



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN
EN METALURGIA Y MATERIALES

UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRIA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

“CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y NO DESTRUCTIVA DE UNA
ALEACIÓN Ti-6Al-4V ENVEJECIDA TÉRMICAMENTE”

Tesis que para obtener el Grado de Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

ING. MARTIN RICARDO BARAJAS ALVAREZ

Director de Tesis

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

Morelia, Michoacán febrero del 2019

Of. Núm. IIM-ST-080-2018.

Morelia, Mich., Noviembre 21 del 2018.

C. ING. MARTIN RICARDO BARAJAS ALVAREZ
Presente

Por medio de la presente, esta dirección del Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, tiene a bien informarle que para presentar su examen de grado de Maestría en Metalurgia y Ciencias de los Materiales, con la tesis titulada **“CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL Y NO DESTRUCTIVA DE UNA ALEACION Ti-6Al-4V ENVEJECIDA TERMICAMENTE”**, le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

9700394-8	DR. ALBERTO RUIZ MARINES	(Presidente)
15010073	DRA. NOEMI ORTIZ LARA	(Vocal)
9900237-0	DR. RAMIRO ESCUDERO GARCIA	(Vocal)
9300267-0	DR. IGNACIO MEJIA GRANADOS	(Vocal)
0300379-5	DR. HECTOR G. CARREON GARCIDUEÑAS	(Vocal)
0100048-9	DR. JORGE A. VERDUZCO MARTINEZ	(Suplente)

Agradeciendo de antemano las atenciones que se sirva prestar a la presente, aprovecho para enviarle un cordial saludo.

U. M. S. N. H.

Atentamente



Dr. Alberto Ruíz Marines
Director

Instituto de Investigación
en Metalurgia y Materiales

Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

ARM/yatc

DEDICATORIA

A mis padres Elsa y Martín quienes con su amor, paciencia y esfuerzo me han permitido llegar a cumplir una meta más en mi vida profesional, gracias por inculcar en mí el ejemplo de esfuerzo, dedicación y perseverancia, de no temer las adversidades y enfrentar nuevos retos.

A mi hermano Oscar por su cariño y apoyo incondicional, durante todo este proceso, por estar conmigo en todo momento gracias. A toda mi familia porque con sus consejos y palabras de aliento hicieron de mí una mejor persona.

Finalmente quiero dedicar esta tesis a mi asesor, doctores, amigos y compañeros, por apoyarme cuando lo necesitaba, por extender su mano en momentos difíciles y por sus enseñanzas.

AGRADECIMIENTOS

Me gustaría agradecer en estas líneas la ayuda que muchas personas y colegas me han prestado durante el proceso de investigación y redacción de este trabajo. En primer lugar, quisiera agradecer a mis padres Elsa y Martín que me han ayudado, apoyado, brindado su amor incondicional, dedicación y soportado mi carácter no solo en este proceso, sino durante toda mi vida ya que han sido mis guías en este camino. Gracias a ellos por cada día confiar y creer en mí y en mis expectativas, gracias a mi madre por estar dispuesta a acompañarme cada situación complicada, agotadoras noches en las que su compañía y la llegada de sus cafés era para mí como agua en el desierto, por cada consejo y por cada una de sus palabras que me guiaron durante mi vida. Gracias a mi padre por siempre desear y anhelar siempre lo mejor para mi vida. A mi hermano Oscar por su cariño y apoyo incondicional, por estar conmigo en todo momento gracias. A toda mi familia que de manera indirecta siempre han estado para apoyarme.

Quiero agradecer a mi asesor, doctor Alberto, por cada detalle y momento dedicado para aclarar cualquier tipo de duda que me surgiera, sobre todo por su paciencia y apoyo durante el desarrollo de este trabajo de investigación.

Una de las principales características de la vida es que la podemos compartir y disfrutar con quienes amamos, podemos ayudar y guiar a muchas personas si ellas lo permiten, pero también podemos ser ayudados y guiados durante nuestra vida; por esto mismo, mediante estos agradecimientos de tesis, quiero exaltar la labor de todos mis amigos, todos aquellos que estuvieron presentes durante toda o la mayor parte de este proceso, gracias a aquellos que con respeto y decencia realizaron aportes no solo científicos o académicos, sino grandes enseñanzas que me han ayudado a crecer de manera personal.

Agradeciendo a todos los que estuvieron conmigo día tras día, laborando, aprendiendo, divirtiéndonos y conviviendo; formando no solo un buen grupo de trabajo sino grandes amistades que hicieron y han hecho una estadía placentera durante esta etapa. Gracias a Yareth, Anilú, Gaby, Heriberto, Fernando y Kevin por sus enseñanzas y consejos, así como todos los buenos momentos llenos de risas, burlas, carcajadas, enojos, preocupaciones, de todo. Ya que, cada situación nos ayudó a ir forjando una bonita amistad la cual valoro demasiado.

Poco a poco más personas especiales fueron agregándose al grupo de trabajo y amistad, las cuales tardaron tiempo en agregarse, como fue el caso de Montse, Gildardo, Luis Enrique (Kike), Maleny,

Saúl, Lalo, Carlos, Fer, Toño, Sayil, Karla. Con el paso del tiempo, fui conociendo más personitas que sin esperarlas se volvieron especiales durante la mitad de la maestría, como Vania, Mary, Alma y Nacho, quienes a pesar de tener poco tiempo conviviendo me han enseñado diferentes perspectivas y formas de ver la vida y atacar ciertos problemas, además de pasar buenos momentos chistosos y divertidos. Sin olvidarme de Luis, Leoncio, Paco y Cynthia a quienes he conocido poco tiempo, pero estos últimos días de convivencia han hecho que pasará buenos momentos.

Además de las amistades dentro del instituto que me apoyaron, se encuentran también personas especiales que formaron parte de este desarrollo, quienes conocí durante diferentes actividades extracurriculares formando parte de momentos divertidos fuera de temáticas escolares, gracias a Jessy, Andrea y Yaz; amistades que siempre estuvieron conmigo haciéndome pasar grandiosos momentos fuera de la rutina diaria. Cabe mencionar también, a mis amigos que de manera indirecta han estado conmigo en las buenas o en las malas desde hace algunos años y que durante esta etapa han sido participes de una u otra manera, gracias a Said, Jonathan (chaque), Eduardo (chest), Ociel, Noé, Juan Pablo, Victor (Ody), Made, Martha y Edith, a quienes considero parte de mi familia por el gran cariño que les tengo.

El desarrollo de esta tesis no lo puedo catalogar como algo fácil, pero lo que sí puedo hacer, es afirmar que durante todo este tiempo pude disfrutar de cada momento, proceso, y proyectos que se realizaron dentro de esta, lo disfruté mucho, gracias a que mis amigos siempre estuvieron ahí, a la vida misma que me demostró que de las cosas y actos que yo realicé, serán los mismos que harán conmigo. Siembra una buena y sincera amistad, y muy probablemente el tiempo te permitirá disfrutar de una agradable cosecha.

Gracias a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, al Instituto de Investigación en Metalurgia y Materiales y a CONACYT-México, por sustentar mis estudios y haberme permitido formarme dentro de ellas, gracias a todas las personas que fueron participes de este proceso, ya sea de manera directa o indirecta, gracias a todos ustedes, fueron ustedes los responsables de realizar su pequeño aporte, que el día de hoy se vería reflejado en la culminación de mi paso por esta etapa de posgrado.

ÍNDICE GENERAL

Oficio de asignación de sinodales.....	ii
Dedicatoria.....	iii
Agradecimientos.....	iv
Índice general.....	vi
Índice de tablas.....	ix
Índice de figuras.....	x
Resumen.....	xiv
Abstract.....	xv
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Objetivo general.....	3
1.2. Objetivos específicos.....	3
1.3. Justificación.....	4
1.4. Hipótesis.....	5
CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	6
2.1. Titanio.....	6
2.2. Clasificación de aleaciones de titanio.....	6
2.2.1. Aleaciones alfa (α).....	7
2.2.2. Aleaciones dual ($\alpha+\beta$).....	7
2.2.3. Aleaciones (β).....	7
2.3. Elementos estabilizadores de fase.....	8
2.4. Textura en aleaciones de titanio.....	9
2.5. Aleación Ti-6Al-4V.....	10
2.6. Microestructura de la aleación Ti-6Al-4V.....	11
2.6.1. Estructura laminar.....	11
2.6.2. Estructura equiaxial.....	12
2.6.3. Estructura bifásica.....	13
2.7. Tratamiento térmico para la aleación Ti-6Al-4V.....	14
2.7.1. Tratamiento térmico de envejecido.....	15
2.8. Ensayos no destructivos.....	16
2.8.1. Termoelectricidad.....	16
2.8.1.1. Técnica de potencial termoeléctrico.....	17

2.8.2.	<i>Ultrasonido</i>	18
2.8.2.1.	<i>Velocidad ultrasónica</i>	19
2.8.2.2.	<i>Atenuación ultrasónica</i>	22
2.8.2.3.	<i>Medición de atenuación</i>	23
2.8.3.	<i>Caída de potencial de corriente alterna (CPCA)</i>	24
2.9.	Estado del arte.....	26
CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....		34
3.1.	Material y composición química.....	34
3.2.	Obtención de microestructuras	34
3.2.1.	<i>Microestructura bifásica</i>	35
3.2.2.	<i>Microestructura equiaxial</i>	35
3.3.	Tratamiento térmico de envejecido.....	36
3.4.	Caracterización no destructiva.....	37
3.4.1.	<i>Medición del potencial termoeléctrico (PTE)</i>	37
3.4.1.1.	<i>Calibración del equipo</i>	38
3.4.2.	<i>Medición ultrasónica</i>	39
3.4.2.1.	<i>Atenuación</i>	40
3.4.2.2.	<i>Velocidad de onda</i>	41
3.4.3.	<i>Medición de caída de potencial de corriente alterna (CPCA)</i>	42
3.5.	Caracterización destructiva.....	42
3.5.1.	<i>Microdureza Vickers (HV)</i>	42
3.5.2.	<i>Ensayo de tensión</i>	42
3.6.	Caracterización microestructural	43
3.6.1.	<i>Microscopía óptica (MO)</i>	43
3.6.2.	<i>Microscopía electrónica de barrido (MEB)</i>	43
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....		44
4.1.	Microscopía óptica (MO).....	44
4.1.1.	<i>Condición de llegada (AR)</i>	44
4.1.2.	<i>Bifásica</i>	45
4.1.3.	<i>Equiaxial</i>	49
4.2.	Microscopía electrónica de barrido (MEB)	51

4.2.1.	<i>Bifásica</i>	51
4.2.2.	<i>Equiaxial</i>	56
4.3.	Ensayos no destructivos.....	59
4.3.1.	<i>Mediciones de potencial termoeléctrico</i>	59
4.3.1.1.	<i>Bifásica</i>	59
4.3.1.2.	<i>Equiaxial</i>	61
4.3.2.	<i>Mediciones ultrasonicas</i>	63
4.3.2.1.	<i>Medición de atenuación</i>	63
4.3.2.2.	<i>Medición de velocidad</i>	64
4.3.3.	<i>Mediciones de caída de potencial de corriente alterna (CPCA)</i>	66
4.3.3.1.	<i>Bifásica</i>	66
4.3.3.2.	<i>Equiaxial</i>	68
4.4.	Ensayos destructivos.....	69
4.4.1.	<i>Medición de microdureza Vickers (HV)</i>	69
4.4.1.1.	<i>Bifásica</i>	69
4.4.1.2.	<i>Equiaxial</i>	72
4.4.2.	<i>Ensayo de tensión</i>	73
4.4.2.1.	<i>Bifásica</i>	73
4.4.2.2.	<i>Equiaxial</i>	75
4.4.2.3.	<i>Fractografía</i>	76
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES		79
Trabajo futuro		81
Referencias bibliográficas.....		82

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Propiedades mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V [3].....	10
Tabla 2.2 Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V [1].....	14
Tabla 2.3 Temperatura y tiempo de tratamiento térmico de endurecimiento por envejecido [24].....	15
Tabla 2.4 Resultados de ensayos de tensión de las microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V [13].....	29
Tabla 3.1 Composición química de la aleación Ti-6Al-4V (% en peso), certificada por “VSMPO-AVISMA Corporation”.....	34
Tabla 3.2 Potencial termoeléctrico conocido de materiales.....	38
Tabla 3.3 Mediciones de potencial termoeléctrico para calibración.....	39
Tabla 4.1 Porcentaje de fracción volumétrica de la microestructura bifásica sin envejecer y envejecida.....	47
Tabla 4.2 Porcentaje de fracción volumétrica y tamaño de grano promedio de la microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida.....	51
Tabla 4.3 Porcentaje de fracción volumétrica de α_2 en la microestructura bifásica envejecida.....	52
Tabla 4.4 Concentración de elementos (% atómico) presentes en muestras sin envejecer y envejecidas de acuerdo análisis químico.....	57
Tabla 4.5 Porcentaje de fracción volumétrica de la precipitación α_2 en la microestructura equiaxial a diferentes tiempos.....	58
Tabla 4.6 Propiedades mecánicas de microestructura bifásica y equiaxial sin envejecer medidas a partir de ultrasonido.....	65

