$  lo que equivale a una velocidad rápida y una velocidad lenta respectivamente, el cambio en la velocidad fue aproximadamente de 4.93% en las tres diferentes temperaturas ( $515^\circ$ ,  $545^\circ$  y  $575^\circ\text{C}$ ) (Figura 3.32).

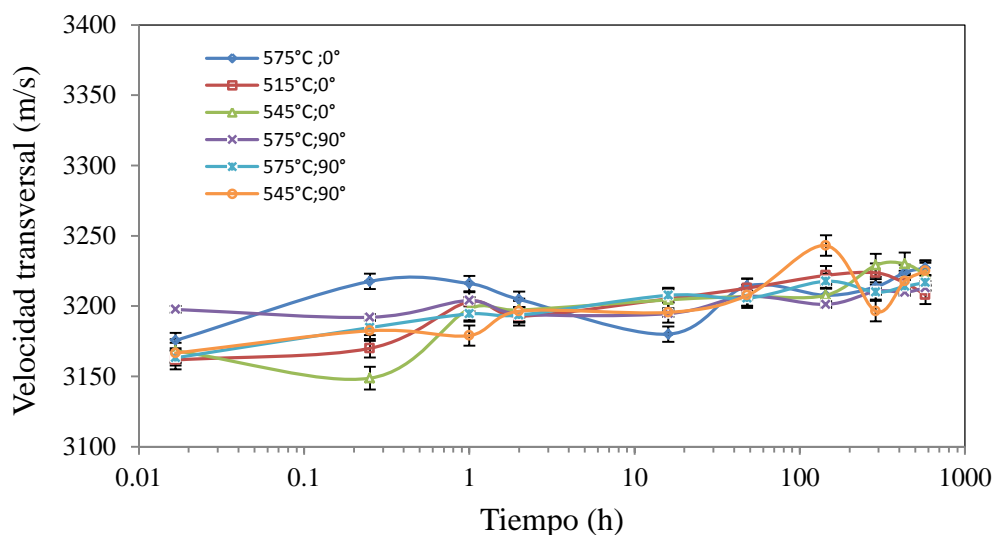
Este cambio es debido a la presencia de la textura obtenida en el proceso de laminado y recocido, el cual no desaparece en el tratamiento térmico de envejecimiento, tal como es reportado en otros trabajos de investigación [35].



**Figura 3. 36** Velocidad ultrasónica transversal en microestructura equiaxial para temperaturas de envejecimiento de 515, 545 y  $575^\circ\text{C}$  a diferentes tiempos y polarizada a  $0$  y  $90^\circ$ .

A diferencia de la microestructura equiaxial, la medición de la velocidad ultrasónica de una onda de corte en la microestructura acicular no se encontró una variación significativa con respecto a las mediciones perpendicular y paralela a la dirección de laminación del material

con respecto a la polarización de la onda en las tres diferentes temperaturas, esto debido a la temperatura del tratamiento térmico de obtención de la estructura acicular donde existe eliminación de la textura de laminación debido a un reordenamiento microestructural [17], además el tratamiento térmico de envejecimiento modifica la microestructura acicular como ya se estudió previamente en los parámetros de tamaño de grano, espesor de láminas y espesor de límite de grano, en consecuencia la velocidad ultrasónica de una onda de corte se ve influenciada por un conjunto de elementos microestructurales, siendo una microestructura más compleja (Figura 3.33).

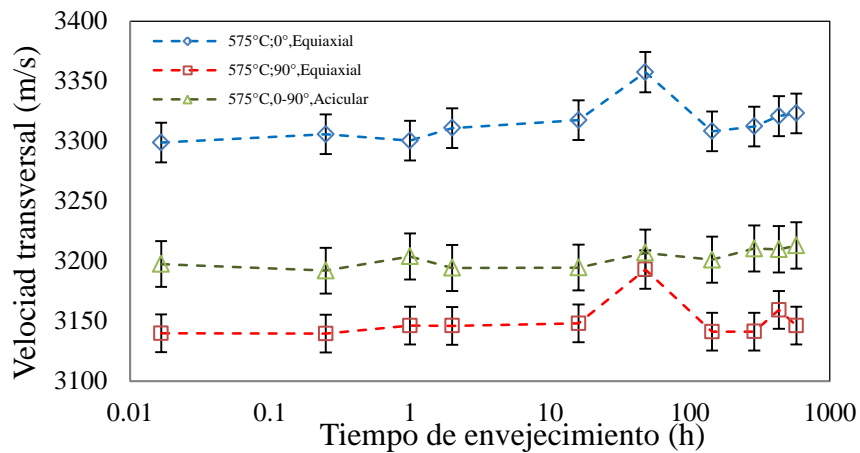


**Figura 3. 37** Velocidad ultrasónica transversal en microestructura acicular para temperaturas de envejecimiento de 515, 545 y 575°C a diferentes tiempos y polarizada a 0 y 90°.

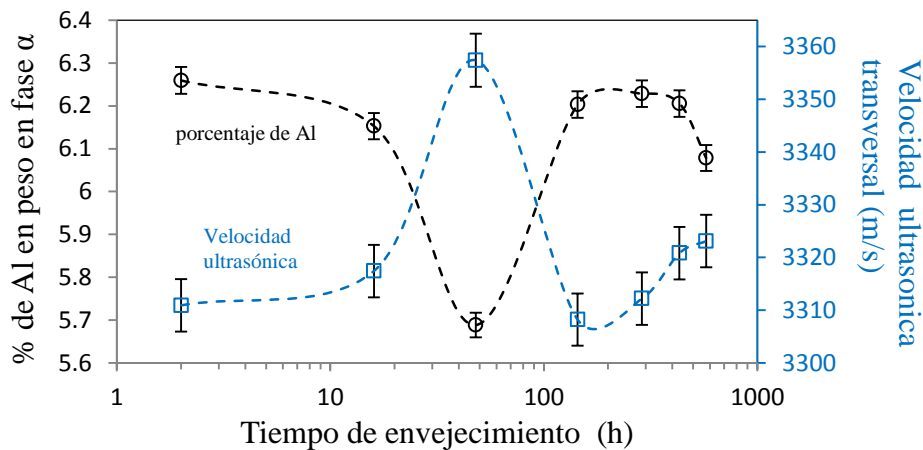
Para el caso particular de las microestructuras estudiadas ampliamente en microscopía, que corresponden a la temperatura de 575°C, en la Figura 4.34 se puede observar un máximo de velocidad ultrasónica a 48 h. de envejecimiento en la microestructura equiaxial, tanto a 0 como a 90° en la polarización de la onda, este mismo perfil se muestra en el contenido de aluminio en solución en la fase  $\alpha$  para la microestructura equiaxial a 575°C (Figura 3.35), lo mismo que para la microestructura acicular a 515°C (Figura 3.36), y sabiendo que el aluminio es el principal endurecedor del titanio, podemos deducir que a velocidades ultrasónicas mayores, el porcentaje de aluminio contenido en  $\alpha$  será menor, por lo tanto se puede concluir que la velocidad ultrasónica es muy sensible a la variación en el porcentaje de

concentración de aluminio en el titanio dentro de la fase  $\alpha$ , siendo la velocidad ultrasónica inversamente proporcional al contenido de aluminio en la fase  $\alpha$ .

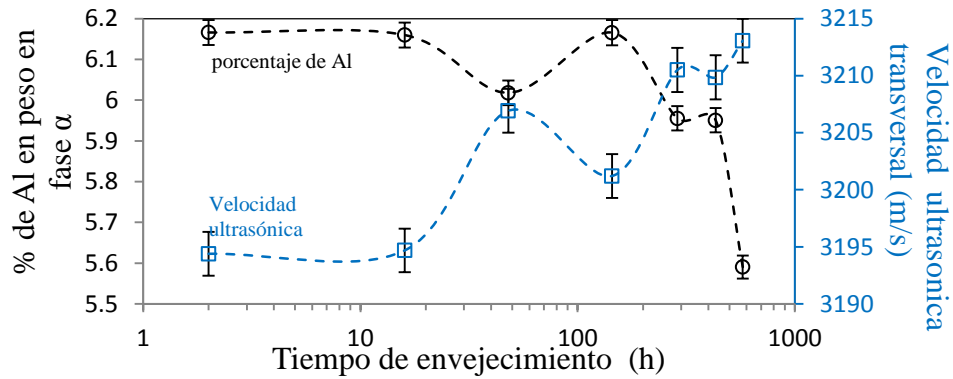
Para la microestructura acicular el máximo de velocidad ultrasónica se presentó a 576 h. de envejecimiento. En la microestructura acicular no se presentó el fenómeno de birrefringencia por lo tanto la polarización de la onda no afecta la medición.



**Figura 3. 38** Velocidad transversal de microestructura equiaxial y acicular envejecida a 575°C, polarizada en 0 y 90°.



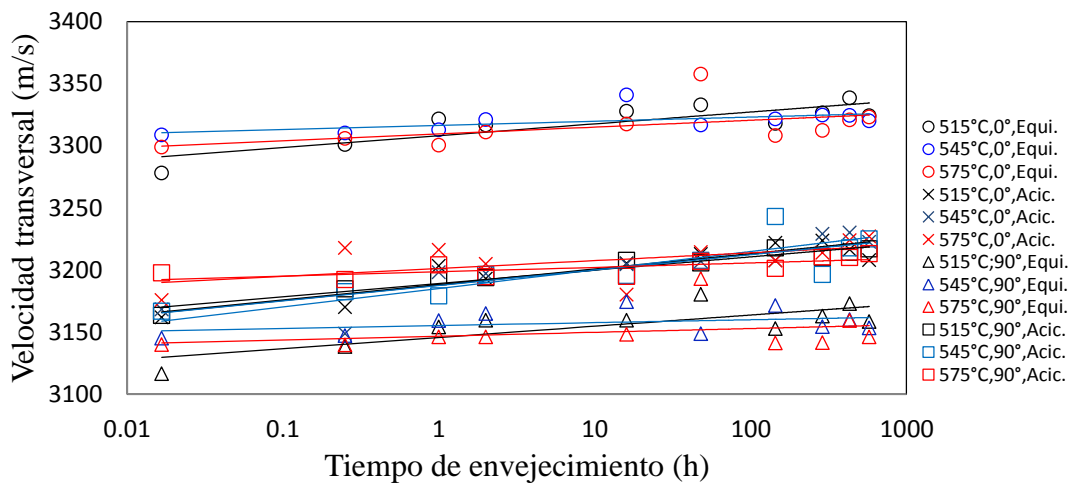
**Figura 3. 39** Relación entre velocidad ultrasónica transversal a 90° y porcentaje en peso de aluminio en fase  $\alpha$  para microestructura equiaxial envejecida a 575°C.



**Figura 3. 40** Relación entre velocidad ultrasónica transversal a 90° y porcentaje en peso de aluminio en fase  $\alpha$  para microestructura acicular envejecida a 515°C.

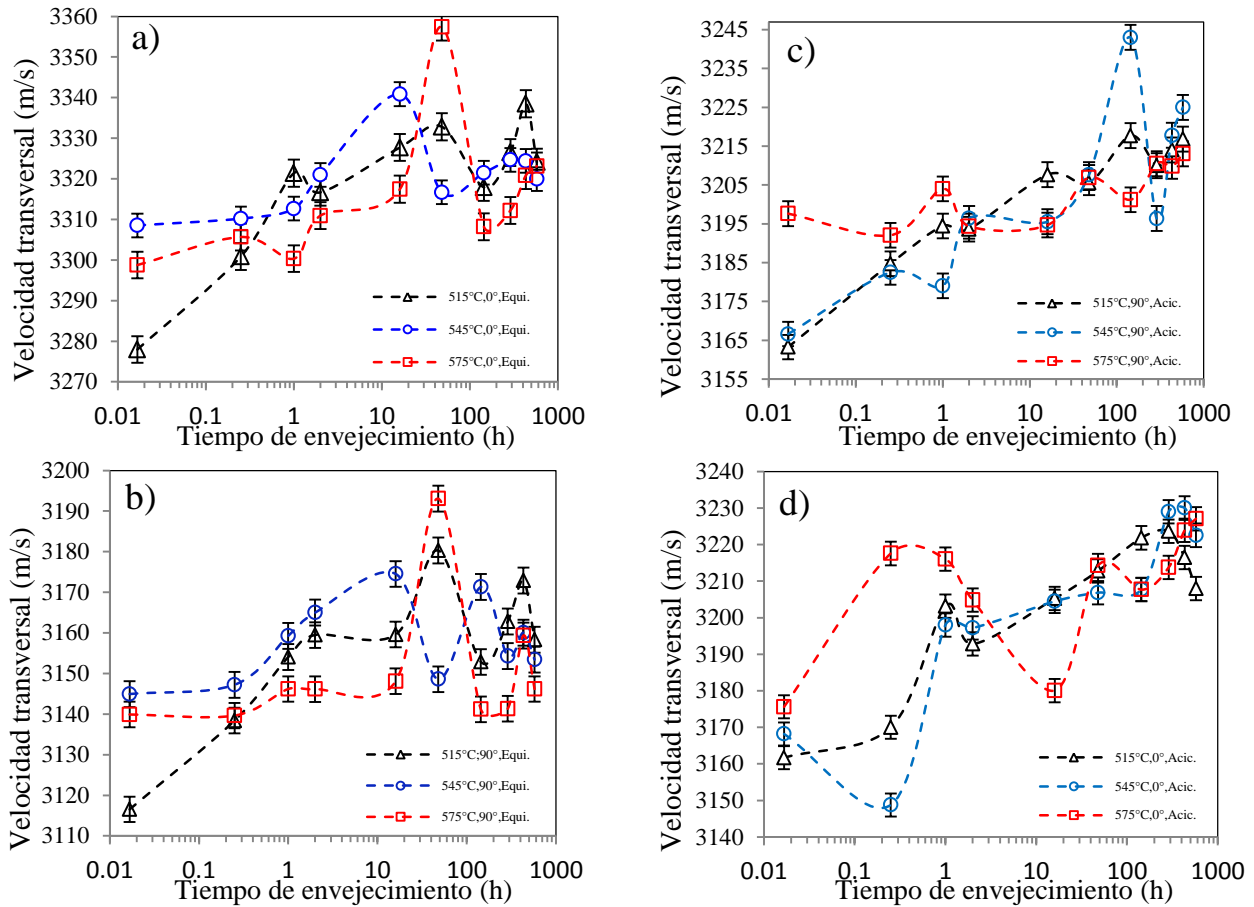
Debido a que el aluminio es el principal elemento endurecedor en solución con el titanio en la fase  $\alpha$ , se podría suponer que a 48 h de envejecimiento que es cuando se tiene el menor contenido de aluminio en alfa, se tendrán bajas propiedades mecánicas, sin embargo a este tiempo de envejecimiento se presenta la mayor fracción de  $\alpha_2$  precipitado, contrarrestando el efecto de empobrecimiento de contenido de aluminio.

De acuerdo con los resultados obtenidos se encontró una tendencia al incremento de la velocidad ultrasónica conforme el tiempo de envejecimiento es mayor, en la Figura 3.37 se muestran los valores de velocidad ultrasónica de las microestructuras equiaxiales y aciculares de las tres diferentes temperaturas de envejecimiento, tanto la velocidad rápida de onda, como la lenta.



**Figura 3. 41** Tendencia logarítmica al incremento en la velocidad ultrasónica para la microestructura equiaxial y acicular a 515°C, 545°C y 575°C polarizado a 0° y 90°.

En la Figura 3.38 se muestra a detalle el cambio en la velocidad ultrasónica con respecto al tiempo de envejecimiento para cada microestructura y temperatura de envejecimiento, medidas con una onda de corte en dirección perpendicular y paralela a la dirección de laminado.



**Figura 3. 42** Velocidad ultrasónica contra tiempo de envejecimiento a 515, 545 y 575°C a) equiaxial polarizada 0°, b) equiaxial polarizada 90°, c) acicular polarizada 90°, d) acicular polarizada 0°.

En la Figura 3.37 es evidente distinción entre las dos microestructuras estudiadas (equiaxial y acicular) por el rango de velocidades ultrasónicas, este mismo efecto se observa en la medición del PTE, donde, para la microestructura equiaxial, los valores de PTE son menos negativos que para la microestructura acicular.

En la tabla 3.III se muestran los valores máximos y mínimos de velocidad ultrasónica para cada microestructura así como el tiempo a la que se presenta.

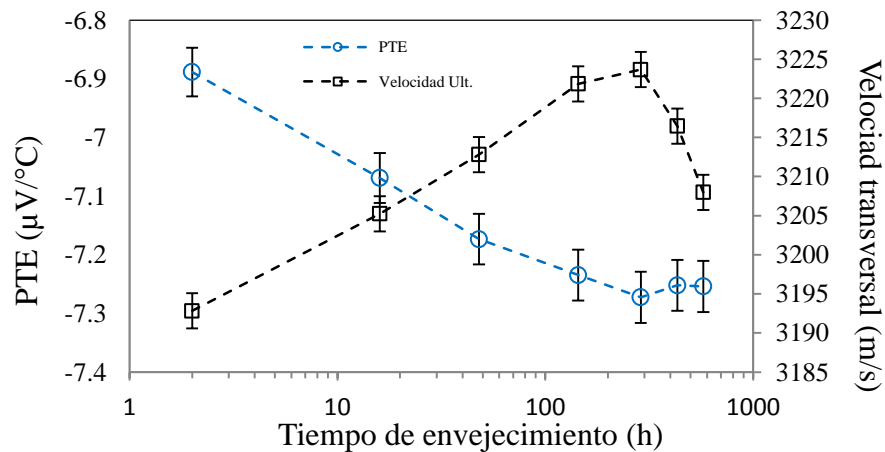
**Tabla 3. III** Valor máximo y mínimo de velocidad ultrasónica y tiempo de envejecimiento, para las dos microestructuras a diferentes temperaturas de envejecimiento con polarización de onda a 0° y 90°

Estructura	Polarización	Temperatura	Parámetro	Valor
Equiaxial	0°	Inicial	Valor menor	3271.92 m/s
		515	Valor mayor	3338.5 m/s
			Tiempo (h)	432
		545	Valor mayor	3340.84 m/s
			Tiempo (h)	16
		575	Valor mayor	3338.5 m/s
	Tiempo (h)		432	
	90°	Inicial	Valor menor	3117.91 m/s
		515	Valor mayor	3180.29 m/s
			Tiempo (h)	48
		545	Valor mayor	3174.51 m/s
			Tiempo (h)	16
575		Valor mayor	3193.03 m/s	
	Tiempo (h)	48		
Acicular	0°	Inicial	Valor menor	3140.17 m/s
		515	Valor mayor	3223.67 m/s
			Tiempo (h)	288
		545	Valor mayor	3230.03 m/s
			Tiempo (h)	432
		575	Valor mayor	3227.06 m/s
	Tiempo (h)		576	
	90°	Inicial	Valor menor	3159.99 m/s
		515	Valor mayor	3217.7 m/s
			Tiempo (h)	144
		545	Valor mayor	3243.02 m/s
			Tiempo (h)	144
575		Valor mayor	3213.06 m/s	
	Tiempo (h)	575		

Como ya se ha observado en las mediciones de PTE y velocidad ultrasónica, ambas técnicas muestran un comportamiento proporcional entre sí, donde para algunos casos el máximo valor de PTE absoluto corresponde al máximo valor de velocidad ultrasónica, esto se encuentra directamente relacionado con la presencia de la fase  $\alpha_2$  precipitada dentro de  $\alpha$ , dando como consecuencia un incremento en el módulo elástico o velocidad ultrasónica,

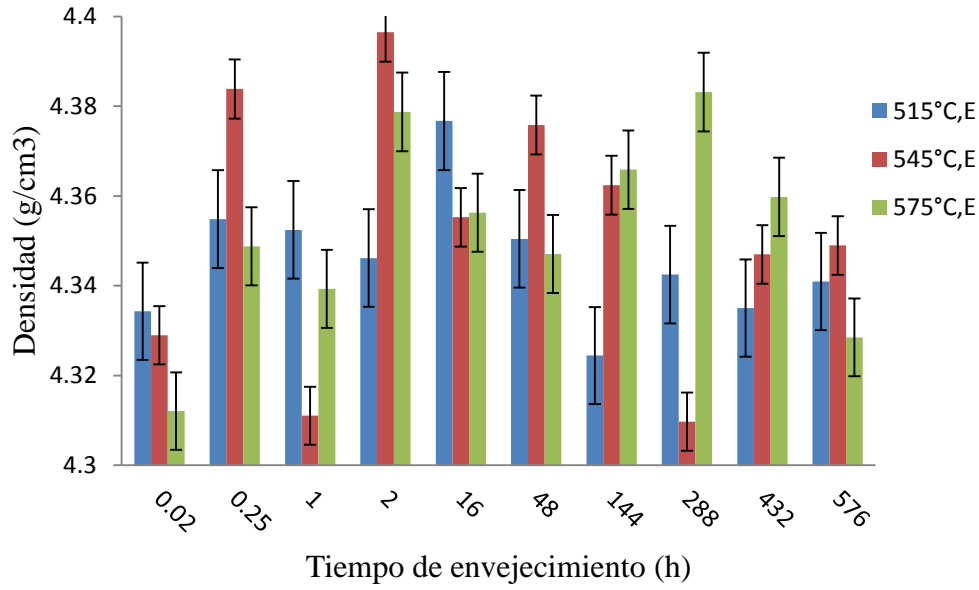
donde la energía negativa de interacción del aluminio y el titanio es propicia para el ordenamiento, resultando en precipitados fuerte y direccionalmente ordenados, lo que causa un incremento en la energía de enlace de los enlaces híbridos *spd*, los cuales forman un traslapamiento de electrones de titanio *3d* y *4s* con electrones de aluminio *s*, *p*, además, debido a que los precipitados de  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) producen una ligera distorsión elástica en la red cristalina, casi todo el incremento en la dureza de la fase  $\alpha$  es debido al esfuerzo adicional requerido para deslizar dislocaciones para cortar los fuertes enlaces de los precipitados y para la formación de fronteras de antifase [51], el incremento en la velocidad ultrasónica va de un 2% a un 3%.