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Estructura cristalina del titanio. a) Hexagonal compacta (hcp), b) Cúbica centrada en el cuerpo (bcc) [3].....	6
Figura 2.2 Influencia de los elementos de aleación en los diagramas de fase titanio [3].....	9
Figura 2.3 Textura basal y transversal de aleaciones de titanio [3].....	9
Figura 2.4 Diagrama de transformación de fase ternaria Ti-6Al-V [3].....	11
Figura 2.5 Estructura Widmanstätten en Ti-6Al-4V [6].....	12
Figura 2.6 Estructuras equiaxiales de la aleación Ti-6Al-4V. (a) Enfriamiento lento. (b) Temperatura baja de recocido [20].....	13
Figura 2.7 Estructura bifásica de la aleación Ti-6Al-4V [6].....	13
Figura 2.8 Diagrama que muestra en forma esquemática la medición de potencial termoeléctrico (PTE), técnica de punta caliente [31].....	18
Figura 2.9 Barra delgada (a) desplazamiento u y con coordenadas x de una sección, y (b) esfuerzo actuante en un elemento diferencia de barra.....	19
Figura 2.10 Esquema de zapata para medición de caída potencial de cuatro puntos. La corriente alterna se aplica a través de un par de puntos. La caída de potencial se mide con el par de puntas restantes.....	25
Figura 2.11 Micrografías de microestructuras (a) Widmanstätten, (b) equiaxial y (c) bifásica [6].....	26
Figura 2.12 Micrografías de microestructuras (a) Widmanstätten, (b) equiaxial y (c) bifásica, mostrando partículas finas de α_2 (Ti_3Al) distribuidas homogéneamente en la fase α [6].....	27
Figura 2.13 Variación de la dureza Vickers en función del tiempo de envejecido [13].....	28
Figura 2.14 Incremento del potencial termoeléctrico debido a un envejecido de 500°C y 550°C, recuadro: envejecido de 500°C a tiempos más largos [37].....	29
Figura 2.15 Efecto del tiempo de envejecido en microdureza Vickers y PTE a una temperatura de envejecido de 450°C. Las flechas indican cambio de pendiente [38].....	30
Figura 2.16 Atenuación ultrasónica vs. frecuencia, en muestras de Ti-6Al-4V con microestructuras (a) Widmanstätten y (b) equiaxial envejecidas y sin envejecer [39].....	31

Figura 2.17 Microestructuras correspondientes a) muestra A, b) muestra B y c) muestra C, obtenidas en microscopio óptico [10].....	32
Figura 2.18 Curvas esfuerzo-deformación de las muestras A, B y C [10].....	33
Figura 3.1 Diagrama esquemático de la muestra usada en ensayos no destructivos, cotas en mm.....	34
Figura 3.2 Diagrama esquemático del tratamiento térmico para obtener una microestructura bifásica.....	35
Figura 3.3 Diagrama esquemático del tratamiento térmico para obtener una microestructura equiaxial.....	36
Figura 3.4 Diagrama esquemático del tratamiento térmico de envejecido a diferentes tiempos.....	37
Figura 3.5 Diagrama de potencial termoeléctrico (TEP), técnica de punta caliente.....	38
Figura 3.6 Gráfico de calibración de la punta oro-cobre.....	39
Figura 3.7 Representación esquemática de la técnica de inmersión pulso/eco [33].....	40
Figura 3.8 Representación esquemática de la técnica de contacto.....	41
Figura 3.9 Dimensiones de probeta de tensión bajo la norma ASTM E8/E8M - 13ª [40].....	42
Figura 4.1 Micrografía de la aleación Ti-6Al-4V en condición de llegada (AR), 1000x.....	44
Figura 4.2 Micrografía de la microestructura bifásica sin tratamiento térmico de envejecido, 1000x.....	45
Figura 4.3 Micrografías de la microestructura bifásica envejecida: a) 0.5 h, b) 1 h, c) 10 h y d) 50 h, 1000x.....	46
Figura 4.4 Micrografías de la microestructura bifásica envejecida: a) 100 h, b) 200 h, c) 480 h y d) 720 h, 1000x.....	48
Figura 4.5 Tamaño de grano promedio de las fases α y martensita templada α/β	48
Figura 4.6 Micrografía de la microestructura equiaxial sin tratamiento térmico de envejecido, 1000x.....	49
Figura 4.7 Micrografías de la microestructura equiaxial envejecidas durante a) 100 h y b) 200 h, 1000x.....	50
Figura 4.8 Imagen de MEB de la microestructura bifásica sin tratamiento térmico de envejecido.....	51

Figura 4.9 Imágenes de MEB de la microestructura bifásica envejecida a tiempos de a) 10 h, b) 50 h, c) 100 h, d) 200 h, e) 480 h y f) 720 h, mostrando la precipitación α_2	54
Figura 4.10 Diagrama de fase ternario de la aleación Ti-6Al-4V sección isotérmica de 900°C, punto negro sólido Ti-6Al-4V [43].....	55
Figura 4.11 Diagrama de enfriamiento continuo de la aleación Ti-6Al-4V [43].....	55
Figura 4.12 Diagrama binario de la fase Ti-Al [43].....	56
Figura 4.13 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial sin tratamiento térmico.....	57
Figura 4.14 Imágenes de MEB de una microestructura equiaxial envejecida a a) 100 h y b) 200 h, mostrando la presencia de la precipitación α_2	58
Figura 4.15 Comportamiento del PTE con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.....	59
Figura 4.16 Imágenes de MEB de envejecido a 545 ° C para diferentes tiempos que muestran partículas α_2 muy finas distribuidas homogéneamente en la matriz α : Región I: a) Sin envejecer, b) 50 h. Región III: c) 200 h. Región IV: d) 720 h.....	61
Figura 4.17 Comportamiento del PTE con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.....	62
Figura 4.18 Imágenes de MEB de una microestructura equiaxial envejecida: a) 100 h y b) 200 h.....	62
Figura 4.19 Coeficiente de atenuación a diferentes frecuencias, en una microestructura bifásica sin envejecer y envejecida.....	64
Figura 4.20 Comportamiento de la velocidad ultrasónica de onda con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.....	65
Figura 4.21 Comportamiento de la conductividad eléctrica con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.....	66
Figura 4.22 Imágenes de MEB de envejecido a 545 ° C para diferentes tiempos que muestran partículas α_2 en la matriz α : Región I: a) Sin envejecer, b) 10 h. Región III: c) 200 h. Región IV: d) 720 h.....	67
Figura 4.23 Comportamiento de la conductividad eléctrica con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.....	68
Figura 4.24 Microestructura equiaxial envejecida: a) 100 h y b) 200 h.....	69

Figura 4.25 Comportamiento de la microdureza Vickers con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.....	70
Figura 4.26 Micrografías correspondientes a la región I: a) sin envejecer y b) 1 h.....	70
Figura 4.27 Microestructura bifásica envejecida a 545°C mostrando partículas α distribuidas homogéneamente en la matriz α : Región II a) 50 h, Región III b) 200 h, Región IV c) 720 h.....	71
Figura 4.28 Comportamiento de la microdureza Vickers con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.....	72
Figura 4.29 Imágenes de MEB de envejecido a 545 ° C de una microestructura equiaxial: a) Sin envejecer, b) 100 h. y c) 200 h.....	73
Figura 4.30 Curva esfuerzo-deformación para condición de recibido, microestructura bifásica sin envejecer y envejecida.....	74
Figura 4.31 Comportamiento del esfuerzo máximo de una microestructura bifásica al aumentar el tiempo de envejecido.....	74
Figura 4.32 Elongación de una microestructura bifásica al aumentar el tiempo de envejecido.....	75
Figura 4.33 Curva esfuerzo-deformación de una microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida.....	76
Figura 4.34 Superficie de fracturas del material a) en condición de llegada (AR), b) microestructura bifásica y c) microestructura equiaxial.....	77
Figura 4.35 Superficie de fractura de la microestructura bifásica envejecida a) 100 h y b) 200 h.....	78
Figura 4.36 Superficie de fractura de la microestructura equiaxial envejecida a) 100 h y b) 200 h.....	78

RESUMEN

Las aleaciones de titanio tienen una amplia aplicación en las industrias de ingeniería, biomédica y aeronáutica debido a sus propiedades intrínsecas como alta relación resistencia/peso, resistencia a la corrosión y biocompatibilidad. La aleación Ti-6Al-4V se compone principalmente de dos fases alfa (α) y beta (β), dependiendo de la secuencia del tratamiento térmico se pueden obtener tres tipos de microestructuras diferentes, es decir, Widmanstätten, equiaxial y bifásica.

El presente trabajo de investigación se centró en el estudio de los efectos de la precipitación α_2 (Ti_3Al) sobre las propiedades electromagnéticas, termoeléctricas y mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V, para esto, se obtuvo una microestructura bifásica mediante un proceso de tratamiento térmico. Después de esto, finas partículas α_2 (Ti_3Al) se precipitaron gradualmente envejeciendo las muestras a una temperatura de 545°C durante tiempos de 0.5, 1, 10, 50, 100, 200, 480 y 720 h en diferentes muestras. El potencial termoeléctrico muestra una reducción gradual a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento de 0.5 a 200 h. Después de 200 h, comienza a disminuir rápidamente. Se realizaron pruebas de microdureza Vickers y tensión en muestras sin envejecer y envejecidas. La prueba de tensión muestra una disminución en las propiedades mecánicas a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento debido a la precipitación de partículas de tamaño nanométrico α_2 (Ti_3Al).

Palabras clave: Potencial termoeléctrico, ultrasonido, tensión, precipitación, microdureza.

ABSTRACT

Titanium base alloys have broad application in biomedical, aeronautics and engineering industries due to their intrinsic properties, such as high strength-to-weight ratio, corrosion resistance and biocompatibility. The Ti-6Al-4V alloy presents two phases alpha (α) and beta (β), and depending on the heat treatment sequence, three distinctive and different types of microstructures can be produced i.e. Widmanstatten, equiaxed, and bimodal.

The present research was focused on the study of the effects of the α_2 (Ti_3Al) particles precipitates on the electromagnetic, thermoelectric and mechanical properties of a Ti-6Al-4V alloy, for this, bimodal microstructure was obtained by heat treatment process. After this, fine α_2 (Ti_3Al) particles were gradually precipitated by heating the samples at a temperature of 545 °C for 0.5, 1, 10, 50, 100, 200, 480 y 720 h in different samples. Thermoelectric power shows a gradual reduction as holding time increases from 0.5 h to 200 h. After 200 h the thermoelectric power starts to rapidly decrease for aging times of 480 h and 720 h respectively. Vickers microhardness and uni-axial tension test were performed on unaged and over aged samples, respectively. Tension test results show a decrease in the mechanical properties as aging time increases due to the precipitation of nanometer size α_2 (Ti_3Al) particles.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

El titanio y sus aleaciones, tuvieron auge a finales de la segunda guerra mundial. Demostrando a través del tiempo, ser aleaciones empleadas para una amplia gama de aplicaciones que abarcan las industrias: aeroespacial, química y biomédica [1-4]. Estas aleaciones se empezaron a desarrollar y estudiar debido a que cuentan con dos propiedades principales: alta relación resistencia/peso y resistencia a la corrosión [4, 5].

El titanio es un metal alotrópico, presenta una estructura cristalina hexagonal compacta (hcp) α a temperatura ambiente y una estructura cristalina cubica centrada en el cuerpo (bcc) β a temperaturas superiores a 885°C. Dependiendo de la composición química, las aleaciones de titanio son clasificadas en tres categorías: α , $\alpha + \beta$ y β . Predominando el uso de las aleaciones $\alpha + \beta$ debido a la mezcla de ambas fases, obteniendo propiedades mecánicas deseadas al ser sensibles a cambios microestructurales mediante tratamientos térmicos [2, 3, 6].

Desarrollada durante los años cincuenta en los Estados Unidos en el Instituto Tecnológico de Illinois. La aleación del tipo $\alpha + \beta$ más empleada es la Ti-6Al-4V, con 6% de aluminio y 4% de vanadio, estabilizadores de la fase α y β . [7, 8]. Es una aleación sensible a variaciones microestructurales, por esta razón, dependiendo de las condiciones del tratamiento térmico y velocidad de enfriamiento las microestructuras que se pueden obtener se dividen en diversos tipos, llamadas, laminar, equiaxial y bifásica. Los principales parámetros microestructurales que modifican las propiedades mecánicas son la fracción volumétrica de las fases α y β , morfología, arreglo cristalográfico, tamaño de grano de β , tamaño de colonias, espesor del límite de grano de la fase α y martensita templada [3, 9-12]. Además de las fases α y β , que son la prioridad de la aleación de titanio, se precipitan partículas intermetálicas α_2 (Ti₃Al) y γ (TiAl). Las partículas α_2 son de tamaño nanométrico y se ha reportado que presentan una relación coherente en la fase α durante el envejecimiento. El rango de temperatura para precipitar las partículas intermetálicas α_2 va de los 500°C a 600°C para la aleación Ti-6Al-4V [3, 6, 9, 13].

En el presente trabajo, se emplearon técnicas no destructivas, destructivas y metalográficas para detectar las partículas intermetálicas α_2 en una microestructura bifásica de la aleación Ti-6Al-4V. Primeramente, se obtuvo la microestructura bifásica mediante tratamientos térmicos y posteriormente se envejeció a 545°C a tiempos de: 0.5, 1, 10, 50, 100, 200, 480 y 720 h. Se realizaron técnicas no destructivas de potencial termoeléctrico (PTE), mediciones ultrasónicas de

velocidad de onda, atenuación y caída de potencial de corriente alterna (CPCA) para detectar cambios debido a la precipitación de partículas α_2 . Las cuales se complementaron mediante caracterización microestructural empleando microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) para observar cambios microestructurales y la precipitación de α_2 . Por último, se realizaron ensayos destructivos como microdureza Vickers (HV) y ensayo de tensión. Obteniendo una correlación entre las técnicas no destructivas, la microestructura y el comportamiento mecánico para llevar a cabo la caracterización de la precipitación de α_2 .

1.1. Objetivo general

Caracterización microestructural de una aleación Ti-6Al-4V empleando técnicas ultrasónicas, electromagnéticas y destructivas, para detectar la precipitación de partículas intermetálicas α_2 en una microestructura bifásica.

1.2. Objetivos específicos

- Obtener la microestructura bifásica mediante tratamientos térmicos.
- Obtener la microestructura equiaxial mediante tratamientos térmicos.
- Precipitar las partículas intermetálicas α_2 dentro de la fase α mediante un tratamiento térmico de envejecido a 545°C.
- Observar mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) la precipitación de las partículas intermetálicas α_2 .
- Detectar la precipitación α_2 empleando las técnicas no destructivas: potencial termoeléctrico (PTE), caída de potencial de corriente alterna (CPCA), mediciones ultrasónicas de velocidad de onda y atenuación de onda.

1.3. Justificación

La aleación Ti-6Al-4V, es empleada en diversas áreas de ingeniería y para aplicaciones médicas, por lo que los componentes fabricados de ella son sometidos a esfuerzos ya sea a temperatura ambiente o altas temperaturas. En años recientes se ha reportado que dependiendo del uso la precipitación de partículas intermetálicas del tipo α_2 puede ser benéfica o dañina, por lo que la detección de este tipo de precipitados es de mucha importancia. Por lo que, en la industria, es de gran importancia de monitorear la evolución de estas precipitaciones en función del tiempo y esto es hecho usualmente mediante técnicas de microscopía electrónica de barrido difícil de aplicar en campo y que necesariamente es necesario destruir el componente

Las técnicas no destructivas son una alternativa de uso por su capacidad para detectar variaciones microestructurales asociadas a efectos térmicos tales como precipitación de segundas fases y carburos; el potencial termoeléctrico y caída de potencial de corriente alterna han demostrado sensibilidad a estos cambios (impacto científico) y además permiten su uso en campo, la cual sería de gran valor ya que proveería información sobre el estado microestructural en función del cambio de propiedades intrínsecas (impacto tecnológico).

1.4.Hipótesis

a) Argumentos

La aleación Ti-6Al-4V es sensible a cambios microestructurales los cuales, dependiendo del uso, impactan a favor o en contra en las propiedades mecánicas. Cuando esta aleación es envejecida en un rango de temperaturas de 500 a 600 °C tienden a precipitar partículas intermetálicas conocidas como α_2 , lo cual provoca modificaciones a nivel microestructural que afectan las propiedades intrínsecas de la aleación, tales como; dureza, resistencia mecánica, ductilidad y físicas como conductividad eléctrica y coeficiente de Seebeck.

b) Proposición

Debido a los cambios en las propiedades físicas, los ensayos no destructivos, gracias a su sensibilidad, pueden ser usados para determinar las transformaciones microestructurales, el potencial termoeléctrico y la conductividad eléctrica pudieran detectar cambios microestructurales producto de la presencia de partículas α_2 en la aleación Ti-6Al-4V al ser envejecida térmicamente.

CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1. Titanio

En 1791, el titanio fue descubierto por el británico William Gregor, y no fue hasta el año de 1932 donde Wilhelm Justin Kroll, reconocido como el padre de la industria del titanio, logró producir titanio puro, reduciendo tetracloruro de titanio (TiCl_4). Después de la segunda guerra mundial las aleaciones base titanio fueron consideradas clave para los motores de aeronaves [1, 3].

El titanio y sus aleaciones cristalizan en diferentes estructuras debido a que es un elemento alotrópico; a bajas temperaturas presenta una estructura hexagonal compacta (hcp) llamada titanio α , mientras que a altas temperaturas (menores a 885°C) la estructura estable es cubica centrada en el cuerpo (bcc) llamada titanio β , ambas estructuras se observan en la Figura 2.1 [3].

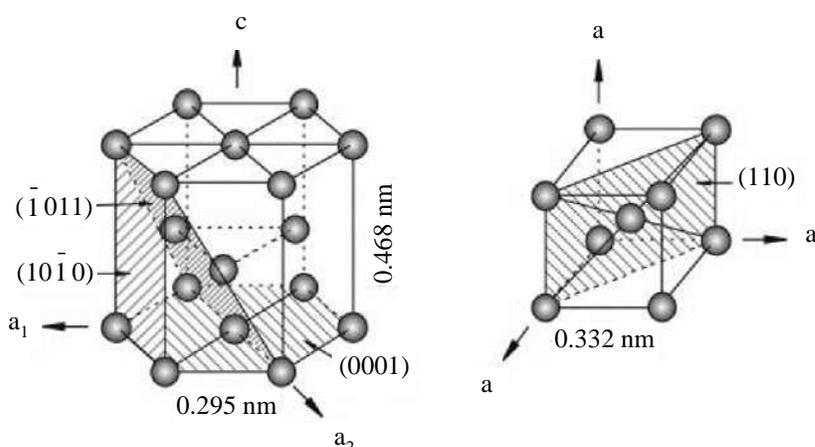


Figura 2.1 Estructura cristalina del titanio. a) Hexagonal compacta (hcp), b) Cúbica centrada en el cuerpo (bcc) [3].

El titanio y sus aleaciones tienen dos características: alta relación resistencia/peso y buena resistencia a la corrosión; esto explica la preferencia por el uso de estas aleaciones de este material por el sector aeroespacial, industria química, ingeniería médica, entre otros [3, 7].

2.2. Clasificación de aleaciones de titanio

Dependiendo de su composición química, las aleaciones de titanio son clasificadas en tres categorías: α , $\alpha + \beta$ y β [3, 14]. Predominando el empleo de las aleaciones $\alpha + \beta$ en las industrias aeroespaciales, químicas, alimenticias y área biomédica [15, 16].

2.2.1. Aleaciones alfa (α)

Contienen elementos estabilizadores de la estructura cristalina α (hcp) como el aluminio principalmente. Generalmente, las aleaciones α son preferidas por su resistencia a temperaturas elevadas (500 a 550 °C) y esfuerzos de fluencia, además de caracterizarse por buena tenacidad y soldabilidad. Se utilizan en condiciones de recocido o recristalizado para eliminar los esfuerzos residuales [1, 12]. Los grados de titanio comercialmente puros de este tipo de aleaciones, difieren en el contenido de oxígeno. Los cuatro grados de titanio, titanio Grado 1 a 4, cubren un rango de resistencia a la tensión de 240 a 720 MPa [3].

2.2.2. Aleaciones dual ($\alpha+\beta$)

Es el grupo de aleaciones más utilizado, debido a que presenta una mezcla de fase alfa (α) y beta (β) a temperatura ambiente. Estas aleaciones son tratadas térmicamente para controlar el tamaño, forma y distribución de las fases α y β ; además pueden ser endurecidas mediante tratamiento térmico de solubilización y envejecido. La aleación $\alpha + \beta$ más común es Ti-6Al-4V, ya que presenta buen balance entre sus propiedades [3, 7, 12, 17]. Otras aleaciones de este grupo como la Ti-6Al-6V-2Sn (Ti-6-6-2) y IMI 550 son desarrolladas para altas resistencias. Las aleaciones Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr-0.25Si (Ti-6-2-2-2-2) y Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (Ti-17) fueron desarrolladas para aplicaciones en turbinas de gas que trabajan hasta temperaturas de 400°C [3].

2.2.3. Aleaciones (β)

Una aleación β , por definición, debería ser la que cuente con los suficientes elementos estabilizadores de la fase β , para retener el 100% de la fase β al enfriarse por encima de la línea de transformación β [18]. Este grupo de aleaciones puede endurecerse para alcanzar altos valores de esfuerzo mayores o iguales a 1400 MPa, aumentando la resistencia y tenacidad del material. Sin embargo, la aplicación de estas aleaciones se encuentra limitada por su elevado peso específico, moderada soldabilidad y bajo comportamiento ante la oxidación [3, 7].

Contienen elementos como vanadio, niobio y molibdeno, que tienden a disminuir la temperatura de transformación de la fase α a la β , de este modo beneficia el desarrollo de la fase β . Las aleaciones β tienen excelente templabilidad y responden fácilmente a tratamientos térmicos. Un tratamiento térmico común implica un tratamiento de solución seguido de un envejecido a temperaturas de 450°C a 650°C. Este tratamiento da como resultado la formación de partículas α

finamente dispersas en la fase β retenida [1]. Además de las fases α y β , que son la prioridad de las aleaciones de titanio, se presentan varias precipitaciones de partículas intermetálicas, como α_2 (Ti_3Al), γ (TiAl), TiAl_2 y TiAl_3 . De las cuales, las partículas intermetálicas α_2 y γ son las más relevantes [3].

Las partículas intermetálicas α_2 precipitan en cualquier tipo de microestructura, laminar, equiaxial o bifásica, después de ser sometida a un tratamiento térmico de envejecido. Las partículas α_2 son coherentes, de tamaño nanométrico y presentan una estructura hexagonal; cristalográficamente presentan una estructura DO19. Al aumentar de tamaño, estas partículas adquieren una forma elipsoidal. La fase α_2 se estabiliza mediante los elementos oxígeno, aluminio y estaño. Una sustancial fracción volumétrica de partículas coherente de α_2 pueden precipitar en la fase α envejeciendo por 500 ° C (Ti-6Al-4V, IMI 550), a 550 ° C (IMI 685), a 595 ° C (Ti. 6242), o incluso a 700 ° C (IMI 834) [3, 6, 12].

2.3. Elementos estabilizadores de fase

Los elementos de aleación en el titanio se clasifican como estabilizadores de fase α , β y neutros, en función de sus efectos sobre la temperatura de transformación (T_β). Clasificación de elementos estabilizadores:

- Neutrales: el Sn y Zr, estos elementos no afectan la temperatura de transformación de fase (T_β).
- Estabilizadores de fase α : el Al, O, N y C. Aumentan la estabilidad de la fase α a temperatura de transformación más elevada, permitiendo coexistir la fase α y β a temperaturas elevadas.
- Estabilizadores de fase β :
 - Isomórficos, el Mo, V, Ta y Nb, disminuye la temperatura de transformación (T_β) de la fase β , permitiendo coexistir la fase α y β a temperaturas menores. además de tener mayor solubilidad en el titanio.
 - Eutectoides, el Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si y H, pueden dar lugar a la formación de compuestos intermetálicos [3].

En la Figura 2.2 se observa la clasificación de los tres grupos. La variación de estas fases a través de la adición de elementos estabilizadores y tratamientos térmicos son la base del desarrollo de las aleaciones de titanio [1, 3, 7, 12].

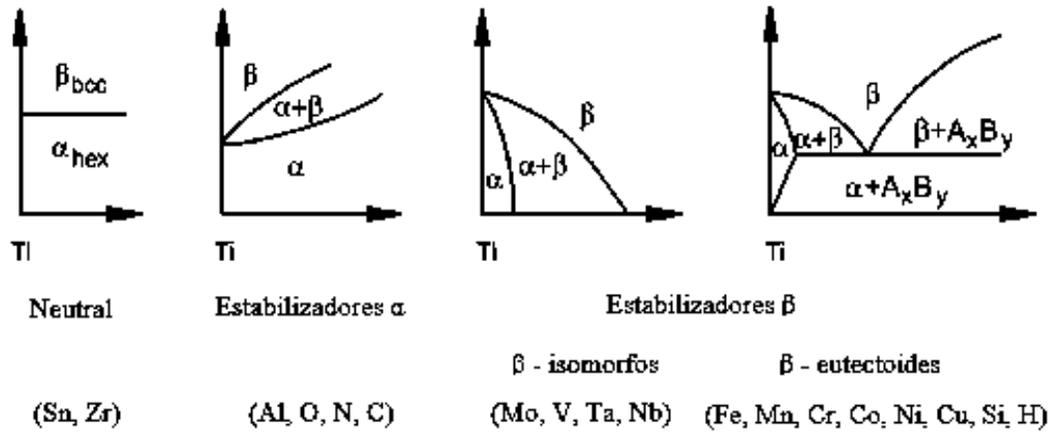


Figura 2.2 Influencia de los elementos de aleación en los diagramas de fase titanio [3].

2.4. Textura en aleaciones de titanio

La textura cristalográfica es la tendencia de los planos principales en asumir una orientación preferencial. En las aleaciones de titanio la textura se presenta principalmente en la fase α , la cual es provocada por deformación mecánica, recristalización, crecimiento de grano o transformación de fase. Esencialmente, la orientación de la fase α es el plano (0001), el cual puede ser paralelo o perpendicular al plano de deformación, como se muestra en la Figura 2.3 [3, 7].

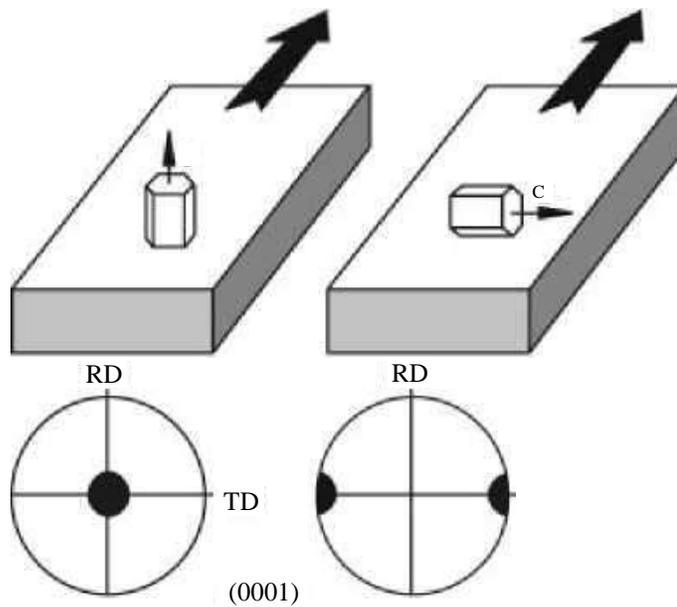


Figura 2.3 Textura basal y transversal de aleaciones de titanio [3].

En las microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V la textura cristalográfica puede variar una de la otra dependiendo del modo de deformación. Los dos modos básicos de deformación considerados son: i) flujo de material axial, por ejemplo, laminación uniaxial; y ii) deformación radial, por ejemplo, laminado multidireccional o forjado [3].