La Figura 3.39 muestra la relación que existe entre las mediciones de potencial termoeléctrico con respecto a las mediciones de velocidad ultrasónica, echo que ocurre para las dos microestructuras en estudio y las tres diferentes temperaturas.

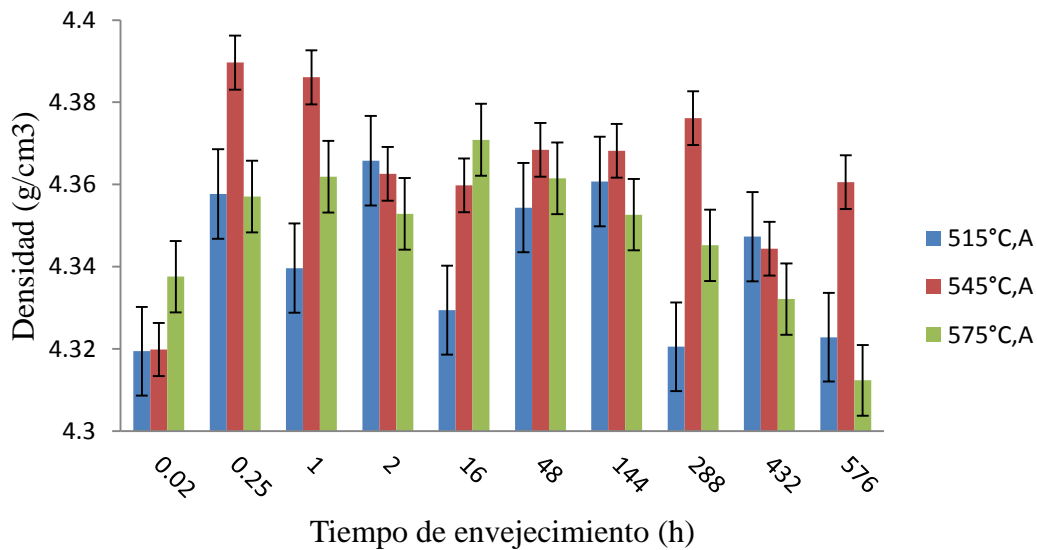


**Figura 3. 43** Relación entre PTE y velocidad ultrasónica en una microestructura acicular tratada por envejecimiento a 515°C.

Se determinó la densidad de cada espécimen mediante el método de Arquímedes tal y como lo muestran las Figuras 3.40 y 3.41 para posteriormente conocer el módulo de Young y módulo de corte, la desviación estándar aproximada de cada serie de datos fue en promedio de un 0.3 %, especificada en las barras de error.



**Figura 3. 44** Variación de la densidad de estructura equiaxial contra el tiempo de envejecimiento a diferentes temperaturas.



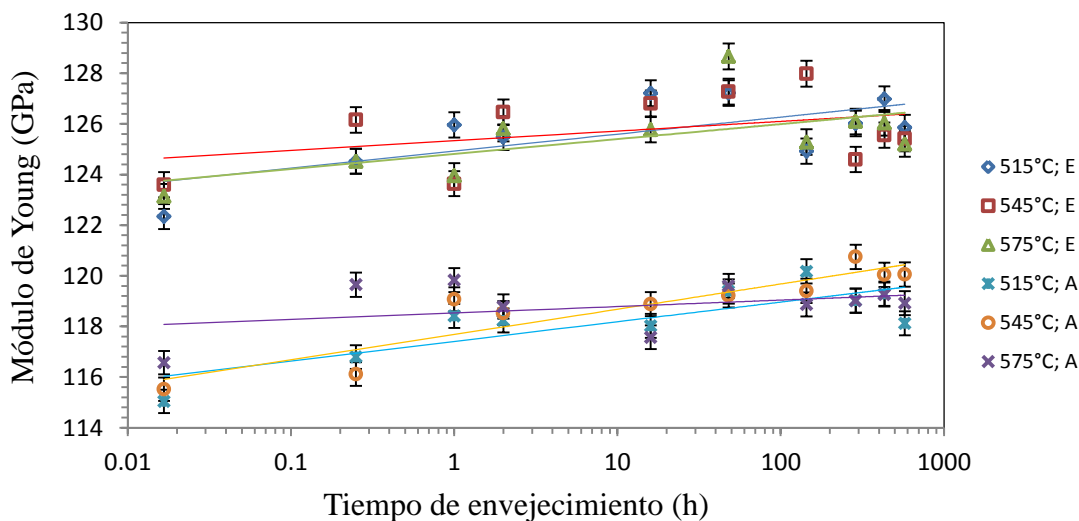
**Figura 3. 45** Variación de la densidad de estructura acicular contra el tiempo de envejecimiento a diferentes temperaturas.

La densidad de la aleación varía de forma muy pequeña, se sabe que la densidad de la aleación Ti-6Al-4V es aproximadamente de 4.43 g/cm<sup>3</sup> mientras que la fase intermetálica  $\alpha_2$  tiene densidades desde los 4.1g/cm<sup>3</sup> hasta los 4.7 g/cm<sup>3</sup> debido a que es un intermetálico que

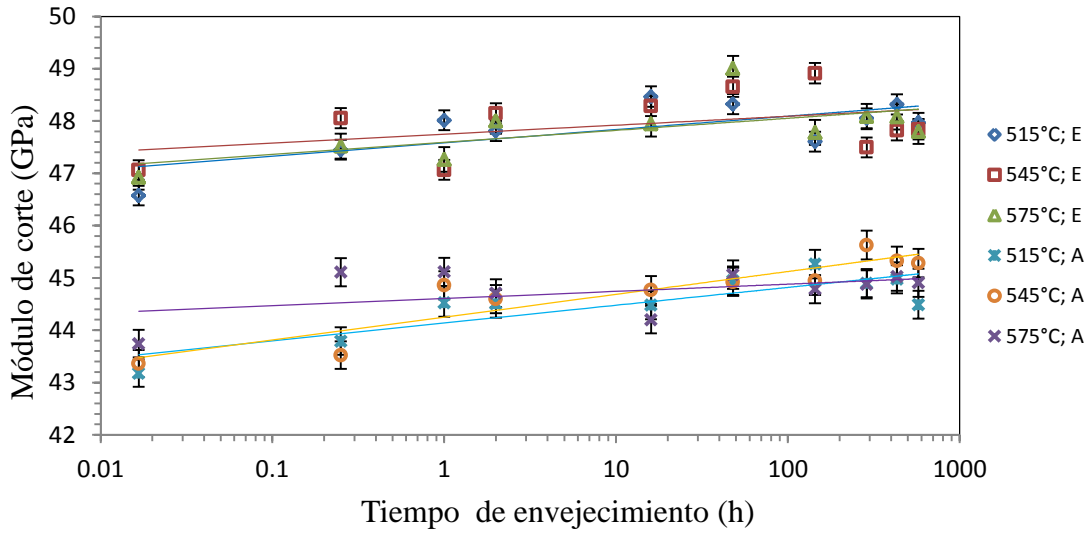
se presenta dentro de una composición de aproximadamente 22 a 34 % atómico de aluminio [1], por lo tanto la densidad de la aleación no es un parámetro mediante el cual podamos calcular el porcentaje de fase  $\alpha_2$  presente.

Mediante la aplicación de las ecuaciones 1.12, 1.13 y 1.14 se determinó el módulo de corte y el módulo elástico para cada una de las microestructuras.

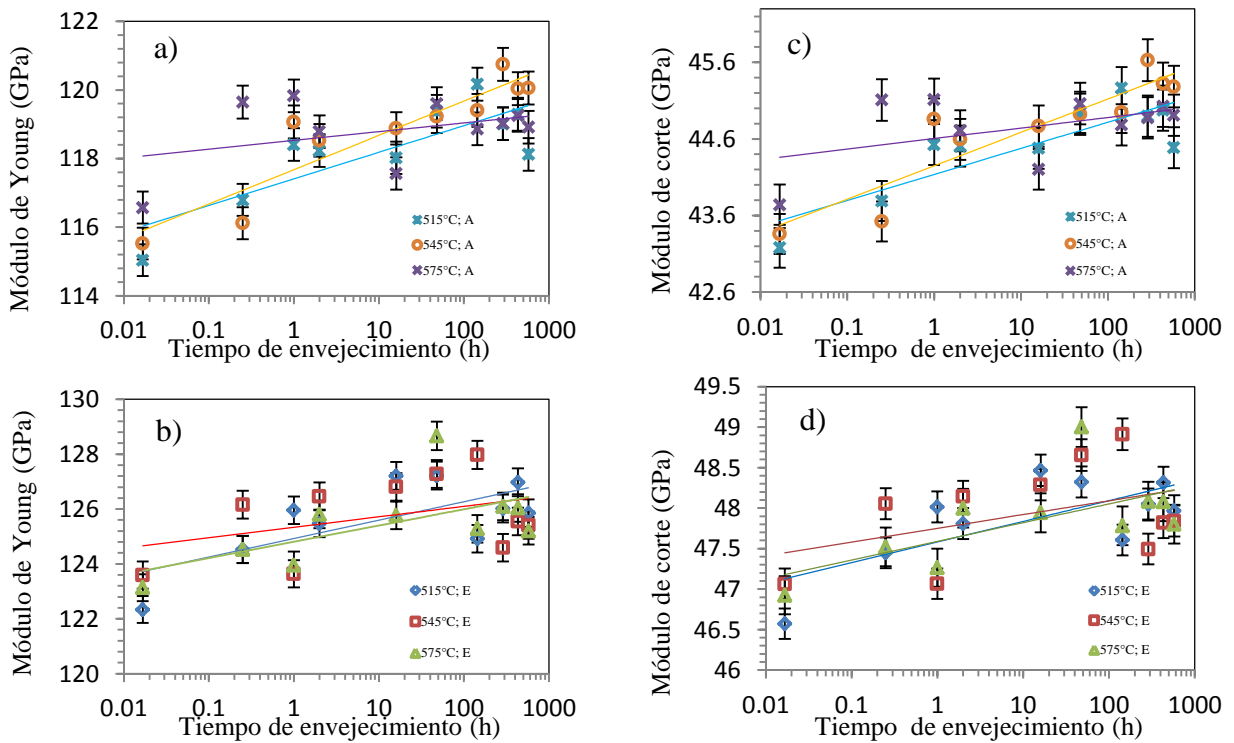
En las Figuras 3.42 y 3.43 se muestran las propiedades elásticas de las microestructuras equiaxiales las cuales presentan anisotropía de deformación (textura) en la dirección paralela y perpendicular a la dirección de laminación de la lámina, mientras que en la microestructura acicular no se presenta este fenómeno, el incremento en las propiedades mecánicas del material es debido al tratamiento térmico de envejecimiento, el cual coincide con otras investigaciones para esta aleación [1-3,17,37,44].