2.5. Aleación Ti-6Al-4V

Es una aleación del tipo $\alpha + \beta$, con 6% de aluminio estabilizador de la fase α y 4% de vanadio estabilizador de la fase β . La aleación Ti-6Al-4V es la más empleada debido al buen balance de sus propiedades mecánicas, como se puede observar en la Tabla 2.1. Además, es resistente a la corrosión, rigidez y tenacidad. Debido a sus propiedades, es empleada en el 80% de los casos en la industria aeroespacial, 3% en el área biomédica (prótesis) y el resto es usada en las industrias automotriz, marina y química [3, 7, 12, 13, 19].

A temperatura ambiente, la microestructura de equilibrio principalmente consiste de fase α (hcp) con fase β retenida (bcc). Los principales parámetros microestructurales que afectan las propiedades mecánicas de las microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V son la fracción volumétrica de las fases α y β , morfología, arreglo cristalográfico, tamaño de grano de β , tamaño de colonias, espesor del límite de grano de la fase α y martensita templada [3, 9].

Tabla 2.1 Propiedades mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V [3].

Aleación	T_{β} [°C]	Dureza [HV]	Módulo de Young E [GPa]	Esfuerzo de fluencia YS [MPa]	Esfuerzo de tensión TS [MPa]	Elongación [%]	Tenacidad a la fractura K_{IC} [MPa m ^{1/2}]
Ti-64	995	300-400	110-140	800-1100	900-1200	13-16	33-110

Los tratamientos térmicos se usan para ajustar los parámetros microestructurales antes mencionados, y así modificar las propiedades mecánicas de la aleación. Siendo una aleación sensible a los tratamientos térmicos, en la Figura 2.4 se presenta un diagrama de transformación correspondiente a la aleación. Un tratamiento de solución seguido de un envejecido precipita α , dando como resultado una mezcla de α y β en una matriz de β retenida o transformada [1, 3, 9, 16]. Dependiendo de su aplicación, la aleación Ti-6Al-4V presenta mayores contenidos de oxígeno y nitrógeno causando incremento en la resistencia, por el contrario, a menor contenido de aluminio,

oxígeno y nitrógeno mejora la ductilidad, resistencia a la fractura, corrosión y crecimiento de grieta [7]. El aluminio aumenta la resistencia a la tensión, fluencia y módulo elástico. El máximo fortalecimiento que puede lograrse con el aluminio es limitado, porque por encima del 6% de aluminio promueve el orden y precipitación de partículas α_2 , que está asociado con la fragilización [1].

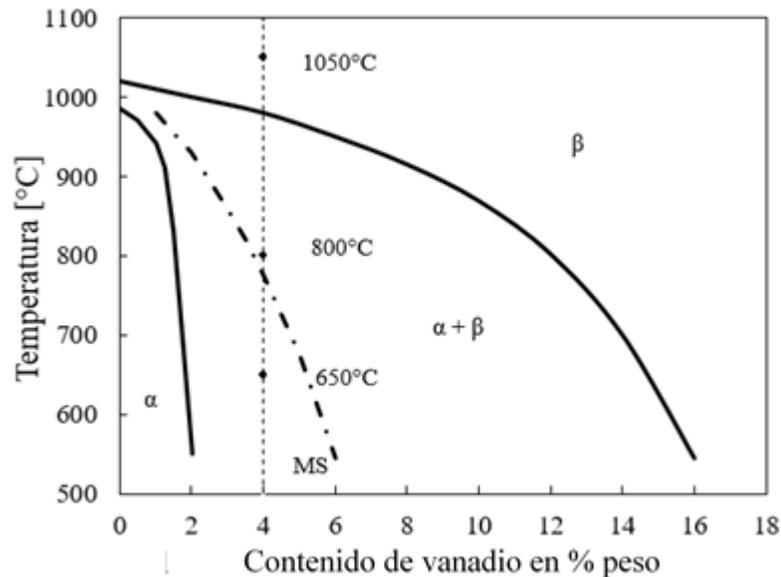


Figura 2.4 Diagrama de transformación de fase ternaria Ti-6Al-V [3].

2.6. Microestructura de la aleación Ti-6Al-4V

La aleación Ti-6Al-4V, puede presentar diferentes microestructuras dependiendo del arreglo de las fases alfa (α) y beta (β). Dependiendo de las condiciones del tratamiento térmico y velocidad de enfriamiento las microestructuras que se pueden obtener se dividen en varios tipos, llamadas, laminar, equiaxial y bifásica [3, 6, 9, 11, 12].

2.6.1. Estructura laminar

La microestructura laminar, como se observa en la Figura 2.5, se puede obtener en la etapa final de un tratamiento de recocido en el campo de la fase β (recristalización de β), con enfriamientos lentos en la zona bifásica desde una temperatura ligeramente mayor a la temperatura de transformación T_β . El resultado de esta estructura varía dependiendo del modo y tipo de enfriamiento, para

velocidades lentas la estructura es ligeramente gruesa (referida como alfa laminar), los enfriamientos al aire producen alfa acicular fina, mientras que velocidades intermedias desarrollan una estructura Widmanstätten [3, 11, 17, 20]. Se ha reportado que una microestructura laminar de la aleación Ti-6Al-4V presenta resistencia a la propagación de grietas por ciclos altos de fatiga y tenacidad a la fractura [21].

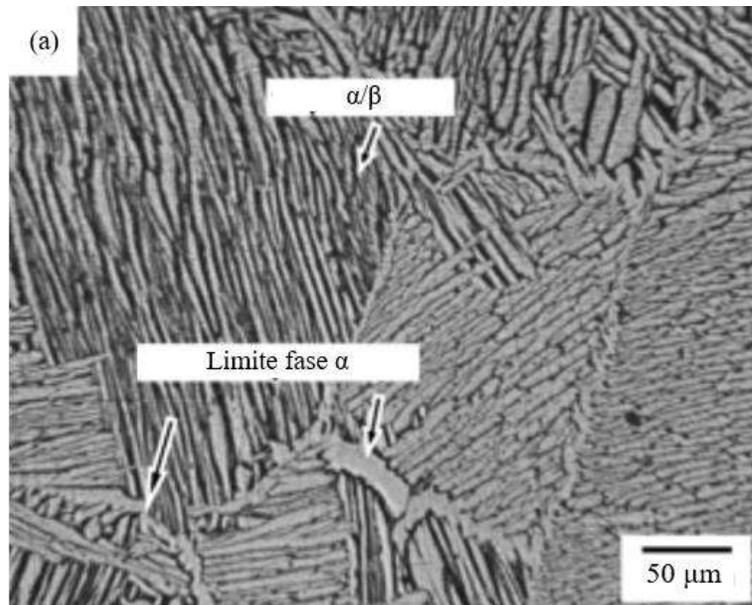


Figura 2.5 Estructura Widmanstätten en Ti-6Al-4V [6].

2.6.2. Estructura equiaxial

La estructura equiaxial, es resultado de un proceso de deformación de trabajo mecánico, donde se deforma plásticamente la estructura laminar, generando dislocaciones que permiten la recristalización completa. Existen dos formas para obtener una microestructura equiaxial como la que observamos en la Figura 2.6, la primera es mantener la temperatura de recocido de 955°C por una hora y tener una velocidad de enfriamiento baja. La segunda forma es recristalizar a una temperatura tan baja que la fracción del volumen de la fase alfa sea suficiente para generar la microestructura. En el caso de la aleación Ti-6Al-4V, la temperatura de recristalización esta entre 780°C a 850°C [3, 13, 20, 22].

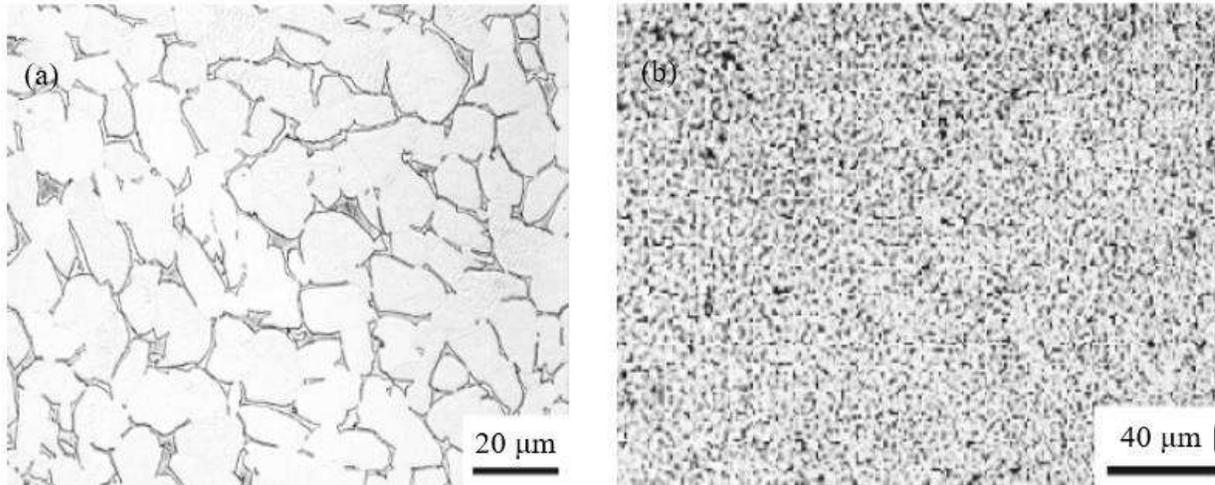


Figura 2.6 Estructuras equiaxiales de la aleación Ti-6Al-4V por (a) recocido. (b) recrystalización [20].

2.6.3. Estructura bifásica

La microestructura bifásica consiste en granos de la fase alfa aislados en una matriz beta transformada, como se muestra en la Figura 2.7.

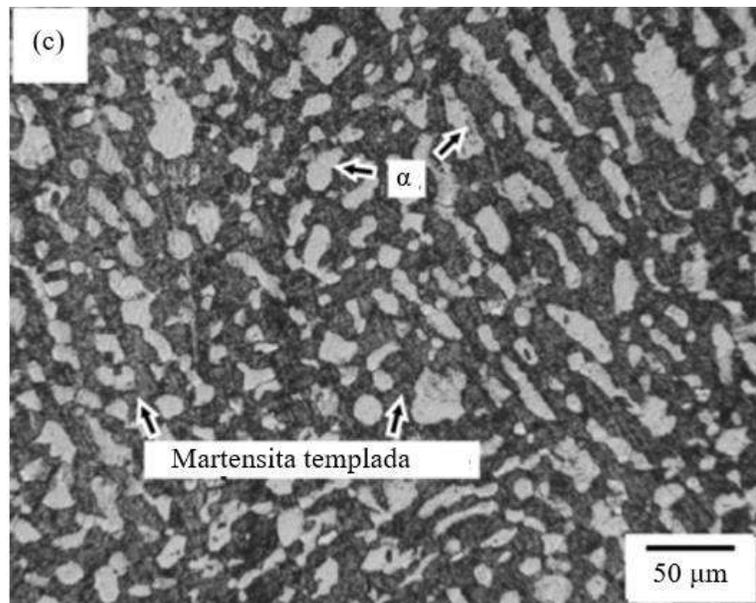


Figura 2.7 Estructura bifásica de la aleación Ti-6Al-4V [6].

El proceso de obtención de esta microestructura consiste en cuatro pasos: i) la homogenización de la fase β con su correspondiente enfriamiento, ii) deformación en caliente en la fase $\alpha + \beta$, iii)

recristalización en la fase $\alpha + \beta$ con enfriamiento y iv) al final un envejecido. La mejor forma de obtener estas estructuras es mantener la temperatura de solución a 955°C durante 1 hora templado en agua y posteriormente envejecer a 600°C durante 4 horas y enfriar con aire [3, 13, 17, 20, 22].

2.7. Tratamiento térmico para la aleación Ti-6Al-4V

Un tratamiento térmico es el cambio de estructura y propiedades de la aleación, que se consigue mediante el calentamiento hasta una determinada temperatura, exponiendo la aleación a esta temperatura durante cierto tiempo y el enfriamiento posterior a una velocidad controlada.

Los tratamientos térmicos tienen los siguientes propósitos:

- Reducir el esfuerzo residual (relevador de esfuerzos).
- Producir una combinación óptima entre la ductilidad, maquinabilidad y estabilidad dimensional y estructural (recocido).
- Incrementar la resistencia (tratamiento de solución y envejecimiento).
- Optimizar propiedades como tenacidad a la fractura, resistencia a la fatiga y resistencia a la fluencia en altas temperaturas.

Tabla 2.2 Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V [1].

Tratamiento térmico	Procedimiento	Microestructura
Recocido dúplex	Se trata de 50 a 75°C por debajo de T_{β} , se enfría al aire y se envejece de 2-8 h entre 540-675°C.	α , Widmanstätten $\alpha + \beta$.
Tratamiento de solubilización y envejecido	Se trata a 40°C por debajo de T_{β} , se enfría en agua y se envejece de 2-8 h entre 535-675°C.	α , más una mezcla templada de α' o $\alpha + \beta$.
Recocido beta	Se trata a 15°C por encima de T_{β} , se enfría al aire y se estabiliza entre 650-760°C durante 2 h.	Colonia de $\alpha + \beta$ y microestructura Widmanstätten.
Beta templada	Se trata a 15°C por encima de T_{β} , se enfría en agua y se temple entre 650-760°C durante 2 h.	α' templada.
Recocido de recristalización	A 925°C durante 4 h, enfriando a 50°C/h hasta 760°C, enfriar con aire.	Granos equiaxiados de α con β en los puntos triples de los límites de grano.
Laminado recocido	Deformación en caliente en la fase $\alpha + \beta$ más recocido a 705°C durante 30min y enfriar con aire frío.	Recristalización incompleta de α con fracción de volumen pequeña de partículas β .

La aleación bifásica, Ti-6Al-4V, exhibe endurecimiento por envejecido a partir de la descomposición de la fase β . Siendo esta aleación una de las más versátiles, ya que en ciertas microestructuras pueden ser mejoradas mediante tratamientos en las fases β y $\alpha + \beta$. En la Tabla 2.2, se observan los diferentes tratamientos a los que es sometida esta aleación [1].

2.7.1. Tratamiento térmico de envejecido

El endurecimiento por envejecido o endurecimiento por precipitación, es generado por una fase cuya estructura cristalina y arreglo atómico tiene una relación coherente con la matriz de la cual se formó. El endurecimiento por precipitación presenta algunas ventajas como incrementar el esfuerzo de tensión de materiales metálicos sin provocar cambios significativos de densidades. Este tratamiento consta de tres pasos: i) tratamiento por solución, ii) templado y iii) envejecimiento [23]. El endurecimiento por envejecido es el paso final en el tratamiento térmico de las aleaciones de titanio. Consiste en recalentamiento a una temperatura de envejecido entre 425°C y 650°C, además causa la descomposición de la fase súper saturada β retenida después del enfriamiento. Las temperaturas y tiempos de envejecimiento para la aleación Ti-6Al-4V se presentan en la Tabla 2.3. Un endurecimiento por envejecido a la temperatura o cerca a la temperatura de recocido resultará en un sobre envejecimiento, esta condición es llamada tratamiento por solución y sobré-envejecido (o STOA por sus siglas en inglés) [24].

Tabla 2.3 Temperatura y tiempo de tratamiento térmico de endurecimiento por envejecido [24].

Aleación	Temperatura de solución	Tiempo de solución	Modo de enfriamiento	Temperatura de envejecimiento	Tiempo de envejecido
Ti-6Al-4V	955 - 970 °C	1 h	Agua	480 - 600 °C	2 - 4 h

La aleación Ti-6Al-4V, al ser envejecida en el rango de 500°C a 600°C, precipitan partículas intermetálicas α_2 de tamaño nanométrico homogéneamente distribuidas en la fase α , lo cual provoca una mejora en las propiedades mecánicas. El tamaño y el espacio entre las partículas intermetálicas α_2 son afectados por la concentración de aluminio, la temperatura y tiempo de envejecido [6, 13].

2.8. Ensayos no destructivos

2.8.1. Termoelectricidad

La termoelectricidad se define como la rama de la ciencia y de la tecnología asociada a la generación de una fuerza electromotriz a partir de un diferencial de temperatura. Es un fenómeno físico basado en el efecto Seebeck, el cual, puede discutirse convenientemente con referencia al esquema de un termopar, considerando circuito formado por dos electrodos conductores disimiles que están conectados eléctricamente en serie. Si las puntas de los electrodos mantienen una diferencia de temperatura en un circuito abierto, se genera un diferencial de voltaje que está dado por $\Delta V = S\Delta T$, donde S es el coeficiente Seebeck [25, 26].

El coeficiente Seebeck, conocido también como potencial termoeléctrico (PTE), es una propiedad del material que depende principalmente de la composición química del material. Además, presenta variaciones por diferentes fenómenos como la fatiga, precipitación de carburos y de segundas fases. Es posible determinar el coeficiente de Seebeck para cada material formando una unión con un metal de referencia. Los valores del coeficiente Seebeck se definen como el cociente entre el voltaje generado en el termopar (ΔV) y la diferencia de temperatura (ΔT) entre sus extremos, como se muestra a continuación [25-27]:

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (1)$$

Donde S es el potencial termoeléctrico del material, ΔV es la diferencia de voltaje y ΔT es la diferencia de las temperaturas, las unidades con las que se mide el potencial termoeléctrico generalmente son μVK^{-1} . El signo del coeficiente es positivo si la corriente inducida por el diferencial de voltaje generado fluye en sentido de las manecillas del reloj [26, 27].

Además del efecto Seebeck, la termoelectricidad presenta dos efectos más, el Peltier y el Thompson. Fue W. Thompson (Lord Kelvin) quien estableció una relación entre los tres fenómenos los cuales se describen a continuación:

- El efecto Peltier: se considera una situación inversa al efecto Seebeck, se emplea una fuerza electromotriz externa que induce una corriente eléctrica en el circuito de un termopar, lo que produce un calentamiento en uno de los electrodos y un enfriamiento en otro. La relación entre la corriente eléctrica inducida y el calentamiento define al coeficiente Peltier dado por:

$$\Pi = ST \quad (2)$$

Donde Π es el coeficiente Peltier, S es el coeficiente Seebeck y T es la temperatura absoluta.

- El efecto Thompson: se relaciona con la tasa de generación de calor que resulta de la corriente eléctrica inducida en el circuito del termopar.

$$\mu = T \frac{\Delta S}{\Delta T} \quad (3)$$

Donde μ es el coeficiente Thompson, T es la temperatura absoluta, ΔS diferencial del coeficiente Seebeck y ΔT diferencial de temperatura.

La suma de los efectos Thompson y Peltier son considerados como una buena aproximación del efecto Seebeck [25, 26].

2.8.1.1. Técnica de potencial termoeléctrico

Es una técnica convencional sensible únicamente a variaciones intrínsecas del material. Por lo cual, la medición en un espécimen no es afectada por efectos geométricos entre ellos tenemos a la forma, tamaño y calidad de superficie (rugosidad). Todas las técnicas termoeléctricas son basadas en el efecto Seebeck que es empleado en el funcionamiento de los termopares [28].

El fenómeno de termoelectricidad está ligado con los efectos microestructurales del material, debido a la cinética de difusión de electrones a través del material. Siendo sensible a una variedad de propiedades del material que pueden afectar la medición, siendo la principal la composición química, ya que esta ejerce el efecto más fuerte en las propiedades termoeléctricas [28-30].

Se observa en la Figura 2.8 un diagrama que muestra en forma esquemática la medición de potencial termoeléctrico, mediante la técnica de contacto, se mide la diferencia de potencial que generalmente está en el rango de los micro-voltios, y el cual es creado generalmente por el contacto que se realiza entre la muestra y dos puntas metálicas, una de ellas a temperatura ambiente (punta fría) y la otra que es calentada por medio de una resistencia (punta caliente). Esto provoca un diferencial de temperatura a lo largo de la muestra [30, 31].

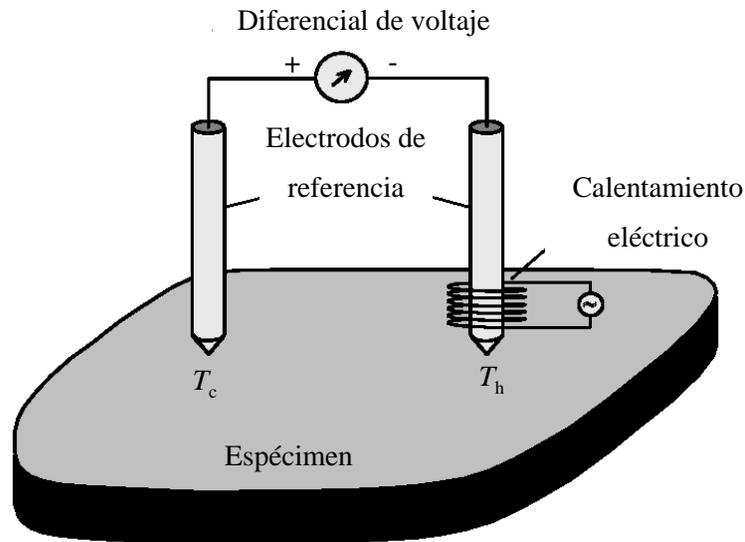


Figura 2.8 Diagrama que muestra en forma esquemática la medición de potencial termoeléctrico (PTE), técnica de punta caliente [31].

2.8.2. Ultrasonido

El ultrasonido es una vibración mecánica que viaja a través de un medio físico elástico y se genera a partir de un oscilador mecánico (cristal piezoeléctrico) que vibra en el rango ultrasónico, usualmente, este tipo de cristales generan un tipo de vibración si son excitados mediante un pulso eléctrico el fenómeno de piezoelectricidad es inverso, es decir que, si se le aplica una vibración mecánica, el cristal genera un voltaje eléctrico.

En su paso por el material, el pulso ultrasónico, interactúa con su microestructura; producto de esta interacción, ocurren una variedad de fenómenos; entre algunos de ellos están, la dispersión de la velocidad ultrasónica (dependencia de la velocidad del sonido en la frecuencia de inspección), atenuación de la onda ultrasónica (pérdida de la energía acústica), difracción del haz ultrasónico, cambios de modo, entre otros. El uso del ultrasonido como prueba no destructiva ha sido extenso y principalmente en la detección de discontinuidades (defectos) en componentes que han estado en servicio durante cierto tiempo y en inspección de uniones soldadas.

Cuando una onda ultrasónica se propaga en un medio, las partículas de este medio experimentan desplazamientos elásticos. Estos desplazamientos dependen de del tipo o modo de onda que se propague, los modos más comunes en la caracterización de materiales son: i) ondas longitudinales o de compresión, ii) ondas transversales o de corte y iii) ondas superficiales o de Rayleigh.

Las ondas longitudinales o de compresión se caracterizan porque las partículas del material vibran en la misma dirección en la que la onda ultrasónica se propaga. En este tipo de onda, la velocidad es más alta y pueden propagarse en sólidos y líquidos, son empleadas en la caracterización de materiales, en la medición de espesores y detección/evaluación de discontinuidades. Las ondas transversales o de corte se caracterizan porque las partículas del material vibran transversalmente a la dirección en que la onda ultrasónica se propaga. Estas ondas se propagan aproximadamente a la mitad de la velocidad de la onda longitudinal y no pueden propagarse en líquidos. Las ondas superficiales o de Rayleigh se desplazan sobre la superficie del material y su penetración en el medio es aproximadamente una longitud de onda [32].

2.8.2.1. Velocidad ultrasónica

Para el desarrollo de la ecuación básica que gobierna la propagación de ondas en muchos sistemas mecánicos, se utiliza el más simple, se trata de la propagación de onda en una barra elástica delgada como la que se muestra en la Figura 2.9.

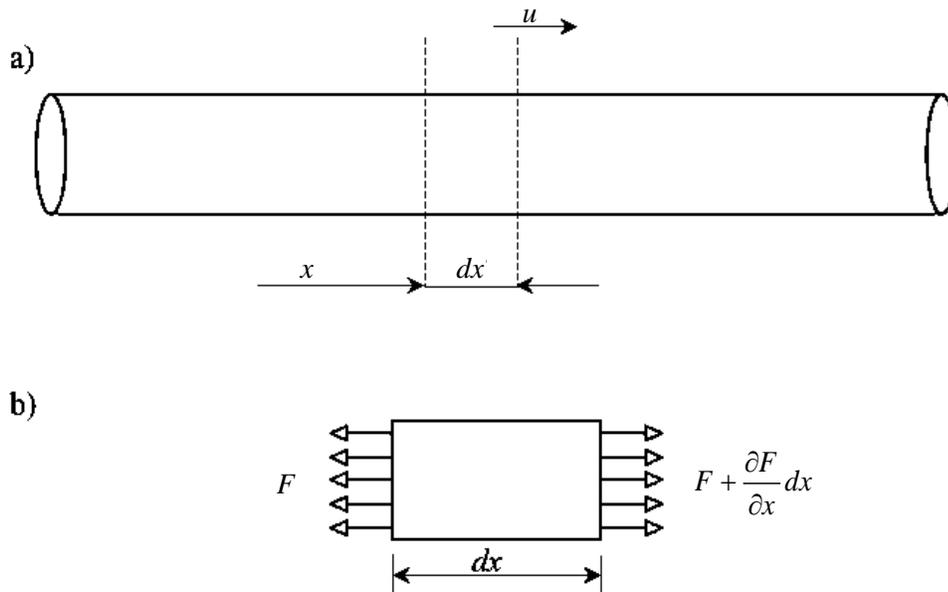


Figura 2.9 Barra delgada (a) desplazamiento u y con coordenadas x de una sección, y (b) esfuerzo actuante en un elemento diferencial de barra.