**Figura 3. 46** Módulo de Young paralelo a la dirección de laminación contra tiempo de envejecimiento de microestructura acicular y equiaxial.



**Figura 3. 47** Módulo de corte paralelo a la dirección de laminación contra tiempo de envejecimiento de microestructura acicular y equiaxial.



**Figura 3. 48** Módulo de corte paralelo a la dirección de laminación contra tiempo de envejecimiento a) acicular, b) equiaxial. Módulo de Young paralelo a la dirección de laminación c) acicular, d) equiaxial.

**Tabla 3. IV** Valor máximo y mínimo de módulo de Young y módulo de corte y tiempo de envejecimiento, para las dos microestructuras a diferentes temperaturas de envejecimiento.

Estructura	Variable	Temperatura	Parámetro	Valor
Equiaxial	Módulo de Young	Inicial	Valor menor	122.53 GPa
		515	Valor mayor	127.21 GPa
			Tiempo (h)	16
		545	Valor mayor	127.98 GPa
			Tiempo (h)	144
		575	Valor mayor	128.67 GPa
	Tiempo (h)		48	
	Módulo de corte	Inicial	Valor menor	46.44 GPa
		515	Valor mayor	48.47 GPa
			Tiempo (h)	16
		545	Valor mayor	48.91 GPa
			Tiempo (h)	144
575		Valor mayor	49 GPa	
	Tiempo (h)	48		
Acicular	Módulo de Young	Inicial	Valor menor	116.18 GPa
		515	Valor mayor	120.17 GPa
			Tiempo (h)	144
		545	Valor mayor	120.75 GPa
			Tiempo (h)	288
		575	Valor mayor	119.83 GPa
	Tiempo (h)		1	
	Módulo de corte	Inicial	Valor menor	43.41 GPa
		515	Valor mayor	45.27 GPa
			Tiempo (h)	144
		545	Valor mayor	45.63 GPa
			Tiempo (h)	288
575		Valor mayor	45.16 GPa	
	Tiempo (h)	1		

Parte importante de la determinación del módulo de Young y módulo de corte es la densidad del material. De acuerdo a lo mostrado en la tabla 3.III con respecto a la tabla 3.IV se observa que existe una ligera variación entre la medición directa de la velocidad ultrasónica con respecto a las propiedades elásticas y de corte del material, el incremento de éstas propiedades va de un 3% a un 4.5%.

### 3.5 Microdureza Vickers

En general se espera un endurecimiento por precipitación de  $\alpha_2$  para ambas microestructuras conforme transcurra el tiempo de envejecimiento [5-7, 17,19, 37], el incremento de resistencia por endurecimiento debido a la precipitación de  $\alpha_2$  va de 15 a 35 MPa [39].

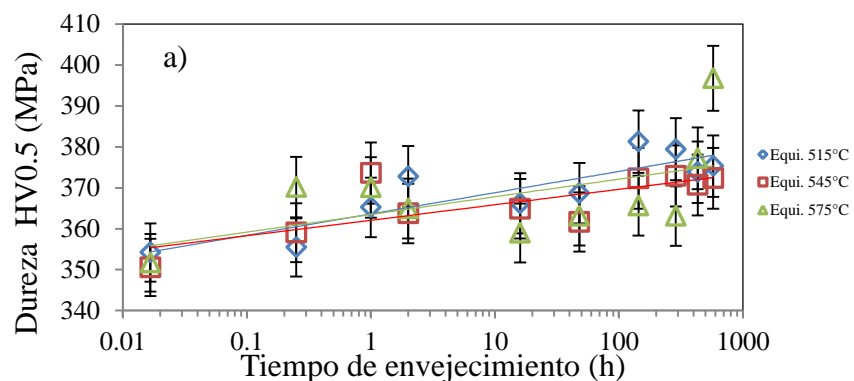
Sin duda existen muchos efectos por los cuales esta aleación puede endurecer, entre ellos se encuentran los elementos intersticiales, tamaño de grano, porcentaje de fase  $\beta$ , trabajado en frío o caliente y precipitación de segundas fases ( $\alpha_2$ ) [42].

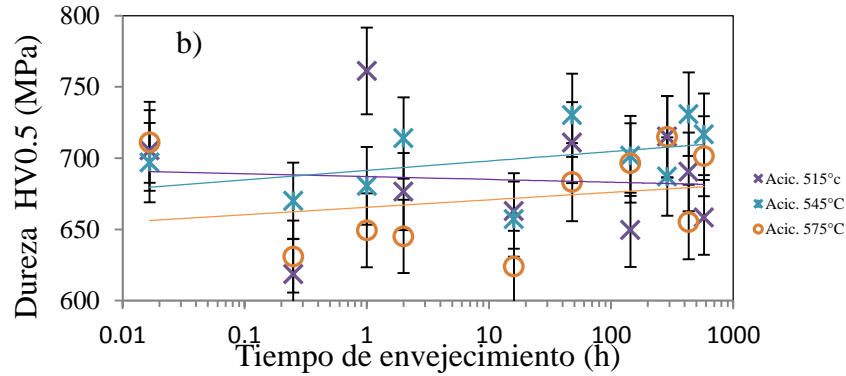
Para el caso de la estructura acicular la cual será principalmente martensítica  $\alpha'$  antes del tratamiento de envejecimiento, se espera que cuando la descomposición martensítica comience, la microdureza se incremente, debido a la transformación de  $\alpha'$  en  $\alpha$ , teniendo un máximo de dureza cuando la transformación martensítica termine, posteriormente habrá un decremento en la dureza, Tatsuro Morita et. al. [41] demostraron que este fenómeno del incremento de la microdureza durante la descomposición de  $\alpha'$  en el envejecimiento se debe al endurecimiento de la fase  $\beta$  y no de la fase  $\alpha$ , posteriormente el endurecimiento se dará por la precipitación de  $\alpha_2$  debido a la fracción precipitada.

Otro factor importante dependiente de la dureza desarrollada del material será la microestructura desarrollada ya sea fina o gruesa y porcentaje de fases presentes, y ya que esta puede tender a cambiar durante el envejecimiento [38] la dureza también cambiará.

Sin embargo, en la microestructura equiaxial al ser más estable durante el tratamiento térmico de envejecimiento tanto en tamaño de grano [37,17] como en porcentaje de fases [37], el endurecimiento será principalmente por la presencia de los precipitados de  $\alpha_2$ .

Los resultados de microdureza Vickers para la microestructura equiaxial y acicular se muestran en la Figura 3.45.





**Figura 3. 49** Microdureza Vickers a 515, 545 y 575°C contra tiempo de envejecimiento, a) estructura equiaxial, b) estructura acicular.

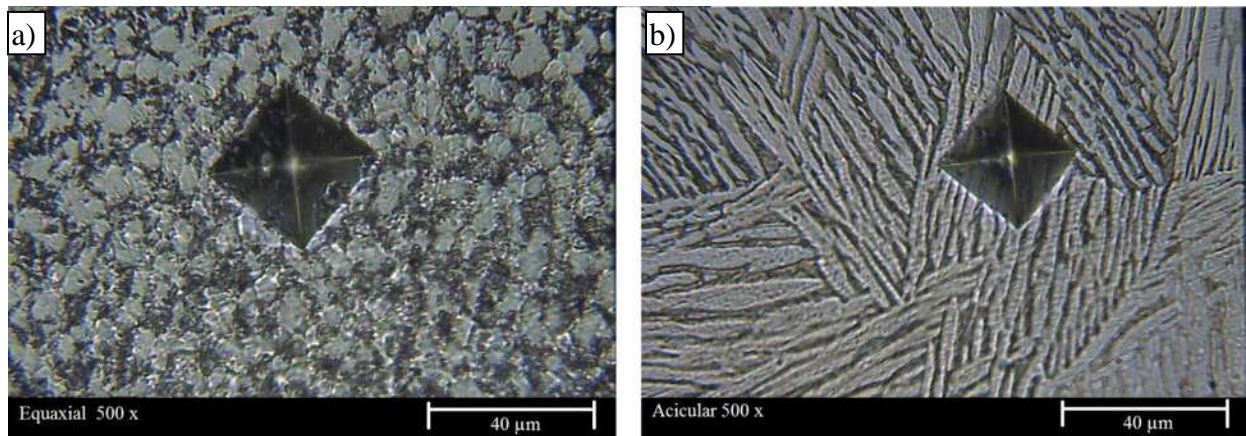
Como se observa en el gráfico de la Figura 3.45, para la microestructura equiaxial existe un incremento en la dureza de una manera más uniforme con respecto al tiempo de envejecimiento para las tres temperaturas diferentes. En ésta microestructura se encuentra que las únicas variables son el porcentaje de fases la cual después de 16 h no tiene un cambio significativo, y el porcentaje de aluminio contenido en la fase alfa, el cual presenta un decremento brusco a 48 h y posterior a esto, se mantiene relativamente constante, con un ligero empobrecimiento con tendencia lineal a partir de 144 h, en el caso de la fracción precipitada de  $\alpha_2$  se muestra un incremento hasta llegar a un máximo a 48 h. y posteriormente se reduce la presencia de esta fase precipitada.

De acuerdo a la Figura 3.45 a) el máximo de dureza obtenido para la microestructura equiaxial a 575°C se encuentra a 576 h en estas condiciones, el tamaño de precipitado  $\alpha_2$  se encuentra en su tamaño promedio máximo aproximadamente 170 nm (Figura 3.19), la cantidad de aluminio en la fase  $\alpha$  es de aproximadamente 6.3 % en peso (Figura 3.26) y el porcentaje de fase  $\alpha$  es de aproximadamente 87% (Figura 3.8), pudiera concluirse parcialmente que el parámetro más importante en el aumento de la microdureza para esta temperatura y microestructura, es el tamaño del precipitado  $\alpha_2$ .

Por el contrario, para la microestructura acicular existe una mayor variación en los resultados obtenidos de dureza con respecto al tiempo (Figura 3.45 b)), esto puede ser debido a que para la microestructura equiaxial, las mediciones de las huellas generadas por el indentador Vickers tenía un rango entre 45.94  $\mu\text{m}$  y 53.8  $\mu\text{m}$ , este tamaño de la huella

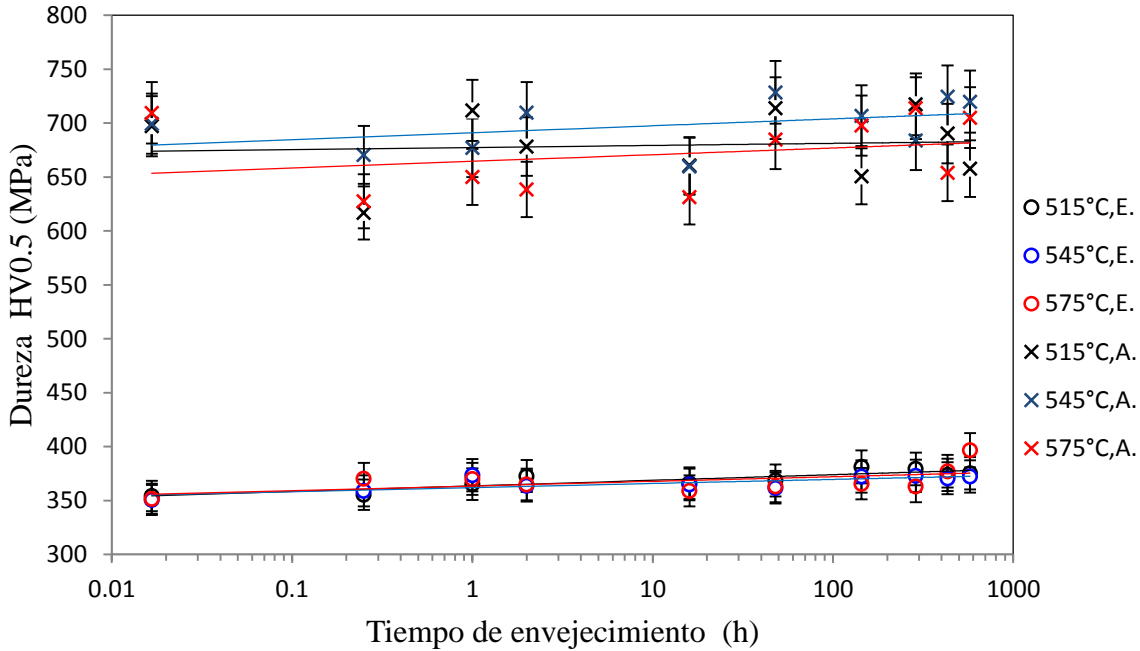
alcanzaba a abarcar una buena cantidad de mezcla de fase  $\alpha$  y fase  $\beta$ , dando así, un buen promedio de la microdureza Vickers a lo largo de todo el material.

En la microestructura acicular las huellas generadas por el indentador tenían un rango entre  $30.7 \mu\text{m}$  y  $43.78 \mu\text{m}$ , la cual debido a la microestructura robusta que presenta el material, este no genera una muestra representativa ya que la indentación puede abarcar un mayor porcentaje de una fase que de otra, además de no abarcar tamaños de grano con sus respectivos límites de grano (Figura 3.46), sin embargo, la dureza del material se encuentra fuertemente ligada a los cambios microestructurales, y como ya se estudia anteriormente, se determinó que existe un gran cambio en los tamaños de grano, límites de grano y espesores de lámina  $\alpha$ .



**Figura 3. 50** Huellas de indentador en las microestructuras envejecidas a  $575^{\circ}\text{C}$  por 288 horas (500 X) a) equiaxial, b) acicular.

Posteriormente se muestran los valores de microdureza Vickers de la microestructura equiaxial y acicular, los cuales muestran un incremento conforme el tiempo de envejecimiento es mayor. También se muestra una distinción entre las dos microestructuras en su rango de microdureza, siendo superior la microestructura acicular que la equiaxial (Figura 3.47).



**Figura 3. 51** Tendencia logarítmica de la microdureza Vickers contra tiempo de envejecimiento para la microestructura equiaxial y acicular a 515, 545 y 575°C.

En la tabla 3.V se muestran los valores de dureza máximos alcanzados para las microestructuras acicular y equiaxial para cada una de las temperaturas de envejecimiento.

**Tabla 3. V** Valores máximos y mínimos obtenidos de las microestructuras equiaxial y acicular para los tratamientos térmicos de envejecimiento.

Estructura	Temperatura	Parámetro	Valor
Equiaxial	Inicial	Dureza inicial	364.880 HV
		Dureza mayor	381.290 HV
	515	Tiempo (h.)	144
		Dureza mayor	372.290 HV
	545	Tiempo (h.)	144
		Dureza mayor	576.390 HV
575	Tiempo (h.)	576	
	Inicial	Dureza inicial	691.000 HV
515		Dureza mayor	761.260 HV
	545	Tiempo (h.)	1
545		Dureza mayor	732.840 HV
	575	Tiempo (h.)	432
575		Dureza mayor	715.050 HV
	575	Tiempo (h.)	288

### 3. 6 Difracción de rayos-X

Para identificar las fases presentes primeramente se obtuvo el difractograma de la aleación Ti-6Al-4V como se recibe de forma comercial, sabiendo que de acuerdo al procesamiento termomecánico únicamente contiene fase  $\alpha+\beta$  estables, se determinaron los picos característicos de difracción de esta aleación tanto para la fase  $\alpha$  como para la  $\beta$ . [42,47].

Para la microestructura acicular se espera que las difracciones de los planos característicos de  $\beta$  desaparezcan debido a que la fase  $\beta$  retenida no puede ser diferenciada de  $\alpha'$  por difracción de rayos-X debido a que los espaciamientos interplanares de las dos estructuras son muy similares [41], pero conforme el tiempo de envejecimiento se aumenta, los picos de  $\beta$  irán apareciendo, y durante el envejecimiento la aparición de picos de  $Ti_3Al$  aparecerán un poco traslapados con los picos de  $\alpha$  debido a su estructura y espaciamiento interplanar similar.

Para la estructura equiaxial el difractograma debe ser muy similar al difractograma del material en estado de adquisición comercial, únicamente habrá una variación mínima debido al porcentaje de fases presentes, tamaño de cristal, estrés debido al templado, etc.[34].

Los resultados de difracción de rayos-X se presentan mediante los difractogramas siguientes, en primer lugar se tiene el difractograma del material en estado de recepción (Figura 3.48) el cual es relativamente igual al difractograma de la microestructura equiaxial (Figura 3.49) sin envejecimiento (inicial), la intensidad de los picos son relativamente más bajas comparada con la microestructura en estado de adquisición comercial, además de existir un ensanchamiento en los picos difractados, este fenómeno es debido a esfuerzos inducidos en el material, por consecuencia de templado, el cual deja sobresaturadas las fases de elementos estabilizadores intersticiales, provocando una distorsión en la red del material.

En la microestructura equiaxial a los 15 minutos de envejecimiento, la intensidad de los picos se incrementa y se reduce la base del pico, en este momento se considera que se ha relevado una gran cantidad de esfuerzo en la matriz  $\alpha$  debido al temple, esto de acuerdo a la Figura 3.50 [5].

Para tiempos mayores de envejecimiento de acuerdo con el análisis de imágenes de microscopía de barrido se determinó la presencia de la precipitación de  $\alpha_2$ , estos precipitados al ser coherentes con la matriz tienen un espaciamiento interplanar muy similar lo que ocasiona un traslape de las reflexiones fundamentales de  $\alpha$ , sin embargo el intermetálico  $Ti_3Al$  tiene por sí solo un parámetro de red menor, lo que ocasiona una deformación en la red en la interfase entre el precipitado  $\alpha_2$  y la matriz  $\alpha$ , también generando un ensanchamiento de los picos de difracción de  $\alpha$  en menor grado, esta distorsión de la red también puede ser relevada por dislocaciones en dicha interfase [43] o disolviendo los precipitados.