Aplicando condiciones de equilibrio y la segunda ley de Newton $F = ma$ en el elemento de la varilla:

$$-F + F + \frac{\partial F}{\partial x} dx = ma \quad (4)$$

Pero se sabe que, de mecánica de materiales $F = \sigma A$; y que $m = \rho V$ y $V = A dx$. La ecuación (4) se puede escribir:

$$\sigma A + \frac{\partial \sigma}{\partial x} dx A - \sigma A = \rho A dx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (5)$$

Aquí, A es el área de la sección transversal y ρ es la densidad de masa. Esta ecuación se reduce a:

$$\frac{\partial \sigma}{\partial x} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (6)$$

Aplicando la ley de Hook para un material elástico se tiene que:

$$\sigma = E \varepsilon \quad (7)$$

Donde ε es la deformación del material y está definida como:

$$\varepsilon = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (8)$$

En mecánica de materiales la deformación unitaria ε se define como $\varepsilon = \Delta L / L$. En este análisis se hace, $\Delta u = \Delta L$, $\Delta x \approx L$ lo que lleva a $\varepsilon = \Delta u / \Delta x$. Tomando esto en forma diferencial sería $\varepsilon = du / dx$. Ya que el desplazamiento $u = u(x,t)$, depende de dos variables, se hace uso de derivadas parciales para tener $\varepsilon = \partial u / \partial x$. Se sustituye (8) en (7) y el resultado en (6), da lo siguiente:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(E \frac{\partial u}{\partial x} \right) = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (9)$$

Simplificando se obtiene la siguiente ecuación para una barra delgada:

$$E \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (10)$$

Donde E es el módulo de Young, definiendo $c^2 = E/\rho$ como la velocidad de la onda, la ecuación (10) puede escribirse como:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c_1^2} \left(\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \right) \quad (11)$$

La ecuación (11) es conocida como la ecuación de onda, esta ecuación representa la propagación de una onda en una dimensión. Demostrando que la velocidad de propagación de una onda depende únicamente de la magnitud del módulo E elástico y de la densidad ρ del material en cuestión. Generalmente, puede describirse para cualquier tipo de polarización de onda mediante la ecuación de onda (11), donde u sería el desplazamiento acústico general en una dirección arbitraria de

polarización. Esta ecuación gobierna todos los tipos de propagación de onda en una dimensión. Para una barra delgada en dirección x , $\sigma_x = E\varepsilon_x$ ($\sigma_x = \sigma_x = 0$) y la velocidad de la onda longitudinal esta descrita por $c^2 = E/\rho$. La velocidad de la onda depende de la geometría y dimensiones del medio, por ejemplo, en una barra delgada, conforme se propaga la onda, el material es libre para moverse en direcciones laterales de acuerdo al efecto de Poisson. En cambio, cuando una onda se propaga en una placa delgada, por ejemplo, tomemos como referencia que esta placa es paralela al plano x - y ($\varepsilon_y = \sigma_z = 0$), el esfuerzo incrementa en la dirección x por el efecto de Poisson de acuerdo a:

$$\sigma_x = \frac{E}{1-\nu^2} \varepsilon_x \quad (12)$$

Donde ν es coeficiente de Poisson, y también la velocidad longitudinal de la placa incrementa un poco más que la de una barra delgada (para un valor de $\nu = 0.3$).

$$c_{placa} = \sqrt{\frac{E}{(1-\nu^2)\rho}} = \frac{c_{barra}}{\sqrt{1-\nu^2}} \approx 1.05c_{barra} \quad (13)$$

Pero, para una onda longitudinal que se propaga en un medio infinito, el efecto de Poisson aumenta aún más el esfuerzo.

$$\sigma_x = \frac{E}{1-\frac{2\nu^2}{1-\nu}} \varepsilon_x = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \varepsilon_x \quad (14)$$

Sustituyendo (8) en (14) y el resultado en (6), se tiene:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \frac{\partial u}{\partial x} \right) = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (15)$$

Sustituyendo y simplificando, la ecuación (15) puede escribirse como:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c_d^2} \left(\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \right), \quad c_d = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (16)$$

Esta es la forma de la ecuación de la velocidad de una onda longitudinal que se propaga en un medio, donde ν es el coeficiente de Poisson.

La ecuación (11) puede ser derivada para la propagación de la onda de corte, para ello, la fuente se sujeta a las tensiones de corte periódicas y realizando así vibraciones transversales a la dirección, esto da como resultado:

$$\tau_{xy} = \mu \gamma_{xy}, \quad \gamma_{xy} = \frac{\partial v}{\partial x} \quad (17)$$

$$\frac{\partial^2 v}{\partial x^2} = \frac{1}{c_s^2} \left(\frac{\partial^2 v}{\partial t^2} \right), \quad c_s = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \quad (18)$$

En esta ecuación μ es el módulo de corte del material, pero el módulo de corte se puede expresar en función del módulo de Young y coeficiente de Poisson:

$$E = 2(1 + \nu)\mu \quad (19)$$

Sustituyendo la ecuación (19) en (18), tenemos:

$$c_s = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1 + \nu)}} \quad (20)$$

2.8.2.2. Atenuación ultrasónica

El fenómeno de atenuación es la pérdida (L) de la amplitud de la señal ultrasónica al incrementarse la distancia de propagación de la onda en el material. En metales policristalinos, dicha pérdida se da en los límites de grano, los cuales tienen diferentes orientaciones cristalográficas, donde debido a la impedancia acústica entre los granos, la onda se dispersa al pasar de un grano a otro. La medición de la atenuación debida a la dispersión presenta dificultades reales, especialmente en materiales anisotrópicos.

En la configuración de pulso-eco, el coeficiente de atenuación depende de la frecuencia de la onda de dispersión $\alpha(\omega)$, y se puede calcular a partir de la transformada de Fourier de las señales de la primera reflexión de la pared posterior $F(\omega)$ y segunda reflexión de la pared posterior $B(\omega)$, utilizando la ecuación (21).

$$\alpha(\omega) = \frac{20}{d} \log \left[\frac{F(\omega) D_1 R^2}{B(\omega) D_0} \right] \quad (21)$$

Donde d es el doble de la distancia de propagación, D_0 y D_1 son la corrección por difracción del haz ultrasónico y R es el coeficiente de reflexión. La atenuación ultrasónica de ondas longitudinales a través de los mecanismos de dispersión de onda, es sensible al cambio gradual producido tratamientos térmicos por lo cual, la técnica se ha aplicado para establecer el tamaño de grano de materiales policristalinos, ya que el tamaño de grano influye en la mayoría de las propiedades mecánicas del material. Generalmente, el coeficiente de atenuación se describe como la suma de

dos mecanismos de pérdida, uno es causado por absorción de la onda y el otro por dispersión de la onda. El mecanismo de absorción, consiste en que cuando la onda acústica llega al material este absorbe la energía acústica transformándola en calor. La energía absorbida es una pérdida irreversible del campo acústico debido a que se disipa en el medio y es despreciable en materiales policristalinos [33].

2.8.2.3. Medición de atenuación

Para realizar la medición de pulso eco, se calculó la pérdida total a partir de dos ecos ultrasónicos, E_1 y E_2 respectivamente, utilizando:

$$L_{total} = 20 \log_{10} \left(\frac{E_1}{E_2} \right) \quad (22)$$

Donde E_i es la amplitud de voltaje del primer y segundo eco. Para poder medir el coeficiente de atenuación con alta precisión, es necesario corregir la atenuación total del experimento, el cual consta de la suma de cuatro factores experimentales que afectan a la medición y por los que deberán realizarse correcciones antes de que el coeficiente de atenuación pueda evaluarse a partir del mecanismo de dispersión en el límite de grano. Dentro de los factores experimentales, se deberán tomar en cuenta las pérdidas por impedancia acústica, y por difracción del haz la cual es una pérdida causada por la naturaleza del haz de sonido. La pérdida por impedancia (L_{imp}) se relaciona con el coeficiente de reflexión (R) que a incidencia normal se podrá calcular a partir de las propiedades físicas de los medios y que afectan la transmisión de las ondas de un medio a otro, para esto se emplea la ecuación (23).

$$R = (Z_2 - Z_1) / (Z_2 + Z_1) \quad (23)$$

Donde Z_1 y Z_2 son las impedancias acústicas de los medios uno y dos respectivamente, y en el caso de ser usados el primero y segundo eco de la pared posterior, se calcula mediante [33]:

$$L_{imp} = 20 \log_{10} \left(\frac{1}{R^2} \right) \quad (24)$$

Para las pérdidas por difracción, las cuales están asociadas al ensanchamiento del haz del haz ultrasónico y son función de la distancia de propagación (z) transductor-muestra, frecuencia (f), radio transductor (a) y el campo cercano del transductor (N), se podrán calcular analíticamente usando la siguiente ecuación propuesta por Rogers y van Buren [34]:

$$L_D = 1 - e^{-i2\pi/s} [J_0(2\pi/s) + iJ_1(2\pi/s)] \quad (25)$$

Donde $s = 2\pi z/ka^2$, aquí z es la distancia del transductor a la pieza, a es el radio del transductor, $k = 2\pi/\lambda$ es el número de onda, J_0 y J_1 son funciones de Bessel de primer y segundo orden. Las pérdidas por difracción son pérdidas causada por aspectos geométricos [33, 34]. La pérdida causada por la microestructura del material, y como se explicó anteriormente es causada por la dispersión de la onda en la frontera de granos y proporcional a la distancia de propagación. y se puede definir mediante calcular siguiente ecuación:

$$L_{material} = 2\alpha d \quad (26)$$

Donde α es el coeficiente de atenuación del material, la cual es una propiedad acústica del material. Finalmente, d es la distancia de propagación de onda en el medio. Para evitar un tipo de pérdida que está asociada a la rugosidad, la superficie del material es lijada. El coeficiente de atenuación se calcula al usar las tres pérdidas asociadas al experimento usando la siguiente ecuación.

$$L_{total} = L_D + L_{imp} + L_{material} \quad (27)$$

Sustituyendo la ecuación (26), y en la ecuación (27), se despeja el coeficiente de atenuación α , se obtiene la siguiente ecuación:

$$\alpha = \frac{L_{total} - L_D - L_{imp}}{2d} \quad (28)$$

Con la ecuación (28) se calcula de manera analítica el coeficiente de atenuación del material [33].

2.8.3. Caída de potencial de corriente alterna (CPCA)

Para determinar las propiedades electromagnéticas lineales de un conductor, es decir, la conductividad eléctrica y la permeabilidad efectiva, se pueden utilizar mediciones de caída de potencial de corriente alterna (CPCA). La CPCA ha proporcionado a los ensayos no destructivos un método fiable para el dimensionamiento de las grietas y un medio para monitorear el crecimiento de las fisuras durante la fatiga. En una medición de cuatro puntos, se utilizan dos electrodos de corriente y dos electrodos de voltaje. Típicamente, una zapata de prueba de cuatro electrodos es utilizada para esta medición, se induce una corriente eléctrica en la muestra a través de un par de electrodos y la diferencia de tensión resultante entre otros dos puntos en la superficie se mide usando un segundo par de electrodos que mantiene contacto con el material. En inspecciones de caída de potencial, es limitada a cierta profundidad en la superficie, la cual se controla mediante la frecuencia, haciendo uso de la ecuación siguiente [35, 36] :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{f\pi\mu\sigma}} \quad (29)$$

Donde μ es la permeabilidad magnética, σ es la conductividad del material y f es la frecuencia de la corriente inducida. La medición de la resistividad eléctrica está relacionada con la conductividad eléctrica y con la separación de las puntas que tienen contacto con el material, por la siguiente ecuación:

$$R_l = \frac{1}{\sigma\pi a} \left(1 - \frac{1}{\sqrt{2}} \right) \quad (30)$$

Donde R_l es la resistividad eléctrica, a es la separación de las dos puntas que inducen la corriente al material y σ es la conductividad eléctrica [36]. En la Figura 2.10, se muestra esquemáticamente una medición de cuatro puntos, en la que se utilizan dos electrodos de corriente y dos electrodos de voltaje. Es una zapata de cuatro electrodos se emplea para la medición, induciendo una corriente eléctrica en la muestra a través de un par de electrodos y la diferencia de tensión resultante entre otros dos puntos en la superficie se mide usando un segundo par de electrodos que mantiene contacto con el material.

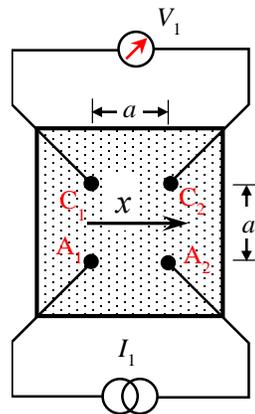


Figura 2.10 Esquema de zapata para medición de caída potencial de cuatro puntos. La corriente alterna se aplica a través de un par de puntos. La caída de potencial se mide con el par de puntas restantes.

2.9. Estado del arte

Lee y col. [6], estudiaron como afecta el sobre-envejecido en los esfuerzos de tensión y tenacidad a la fractura de una aleación Ti-6Al-4V. Los autores llevaron a cabo diferentes tratamientos térmicos para obtener tres microestructuras que se muestran en la Figura 2.11. La microestructura Widmanstätten la obtuvieron manteniendo la pieza a 1050°C, arriba de la temperatura de transformación, por una hora y la enfriaron dentro del horno. Para la microestructura equiaxial elevaron la temperatura a 950°C, en la región $\alpha + \beta$, por una hora y la dejaron enfriar en el horno. Mientras que la microestructura bifásica se mantuvo a 950°C por una hora y la enfriaron en agua, posteriormente la envejecieron por 4 horas a 600°C y dejaron enfriar a temperatura ambiente.

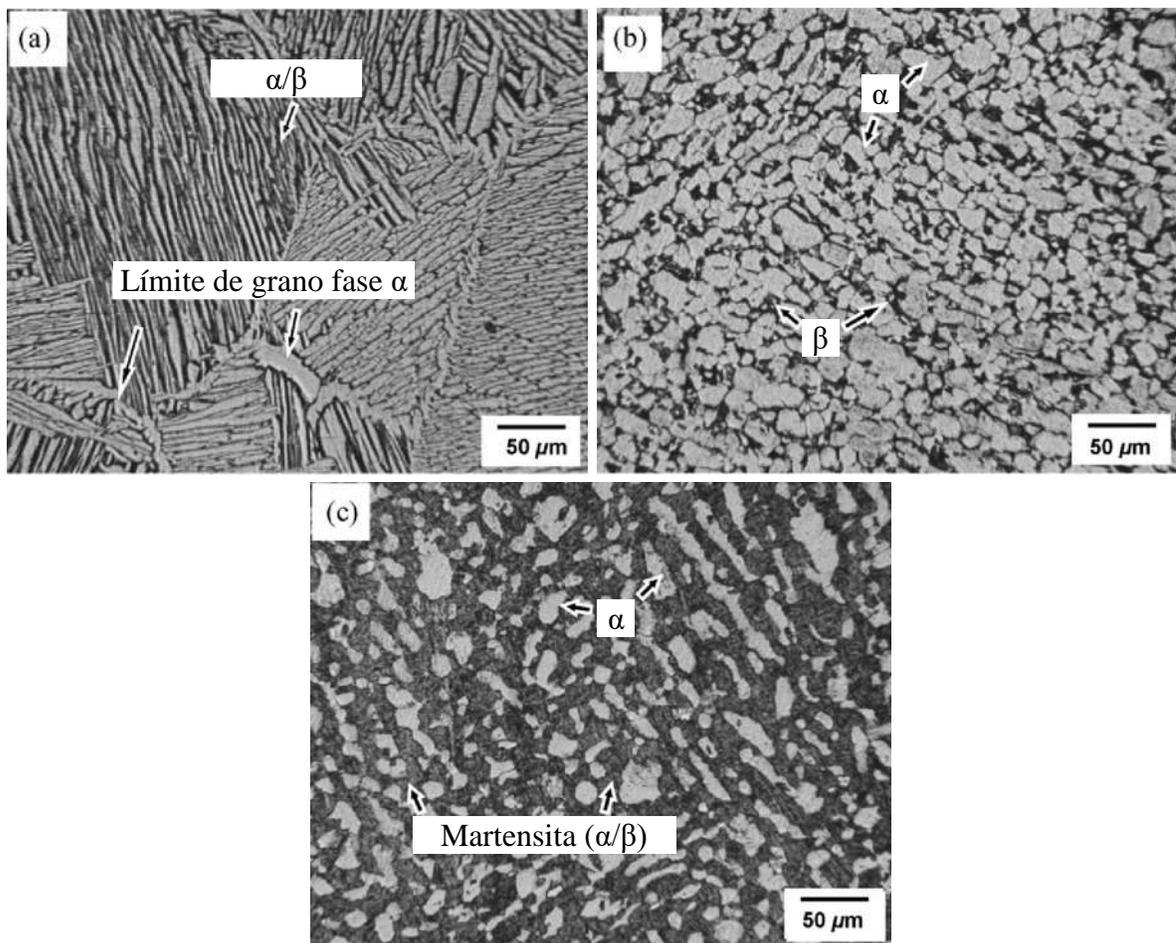


Figura 2.11 Micrografías de microestructuras (a) Widmanstätten, (b) equiaxial y (c) bifásica [6].

Realizaron el tratamiento térmico de sobre-envejecido a 500°C por 200 horas para precipitar partículas finas de α_2 en las tres diferentes microestructuras. Reportaron la presencia de la

precipitación mediante imágenes de microscopía electrónica de barrido como se muestran en la Figura 2.12.

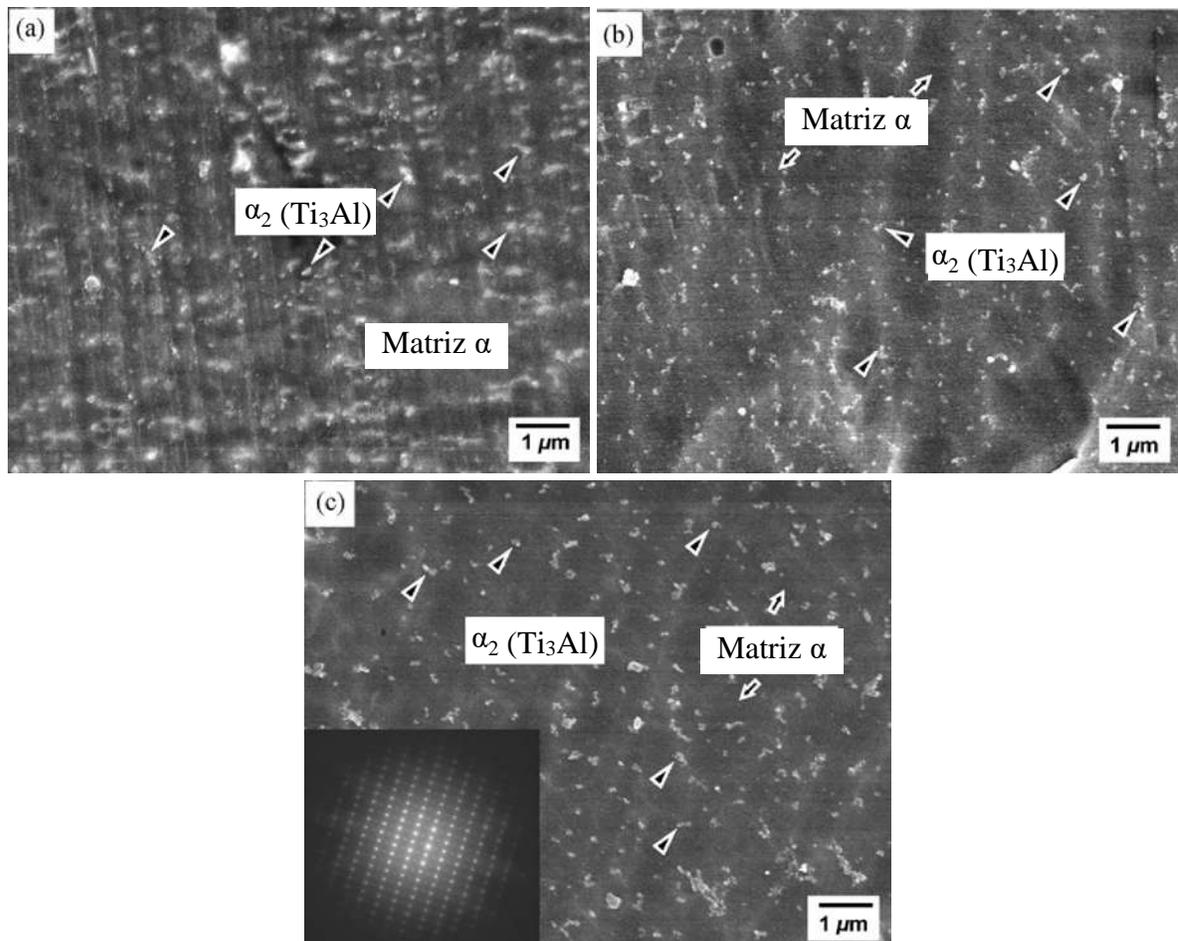


Figura 2.12 Micrografías de microestructuras (a) Widmanstätten, (b) equiaxial y (c) bifásica, mostrando partículas finas de α_2 (Ti_3Al) distribuidas homogéneamente en la fase α [6].

Los resultados de las pruebas de tensión para las microestructuras sin sobre-envejecido, mostraron que la microestructura bifásica presenta el esfuerzo último a la tensión y el esfuerzo de cedencia más alto, esto se le atribuye a la martensita templada dentro de su microestructura, mientras que la microestructura equiaxial presenta la mayor elongación. Para las microestructuras sobre-envejecidas, en la microestructura bifásica el esfuerzo último de tensión y de cedencia disminuyeron, en cambio la elongación incrementó. Esto lo atribuyeron a que el reblandecimiento de la martensita templada provocado por el largo tiempo de sobre-envejecido es mayor que el endurecimiento por las partículas finas precipitadas. Concluyendo que la estructura bifásica muestra una gran resistencia a la tensión.

Por otra parte, la tenacidad a la fractura de las tres microestructuras sobre-envejecidas disminuyó un poco, debido a la reducción a la resistencia de la fractura por el largo tiempo del tratamiento térmico, a pesar del efecto de endurecimiento por la precipitación de partículas finas α_2 .

Lee y col. [13], precipitaron partículas intermetálicas α_2 muy finas en una microestructura equiaxial y una bifásica, debido al sobre-envejecido de una aleación Ti-6Al-4V. Observaron cambios en propiedades mecánicas mediante pruebas de dureza y tensión. La Figura 2.13, muestra los resultados de la variación de la dureza Vickers (VH) en función del tiempo de envejecido a 545°C para ambas microestructuras (bifásica y equiaxial). El incremento de dureza es mayor en la microestructura equiaxial en las primeras 100 horas de envejecido, mientras que la microestructura bifásica tiende a incrementarse ligeramente, a pesar de esto la microestructura bifásica presenta mayor dureza, debido a la presencia de martensita templada dentro de su microestructura.

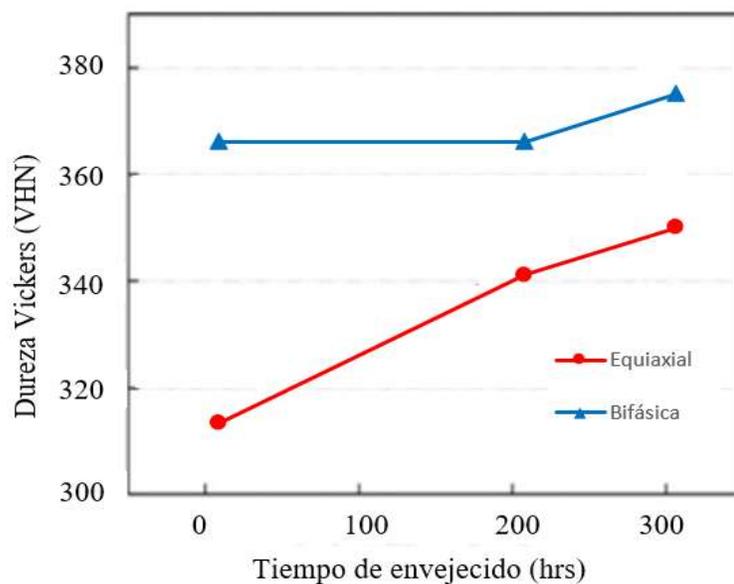


Figura 2.13 Variación de la dureza Vickers en función del tiempo de envejecido [13].

Los resultados de las pruebas de tensión de las microestructuras con y sin envejecido se muestran en la Tabla 2.4. Mostrando que la microestructura equiaxial presenta buena resistencia a la tensión y elongación, debido a la presencia de granos alfa finos y equiaxiados. Mientras la microestructura bifásica presenta mayor esfuerzo de fluencia y esfuerzo último a la tensión, debido a la formación

de martensita templada en la microestructura. Pero la elongación es menor en la microestructura bifásica.

Tabla 2.4 Resultados de ensayos de tensión de las microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V [13].

Microestructura	Limite elástico [MPa]	Esfuerzo último a la tensión [MPa]	Elongación [%]
Equiaxial sin envejecido	872	959	15.1
Bifásica sin envejecido	1070	1134	10.7
Equiaxial envejecido	926	962	17.3
Bifásica envejecido	1020	1054	15.0

Rana y col [37], estudiaron la precipitación de cobre en un acero libre de intersticiales a través de la técnica de PTE. La precipitación de cobre la realizaron mediante un envejecimiento a distintos tiempos de permanencia a 500°C y 550°C. En sus experimentos, reportaron que las mediciones de PTE incrementaron bruscamente en las primeras horas de envejecido, cuando el cobre precipita en solución sólida; alcanzando su saturación de 4 a 8 horas como se muestra en la Figura 2.14. El aumento de los valores de PTE son más elevados en la temperatura de 550°C que a 500°C, lo relacionaron a que existe mayor difusión de átomos de cobre a 550°C, lo cual incremento la cantidad de precipitados de cobre. El incremento de potencial termoeléctrico en el envejecido prolongado (mayor a 8 horas), lo atribuyeron a la pérdida de coherencia de los precipitados de cobre con la matriz del acero.

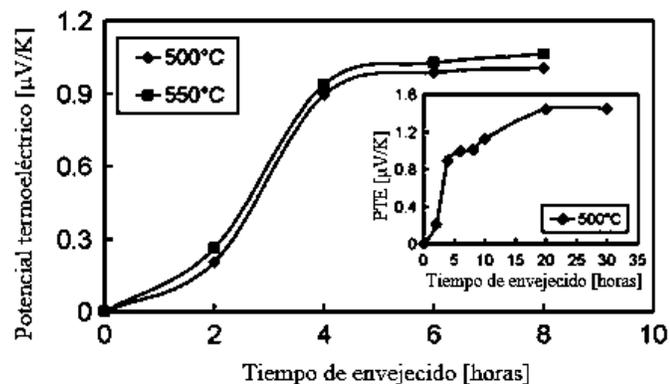


Figura 2.14 Incremento del potencial termoeléctrico debido a un envejecido de 500°C y 550°C, recuadro: envejecido de 500°C a tiempos más largos [37].

Celada y col. [38], estudiaron el comportamiento de un acero inoxidable endurecido por envejecido a 450°C por 72 horas. El endurecimiento por precipitación lo evaluaron relacionando la microdureza Vickers (HV), potencial termoeléctrico (PTE) y pruebas de tensión. El acero inoxidable exhibió un continuo endurecimiento durante el tiempo de envejecido, incrementando su dureza 300 Hv. Reportaron que la microdureza Vickers, comparada con las mediciones de PTE, es más sensible para detectar las etapas iniciales de envejecido. Mientras que, en etapas más avanzadas el PTE mostro mayor sensibilidad a la detección de átomos en solución sólida y precipitación de partículas. En la Figura 2.15, se muestran los resultados de las técnicas sensibles a los cambios microestructurales (potencial termoeléctrico y microdureza Vickers), ocurridos por el envejecido. Se puede observar un incremento de dureza y PTE con respecto al tiempo de envejecido, debido a la presencia de precipitados en la matriz del acero inoxidable.

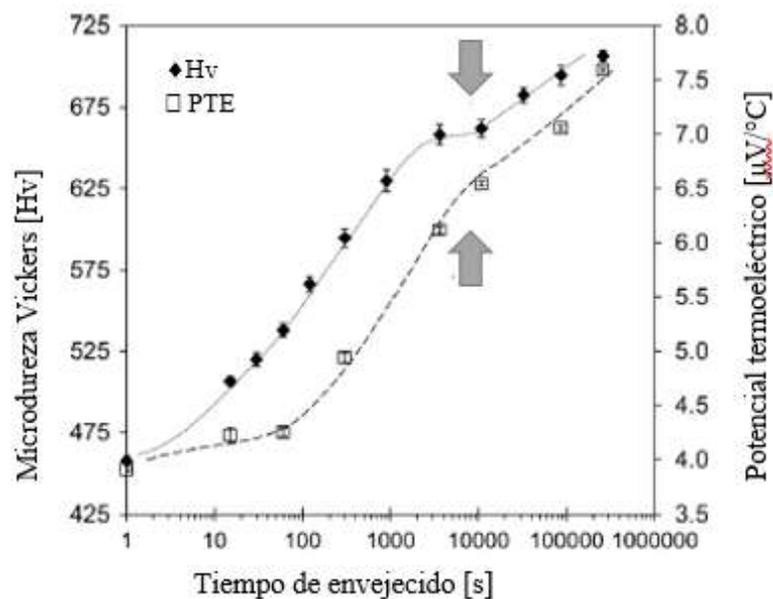


Figura 2.15 Efecto del tiempo de envejecido en microdureza Vickers y PTE a una temperatura de envejecido de 450°C. Las flechas indican cambio de pendiente [38].