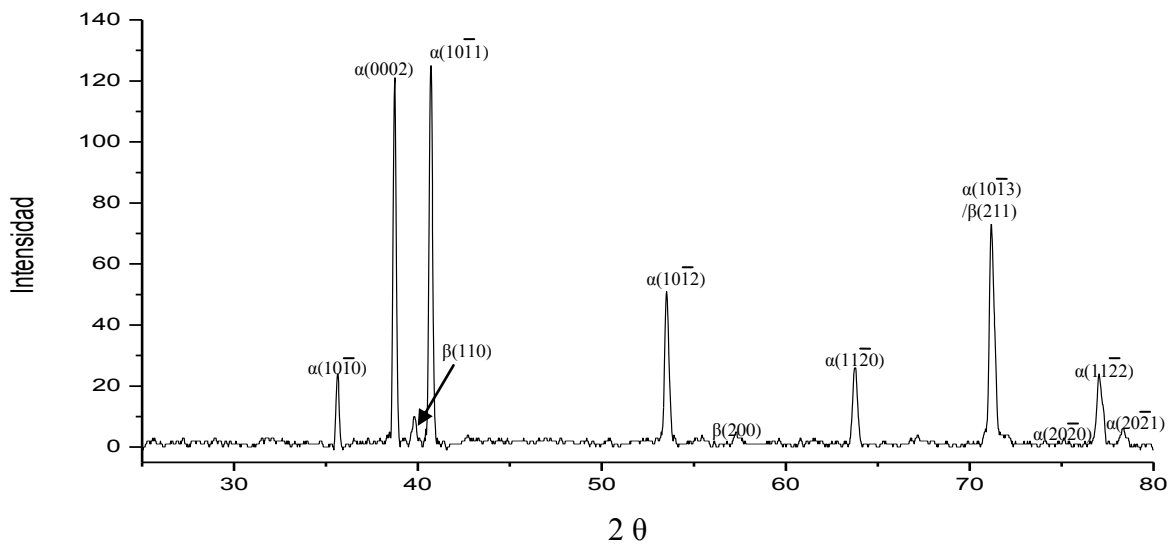
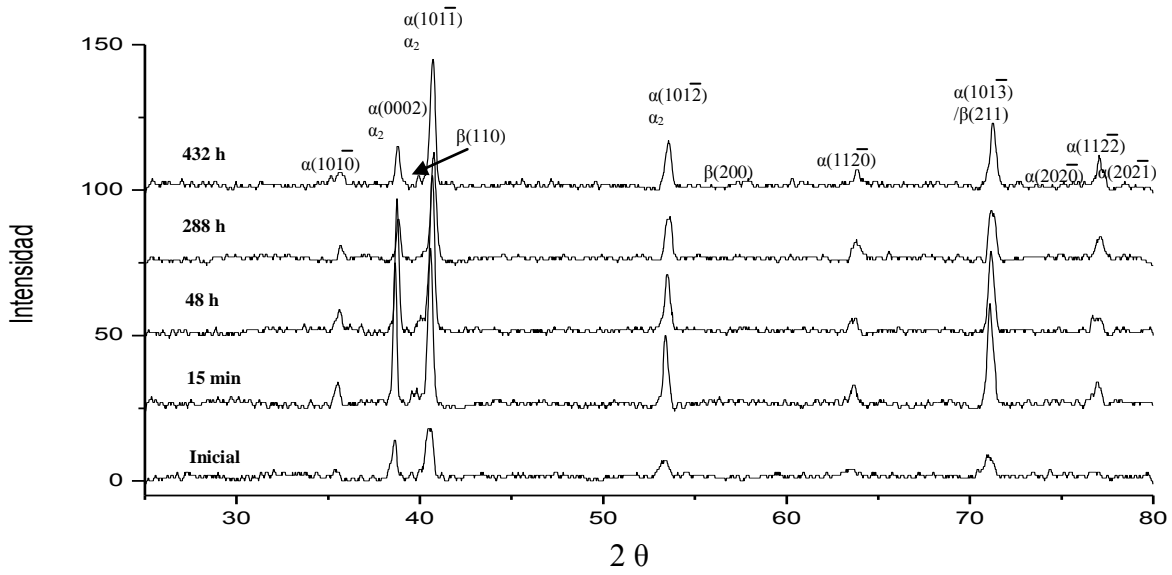
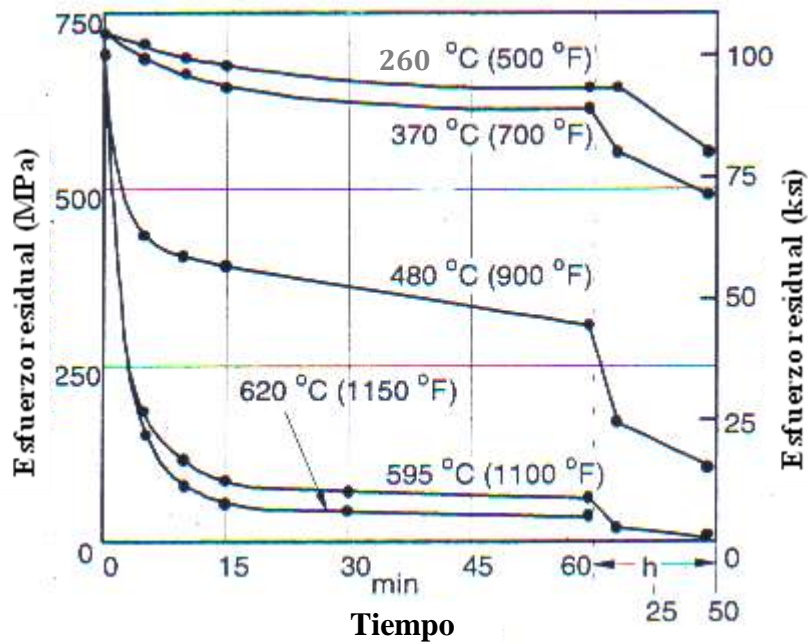


Figura 3. 52 Difractograma de aleación Ti-6Al-4V del material en estado de adquisición comercial.

Los difractogramas en la microestructura acicular (Figura 3.51) muestran en el estado inicial, o sea la microestructura sin envejecer, un ensanchamiento de los picos de difracción así como una reducción en la intensidad, al igual que la microestructura equiaxial al templado, y en este caso desde una temperatura superior, de acuerdo a T. Morita, et. al. [41] La presencia de la fase martensítica  $\alpha'$  desaparece el pico de difracción  $\beta$ , el cual aparecerá de nuevo una vez que la martensita haya transformado. Una clara aparición de picos de difracción en  $\beta$  son evidentes a partir del tiempo de envejecimiento de 48 h.



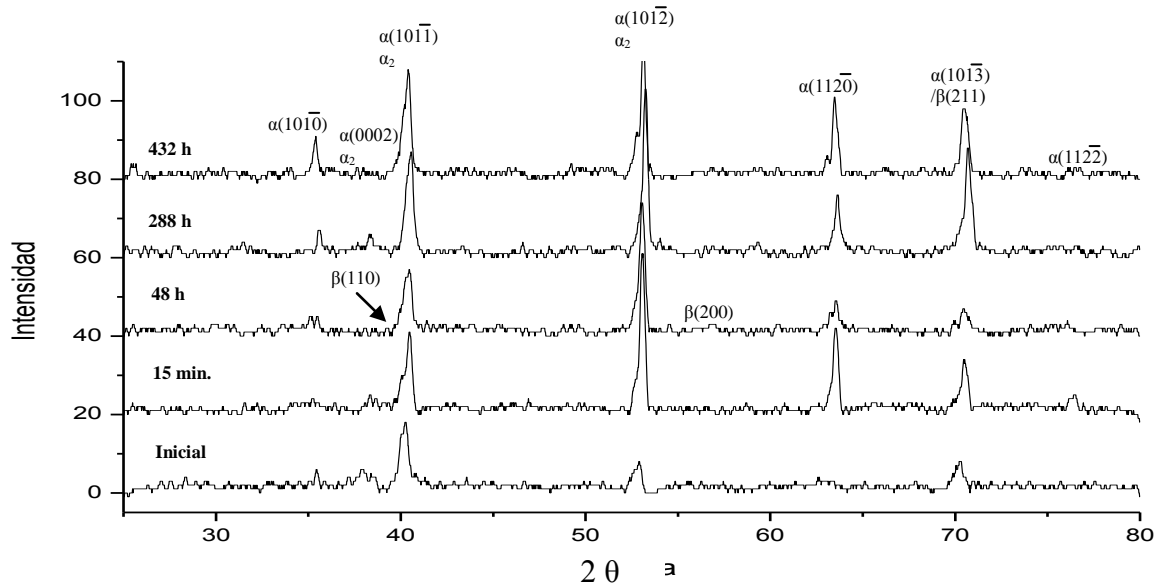
**Figura 3. 53** Difractograma de microestructura equiaxial, envejecida a 545°C, a diferentes tiempos.



**Figura 3. 54** Relevado de esfuerzos residuales en la aleación Ti-6Al-4V contra tiempo. [5]

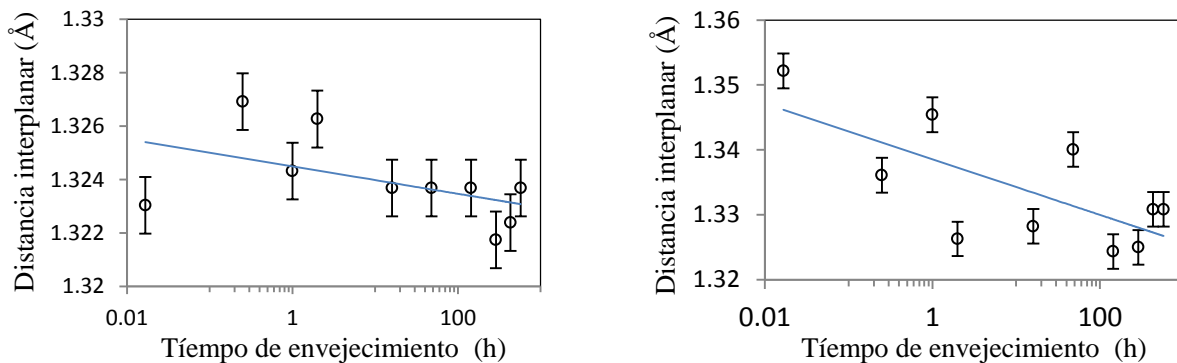
Un estudio más preciso con mayor número de pasos entre grados y una mayor permanencia en las mediciones de difracción arrojaría mejores resultados, sin embargo estos difractogramas pueden dar un panorama de lo que se observa en MEB, al igual que en la

microestructura equiaxial, la presencia de los precipitados  $\alpha_2$  causan ensanchamiento de los picos de difracción  $\alpha$ .



**Figura 3. 55** Difractograma de microestructura acicular, envejecida a 545°C, a diferentes tiempos.

Mediante el análisis de los difractogramas se determinó que el espaciado interplanar (ecuación 2.5) es reducido conforme el tiempo de envejecimiento es mayor, este fenómeno es debido a la presencia de los precipitados de  $\alpha_2$  los cuales tienen parámetros de red menores comparados con los parámetros de red de la fase  $\alpha$  (Figuras 4.52 y 4.53).



**Figura 3. 56** Distancia interplanar (plano prisma  $\{10\bar{1}0\}$ ) de fase alfa con respecto al tiempo de envejecimiento para la temperatura de 545°C a) microestructura equiaxial, b) microestructura acicular.

### 3. 7 Discusión de resultados

Para poder determinar los factores más importantes que modifican el PTE y velocidad ultrasónica con respecto al tratamiento térmico de envejecimiento en la aleación Ti-6Al-4V se consideran todas las variables microestructurales como:

- Morfología microestructural.
- Tamaño de grano.
- Porcentaje de fases presentes.
- Porcentaje de elementos en solución.
- Precipitación de segundas fases.
- Textura cristalográfica.

Para el caso del PTE en la microestructura equiaxial con respecto a la microestructura acicular se obtuvo una clara distinción entre ambas microestructuras teniendo valores más negativos de PTE en la microestructura acicular que la equiaxial, este fenómeno fue mayormente detectado por el método de gradiente lateral, posteriormente el método de punta caliente de oro y en última instancia por el método de punta caliente de cobre.

Las tendencias del PTE en ambas microestructuras son de carácter similar (curvas logarítmicas), otro factor que puede influenciar el PTE es el tamaño de grano, en este caso la microestructura acicular tiene variaciones de tamaños de microestructura que van desde finos a gruesos, pero la microestructura equiaxial permanece sin cambios considerables en los tamaños de grano, lo que significa que el tamaño de grano, espesor de lámina, espesor de frontera o tamaño de subcolonia, para este caso de estudio no tiene efecto en el PTE, esto se deduce del hecho de que la microestructura equiaxial permanece sin cambio en las micrografías ópticas, mientras que la microestructura acicular si varía considerablemente, mientras que el PTE se comporta de igual manera para ambas microestructuras.

Otra variable que se puede despreciar en este estudio es la variación en el porcentaje de las fases primarias presentes, tomando como relación la fase  $\alpha$  la cual varía de forma contraria

para las dos microestructuras, para el caso de la microestructura equiaxial, el contenido de alfa se incrementa para los primeros tiempos de envejecimiento y posteriormente disminuye lentamente, y para el caso de la microestructura acicular, el porcentaje de fase alfa se incrementa por la transformación martensítica durante todo el periodo de envejecimiento, por lo tanto se considera que la variación el porcentaje de fases tampoco es un factor que describe el comportamiento de la variación del PTE.

La textura cristalográfica es otra variable la cual se puede decir que no influye en la variación del PTE en éste estudio, ya que únicamente se presenta ésta textura en la microestructura equiaxial y en la acicular no, pero esta textura no desaparece en ningún momento con el tratamiento térmico de envejecimiento. Por otro lado, el porcentaje de elementos en solución y la precipitación de segundas fases, los cuales son comportamientos correlacionados [53], donde los cambios en la composición de la matriz  $\alpha$  son debidos a la formación de los precipitados de  $\alpha_2$ , muestran una mayor correlación en el comportamiento de los valores medidos, esto debido principalmente al aporte en las bandas de conducción de la fase  $\alpha_2$  precipitada y la distorsión en la red generada por los mismos, mencionado anteriormente por Welsch et. al. [51], estos dos fenómenos incrementan los valores del PTE por la presencia de los precipitados  $\alpha_2$  siendo estos, los responsables principales del comportamiento del PTE.

En el caso de las mediciones de la velocidad ultrasónica se observó de igual manera que en el PTE una distinción microestructural entre los valores de la microestructura equiaxial con respecto a los valores de la microestructura acicular, siendo la velocidad ultrasónica mayor en la microestructura equiaxial y menor para la microestructura acicular, este mismo fenómeno se presentó en las mediciones del PTE, adicional a esta técnica se tiene la medición de la textura en la microestructura equiaxial, misma que podría ser caracterizada mediante PTE como ya ha demostrado Carreón [25].

Otro factor influyente en la velocidad ultrasónica es el cambio en los parámetros microestructurales como ya se ha demostrado por algunos investigadores entre ellos Badidi Bouda et. al. [54] sin embargo dentro de este estudio se determina que para la microestructura equiaxial el tamaño de grano no representa una aportación importante a la velocidad ultrasónica, ya que el tamaño de grano  $\alpha$  en esta microestructura se mantiene

relativamente constante con un promedio de 8  $\mu\text{m}$ . durante todo el tratamiento térmico, mientras que la velocidad ultrasónica se incrementa con respecto al tiempo de envejecimiento. Por otro lado en la microestructura acicular se tiene un comportamiento más complejo en donde los tamaños de colonia, subcolonia, espesor de láminas y espesor de frontera de grano varían constantemente a lo largo del tratamiento térmico, y éste comportamiento se sabe que si tiene una repercusión importante en las propiedades mecánicas del material [44], este tipo de variaciones microestructurales se ha demostrado [54] que tiene efecto en la velocidad ultrasónica, pero tomando en cuenta el comportamiento en la microestructura equiaxial podemos deducir que éste no será un factor predominante para la variación de la velocidad ultrasónica.

Para la aportación del porcentaje de fases a la velocidad ultrasónica se considera de igual manera que en el PTE que ésta no afecta en gran medida a la velocidad ultrasónica ya que la microestructura equiaxial presenta un comportamiento inverso a la microestructura acicular en cuanto al porcentaje de fase  $\alpha$  contenido, y los valores de velocidad ultrasónica en ambas microestructuras presentan la misma tendencia.

El aporte de la textura cristalográfica a la velocidad ultrasónica únicamente se ve influenciada en la dirección de la medición de la misma por el transductor de ondas de corte, pero esta variación entre el modo lento y el modo rápido de la onda permanece constante, aproximadamente del 4%, lo que significa que la tendencia en el cambio de la velocidad ultrasónica no está directamente relacionado con la textura cristalográfica, además de que en la microestructura acicular no se presentó este fenómeno.

Para el caso del porcentaje de elementos en solución y la precipitación de segundas fases como ya se mencionó anteriormente en los resultados del PTE, estos dos factores son los principales mecanismos de variación en la velocidad ultrasónica, debido al incremento en el esfuerzo adicional requerido para mover una dislocación a través de la matriz deformada por la presencia de los precipitados  $\alpha_2$  [51]. Ahora bien, para el caso del incremento de la dureza en el material Badidi Bouda et. al. [52] muestran una relación directamente proporcional entre la velocidad ultrasónica y la dureza desarrollada en un acero XC 38 H2, el cual tiene el mismo mecanismo de endurecimiento que la aleación Ti-6Al-4V estudiada en esta investigación, que es la precipitación de una fase intermetálica debido a un

tratamiento térmico de envejecimiento, únicamente que la correlación no es muy estrecha debido a factores microestructurales mencionados anteriormente como la relación huella del indentador contra la microestructura representativa medida. Así como se observa una relación inversamente proporcional de la dureza con respecto a los valores de PTE.

## CAPITULO 4. Conclusiones

- El diseño del ciclo térmico propuesto para la obtención de la microestructura equiaxial y la microestructura acicular en una aleación Ti-6Al-4V fue exitoso, para la posterior precipitación de partículas  $\alpha_2$  ( $\text{Ti}_3\text{Al}$ ) dentro de la fase  $\alpha$  por medio de tratamientos térmicos de envejecimiento.
- El PTE fue sensitivo a la microestructura acicular y equiaxial cuando se empleo la técnica de gradiente lateral debido al efecto volumétrico del mismo.
- El porcentaje de fase  $\alpha_2$  es proporcional al porcentaje de fase  $\alpha$  en la microestructura.
- Se mostró la sensibilidad de las medidas del PTE utilizando dos técnicas diferentes: gradiente lateral (efecto volumétrico) y punta caliente (efecto sub-superficial) para monitorear la evolución de la precipitación de la fase  $\alpha_2$  dentro de la fase  $\alpha$  durante el tratamiento térmico de envejecimiento. Durante el envejecimiento el PTE absoluto se incrementa, mientras que en el sobre-envejecimiento el PTE disminuye.
- La velocidad ultrasónica longitudinal y transversal fueron sensibles a los cambios microestructurales iniciales (acicular y equiaxial) y a la anisotropía que presenta la aleación Ti-6Al-4V.
- El ultrasonido es sensible al cambio del porcentaje en peso del contenido de aluminio en la fase  $\alpha$ , a menor contenido de aluminio, mayor la velocidad ultrasónica.
- De manera general el potencial termoeléctrico absoluto se incrementa conforme la velocidad ultrasónica y la dureza se ven incrementadas.

## **Sugerencias para trabajo futuro**

1. Medir la dureza desarrollada en cada fase para determinar la contribución de los fenómenos de precipitación y porcentajes de elementos presentes para cada fase a la dureza desarrollada. Hacer microdureza con mayor carga a ambas microestructuras para reducir las grandes variaciones que se obtuvieron en la microestructura acicular.
2. Realizar ensayos destructivos para la determinación de módulo elástico y módulo de corte para comparar los datos con las técnicas no destructivas utilizadas en este estudio.
3. Realizar mediciones de densidad por una técnica que muestre menor error de medición como por ejemplo la técnica del picnómetro de helio, y compararlo con el utilizado en este estudio
4. Realizar mayor número de mediciones de EDS para la determinación semi-cuantitativa de elementos en las fases presentes o utilizar algún otro tipo de técnica, y así comparar la variación de la velocidad ultrasónica con el porcentaje aluminio en la fase  $\alpha$  y reafirmar lo concluido en este estudio.

## **Contribuciones de este trabajo de investigación.**

Este trabajo propuso un método alternativo de caracterización para el monitoreo microestructural de una aleación de Ti-6Al-4V tratada térmicamente por envejecimiento en dos diferentes microestructuras.

## Referencias

- [1] L. Christoph, P. Manfred, *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. (2003).
- [2] R. R. Boyer, R. D. Briggs, *The use of  $\beta$  titanium alloys in the aerospace industry*, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol.14, No.6 December (2005).
- [3] Dong-Geun Lee, Sunghak Lee. *Effect of precipitates on damping capacity and mechanical properties of Ti-6Al-4V*, Journal of Materials Science, vol. 40, No. 15, (2005) 4077-408.
- [4] Dong-geun Lee, Sunghak Lee. *Effects of nano-sized  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ) particles on quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy with bimodal microstructure*, Materials Science, No.40, (2005) 4077-4084.
- [5] R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collins, *Materials Properties Handbook Titanium Alloys*, ASM international, (1994).
- [6] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, I. Weiss, *The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys*. JOM Journal, June (1997) 33-68.
- [7] P. Robert, *Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V*. L. Thesis, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Luleá University of Technology, (2002).
- [8] A. Momeni, S. M. Abbasi, *Effect of working on flow behavior of Ti-6Al-4V alloy in single phase and two phase regions*. Materials and Design. No.31, (2010) 3599-3606.
- [9] C. J. Hellier, *Handbook of Nondestructive Evaluation*. [en línea] disponible en: [http://ecmp.profittech.info/Handbook%20of%20Nondestructive%20Evaluation\\_0070281211.pdf](http://ecmp.profittech.info/Handbook%20of%20Nondestructive%20Evaluation_0070281211.pdf). The McGraw-Hill Companies, Inc. (2003).
- [10] I. J. Polmear, *Light Alloys, Metallurgy of the Light Metals (3<sup>rd</sup> edition)*, Arnold Gear Britain, (1995) 248-314.
- [11] G. Welsh, R. Boyer, E. W. Collins, *Material properties handbook: titanium alloys*. ASM. Ohio, E.E.U.U. (1994).
- [12] D. Peacock, *All at sea with titanium: its role in offshore application*, materials world, No.12, (1996) 696-698.
- [13] Daniel R. R., *Obtención de capas de nitruro de titanio mediante tratamiento termoquímico en titanio y Ti6Al4V y caracterización de sus propiedades para*

*aplicaciones biomédicas*, Tesis de doctorado, Universidad Politécnica de Cataluña. Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica. (2000).

- [14] Supra alloys, titanium grades, [en línea] disponible en: <http://www.supraalloys.com/titanium-grades.php> [consultado 25 de mayo 2012].
- [15] Alcoa, Titanium castings, [en línea], disponible en: [http://www.alcoa.com/howmet/en/about/brochures/pdf/br\\_titanium.pdf](http://www.alcoa.com/howmet/en/about/brochures/pdf/br_titanium.pdf) [consultado 25 de mayo 2012].
- [16] N. I. Kourov, V. G. Pushin, A. V. Korolev, V. A. Kazantsey, E. B. Marchenkova, A. N. Uksusnikov, *Effect of severe plastic deformation on the structure and properties of the Ni<sub>2.16</sub>Mn<sub>0.84</sub>Ga alloy* Vol.103, (2007) 270-277.
- [17] G. Lütjering, *Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ( $\alpha + \beta$ ) titanium alloys*, Materials Science and Engineering, No.243, (1998) 32-45.
- [18] Kathleen S. Dragolich, Nikki D. Dimatteo, *Fatigue Data Book: Light Structural Alloys*, United States of America. ASM International. (1996).
- [19] D. R. Askeland, P.P. Fulay, W.J. Wright, *The Science and Engineering of Materials (6<sup>th</sup> edition)*, Cengage Learning Inc. (2010).
- [20] Rafael M. N., *ASM Handbook, volume 4 Heat Treating*, ASM International, the Materials Information Company, (1997) 2043-2069,
- [21] B. Herrmann, Y. Galbstein, G. Kimmel, A. Landau, *Kinetic study of aging in a uranium-titanium eutectoid alloy using thermoelectric power measurement*, Review of Quantitative Nondestructive Evaluation, Vol 27, (2008) 1093-1100.
- [22] D. K. C. Macdonald, *Thermoelectricity, and Introduction to the Principle*; Dover Publications, Inc. first. Edition (2006).
- [23] D. M. Rowe, *Thermoelectrics Handbook: Macro to Nano*, Taylor & Francis, University of Cardiff, Wales, UK, (2005).
- [24] Heikes, Rober R., Ure, Roland W. *Thermoelectricity: Science and Engineering*, New York, Interscience Publishers, (1961).
- [25] H. Carreon, *Thermoelectric non-destructive texture characterization in Ti-6Al-4V*. Elsevier, NDT&E International Vol.39, (2006) 433-440.
- [26] F. G. Caballero , C. Capdevila, L. F. Alvarez, *Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel*, Scripta Materialia, Elsevier Vol. 50, Issue 7, April, (2004) 1061-1066.

- [27] P. G. H. Pistorius, G. T. Van Rooyen, *Detecting phase transformations in electrically conductive material by means of thermoelectric anomalies*, Materials Science Technology, Vol.2, (1991) 1220-1222.
- [28] Y. D. Park, V. I. Kaydanov, B. Mishra, D. L. Olson, *Analysis of microstructure using thermoelectric diagnostics for non-destructive evaluation of materials*, Review of quantitative Nondestructive Evaluation Vol. 24, (2005) 1308-1315.
- [29] Y. Snir, M. Pinkas, Y. Gelbstein, O. Yeheskel, A. Landau, *Applying TEP measurements to assess the aging stage of maraging 250 steel*, Review of Quantitative Nondestructive Evaluation Vol. 27, (2008) 1148-1153.
- [30] E. L. Cuéllar, M. Morin, E. R. Melo, U. O. Méndez, H. G. Martínez, J. Y. Cortéz, *In situ strained inconel 718 superalloy studied by thermoelectric power technique*, Journal of Alloys and Compounds Vol.467, (2009) 572-577.
- [31] J. P. Ferrer, T. De Cock, C. Capdevila, F. García Caballero, C. Garcia De Andrés, *Comparison of the annealing behavior between cold and warm rolled elc steels by thermoelectric power measurements*, Acta Materials Vol.55, (2007) 2075-2083.
- [32] H. Carreon, S. Barriuso, G. Barrera, J. L. Gonzalez-Carrasco, F. G. Caballero, *Assessment of blasting induced effects on medical 316 LVM stainless steel by contacting an non-contacting thermoelectric power techniques*. Surface & Coatings Technology, Vol. 206, (2012) 2941-2946.
- [33] G.A.L.H., *NKS Ultrasonidos, Rev. 3, 1983. Steel by contacting and non-contacting thermoelectric power techniques*, Surface & Coatings Technology Vol. 206, (2012) 2941-2946.
- [34] B. D. Cullity, *Elements of X-Ray diffraction*, University of Notre Dame, Addison-Wesley publishing company, Inc. Massachusetts, (1956).
- [35] A. Ruiz, N. Ortiz, H. Carreon, A. Sánchez And A. Bedolla, *Analysis of shear wave acoustic velocity in 2205 duplex stainless steel*, Review of Quantitative Nondestructive Evaluation Vol. 27, Ed. By D.O. Thompson, D. E. Chimenti, American Institute Of Physics. (2008).
- [36] Parametrics - NDT Ultrasonic Transducers for Nondestructive Testing, [en línea], disponible en: <http://www.olympus-ims.com/es/pdf-library/157-catId.268435489.html> [consultado 30 de mayo 2012].
- [37] Dong-Geun Lee, Sunghak Lee, Chong Soo Lee, *Quasi-static dynamic deformation behaviour of yi-6al-4v alloy containing fine  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al precipitates*, Materials Science and Engineering, A 366, (2004) 25-37.

- [38] Filip R., Kubiak K., Ziaja W., Sieniaws K. J., *The effect of microstructure on the mechanical properties of two-phase titanium alloys*, Journal Of Materials Processing Technology, V 133, (2003) 84-89.
- [39] Matthew J. Donachie Jr., *Titanium a Technical Guide (1<sup>st</sup> edition)*, ASM International, Metals park, OH 44073, (1988).
- [40] J.I. Qazi, O. N. Senkov, J. Rahim, F. H. Froes, *Kinetics of martensite decomposition in Ti-6Al-4V-xH alloys*, Materials Science and Engineering, A 359, (2003) 137-149.
- [41] T. Morita, K. Hatsuoka, T. Iizuka, K. Kawasaki, *Strengthening of Ti-6Al-4C alloy by short-time duplex heat treatment*, Materials Transactions, Vol. 46, No. 7, (2005) 1681-1686.
- [42] S. L. R da Silva, L. O. Keerber, L. Amaral, C. A. dos Santos, *X-Ray Diffraction measurements of plasma-nitrided Ti-6Al-4V*, Surface and Coatings Technology, 116-119, (1999) 342-346.
- [43] R. G. Baggerly, *X-Ray analysis of Ti<sub>3</sub>Al precipitation in Ti-Al alloys*, Science Center, Rockwell International Thousand Oaks, California, 91360, (1975).
- [44] G. Lütjering, J.C. Williams and A. Gyster, *Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Alloys*, [en línea] disponible en: [http://www.asianscientist.com/books/wp-content/uploads/2013/05/4311\\_chap01.pdf](http://www.asianscientist.com/books/wp-content/uploads/2013/05/4311_chap01.pdf) [consultado el 12 de febrero 2013].
- [45] Y. Snir, M. Pinkas, Y. Gelbstein, O. Yeheskel, A. Landau, *Applying TEP measurements to assess the aging stage of maraging 250 steel*, Review Quantitative Nondestructive Evaluation, Vol. 27, (2008) 1148-1153.
- [46] R. Filip, *Alloying of surface layer of the Ti-6Al-4V titanium alloy through the laser treatment*, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, vol. 15, (2006) 174-180.
- [47] M. Esmaily, S. Nooshin Mortazavi, P. Todehfalah, M. Rashidi, *Microstructural characterization and formation of  $\alpha'$  martensite phase in Ti-6Al-4V alloy butt joints produced by friction stir and gas tungsten arc welding processes*. Materials and Design, Vol. 47, (2012) 142-150.
- [48] R. Rana, S. B. Singh and O. N. Mphanty, *Thermoelectric power studies of copper precipitation in a new interstitial-free steel*, Scripta Materials, Vol. 55, (2006) 1107-1110.
- [49] L.-S. Hsu, C.S. Yeh, C.C. Kuo, B.R. Huang, S. Dhar, *Optical and transport properties of undoped and Al-, Ga- and In- doped ZnO thin films*, Jurnal of

Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 7, No. 6, December, (2005) 3039-3046,

- [50] J. F. Coste, J. M. Levorgne and J. P. Massound, *Development of a portable device for thermoelectrical power measurement- applications to the inspection of duplex stainless steel components*, Review of progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. Vol. 18, (1999) 2095-2102.
- [51] G Welch, G. Lütjering, K. Gazioglu, and W. Bunk, *Deformation characteristics of age hardened Ti-6Al-4V*, Metallurgical Transactions A. Vol. 8A, (1977) 169-177.
- [52] A. Badidi Bouda, A. Benchaala, K.Alem, *Ultrasonic characterization of materials hardness*, Ultrasonics Vol. 38, (2000) 224-227,
- [53] A. N. Begum, V. Rajendran, T. Jayakumar, P. Palanichamy, N. Peiyadharsini, S. Aravindan, B. Raj, *On-line ultrasonic velocity measurements for characterization of microstructural evaluation during thermal aging of  $\beta$ -quenched zircaloy-2*, Materials Characterization Vol. 58, (2007) 563-570.
- [54] A. Badidi Bouda, S. Lebaili, A. Benchaala, *Grain size influence on ultrasonic velocities and attenuation*, NDT&E International Vol. 36, (2003) 1-5.
- [55] C. Hakan Gür, Ibrahim Çam, “ *Comparison of magnetic Barkhausen noise and ultrasonic velocity measurements for microstructure evaluation of SAE 1040 and SAE 4140 steels*”, Materials Characterization Vol. 58, (2007) 447-454.
- [56] JMatPro, Practical Software for Material Properties, New demo for version 7.0, [en línea] disponible: <http://www.sentesoftware.co.uk/new-demo-for-version-70.aspx> [consultado 10 de agosto 2013].
- [57] Aluminium- Titanium- Vanadium ternary diagram (1969 Tsujimoto T.), [en línea] disponible: <http://www1.asminternational.org/asmenterprise/APD/SearchAPD.aspx> [consultado 01 de noviembre 2013].