Carreón y col. [39], investigaron los factores que afectan la variación de la atenuación ultrasónica en dos diferentes microestructuras de la aleación Ti-6Al-4V, Widmanstätten y equiaxial. Realizaron un envejecido de 545°C a diferentes tiempos para precipitar partículas intermetálicas α_2 dentro de la fase α . En la Figura 2.16 muestran la relación entre la atenuación ultrasónica y la

frecuencia en las diferentes microestructuras, reportaron que la atenuación ultrasónica es sensible a la frecuencia e incrementa en el rango de frecuencias presentado. Además, observaron que la atenuación ultrasónica varía en las dos microestructuras para una misma frecuencia.

La medición de la atenuación incremento al aumentar el tiempo de envejecido, al igual que la fracción de precipitados. Mientras que, el tamaño de grano se mantuvo a lo largo del tiempo de envejecido para cada microestructura, por lo cual, atribuyeron el incremento de la atenuación principalmente a la precipitación α_2 distribuida en la fase α .

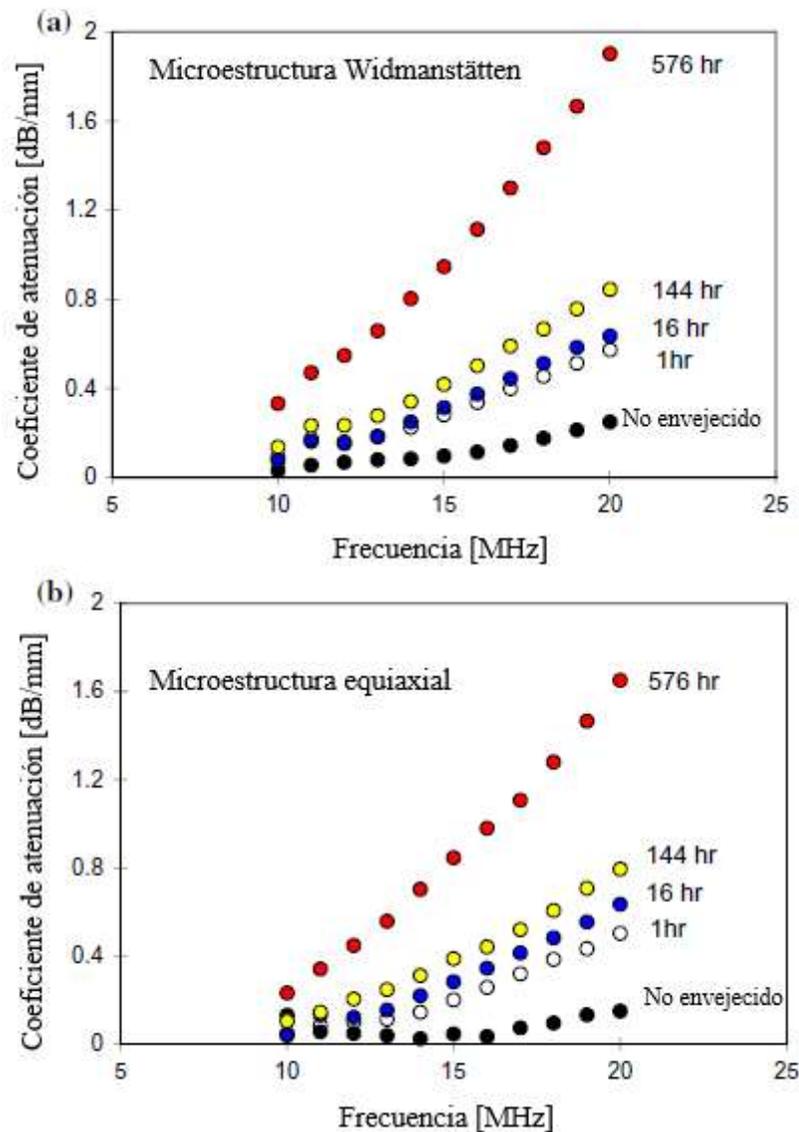


Figura 2.16 Atenuación ultrasónica vs. frecuencia, en muestras de Ti-6Al-4V con microestructuras (a) Widmanstätten y (b) equiaxial envejecidas y sin envejecer [39].

Gheysarian and Abbasi [10], estudiaron el efecto del tratamiento de envejecido en la microestructura y comportamiento mecánico de una bifásica de la aleación de titanio Ti-6Al-4V. Los autores evaluaron tres diferentes tratamientos térmicos para obtener la microestructura bifásica, como se muestran en la Figura 2.17. Los tratamientos térmicos de las tres muestras fueron: la muestra “A” la solubilizaron a 950°C por una hora y la enfriaron en agua, la muestra “B” la solubilizaron a 950°C por una hora y enfriaron en agua, después fue envejecida a 550°C durante 4 horas y la enfriaron en aire a temperatura ambiente. Por último, la muestra “C” la solubilizaron a 950°C por una hora y enfriaron en agua, la recociaron a 700°C por dos horas y envejecida a 550°C durante 4 horas y la enfriaron en aire a temperatura ambiente.

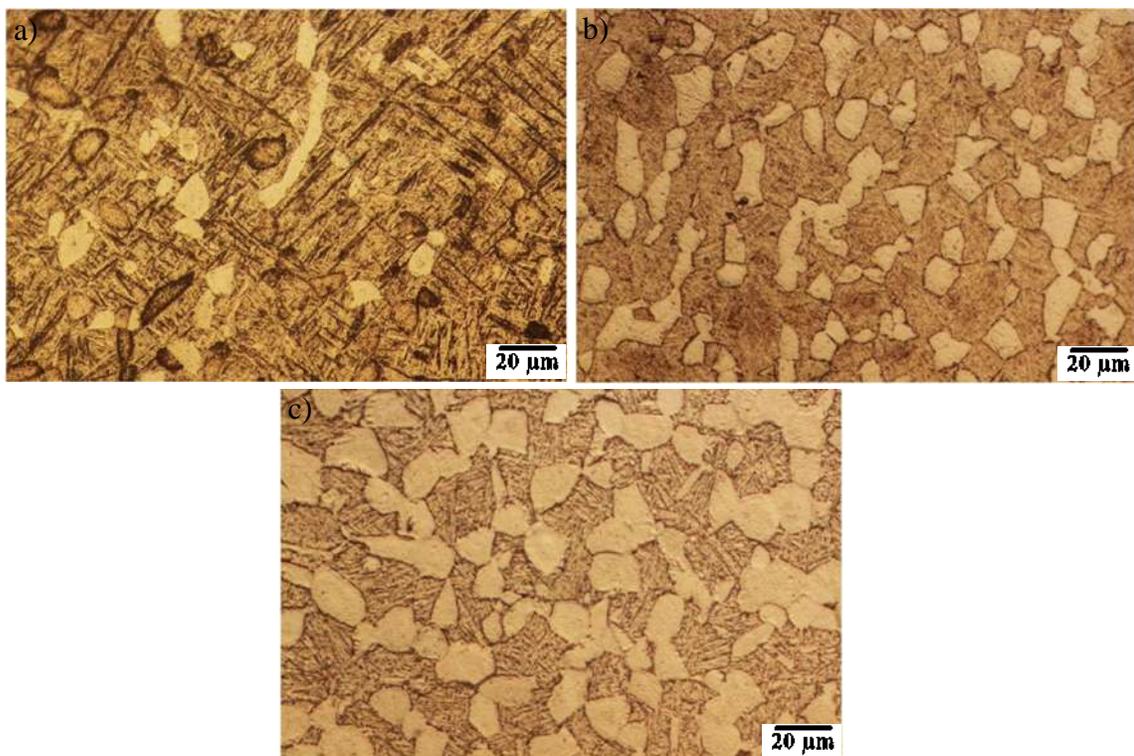


Figura 2.17 Microestructuras correspondientes a) muestra A, b) muestra B y c) muestra C, obtenidas en microscopio óptico [10].

Realizaron probetas de tensión basadas en la norma ASTM-E8. En la Figura 2.18, se muestran los resultados que obtuvieron en los ensayos de tensión que realizaron. Reportaron que el esfuerzo último a la tensión de las muestras A y B son mayores a la de la muestra C, pero presentaron menor ductilidad. La baja ductilidad las muestras A y B las relacionan a la estructura martensítica, siendo en la muestra B la más frágil al formarse martensita templada (formación de fase α retenida en la fase β) durante el envejecido. Por otra parte, la ductilidad de la muestra C la atribuyen a la descomposición de la microestructura martensítica debido al recocido previo al envejecido.

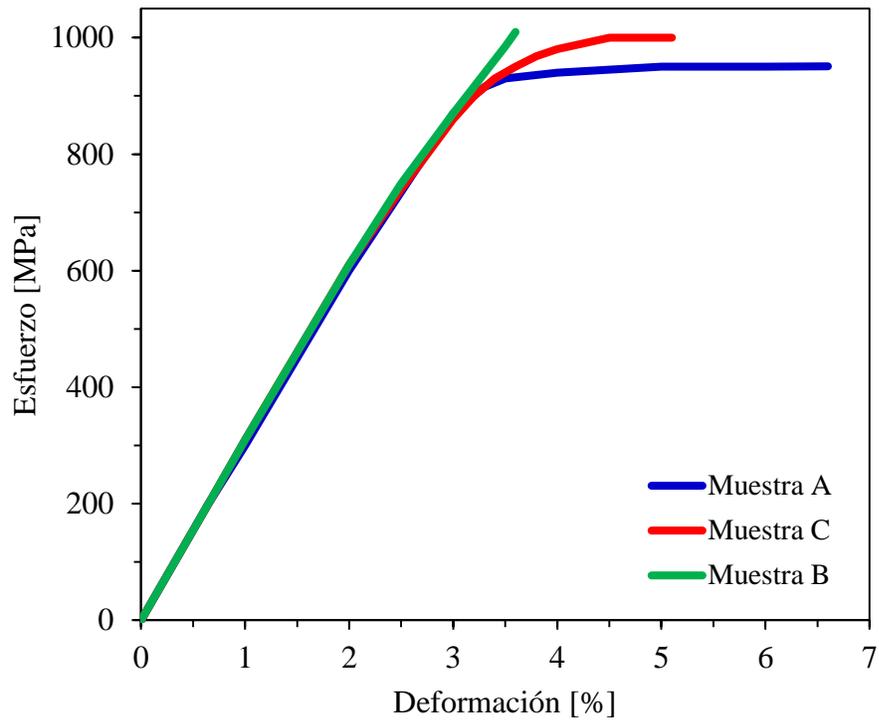


Figura 2.18 Curvas esfuerzo-deformación de las muestras A, B y C [10].

CAPÍTULO 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1. Material y composición química

Se cortaron doce muestras de una placa de 12.7 mm de espesor con dimensiones mostradas en la Figura 3.1, las dimensiones fueron consideradas de acuerdo a las técnicas no destructivas que se emplearon. La composición química de la aleación se muestra en la Tabla 3.1.

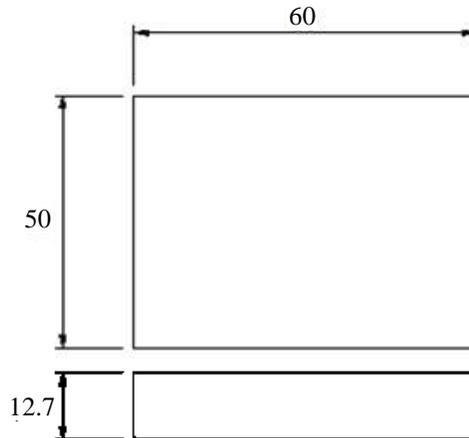


Figura 3.1 Diagrama esquemático de la muestra usada en ensayos no destructivos, cotas en mm.

Tabla 3.1 Composición química de la aleación Ti-6Al-4V (% en peso), certificada por “VSMPO-AVISMA Corporation”.

Al	V	Fe	H	N	O	C	Y	Ti
6.48	4.15	0.18	0.0010	0.004	0.180	0.004	<0.001	Balance

3.2. Obtención de microestructuras

Las microestructuras bifásica y equiaxial se obtuvieron mediante tratamientos térmicos reportados en la literatura. La microestructura bifásica es el tema principal de estudio en el presente trabajo de investigación. En cambio, la microestructura equiaxial se eligió para comparar propiedades mecánicas y sensibilidad de los ensayos no destructivos en ciertos tiempos de envejecido donde se obtuvieron cambios abruptos en los resultados de la microestructura bifásica. Además de corroborar la reproducibilidad de las condiciones de los tratamientos térmicos seleccionados para la obtención de las microestructuras, ya que algunas propiedades mecánicas no coincidieron con lo reportado en la literatura.

3.2.1. Microestructura bifásica

La microestructura bifásica se obtuvo manteniendo la temperatura 40°C por debajo de la temperatura de transformación (T_{β}), es decir a 950°C durante 1 hora y se enfrió en agua, posteriormente se mantuvo la temperatura a 600°C durante 4 horas y se enfrió a temperatura ambiente, en la Figura 3.2 se muestra un esquema representativo del tratamiento térmico que se llevó a cabo para la obtención de la microestructura. El calentar la aleación a la temperatura de tratamiento de la solución (950°C) produce una relación más alta de la fase β . La división de las fases α y β se mantiene mediante el enfriamiento. En el envejecido posterior, se produce la descomposición de la fase β inestable, proporcionando alta resistencia [3, 13, 17, 20, 22].

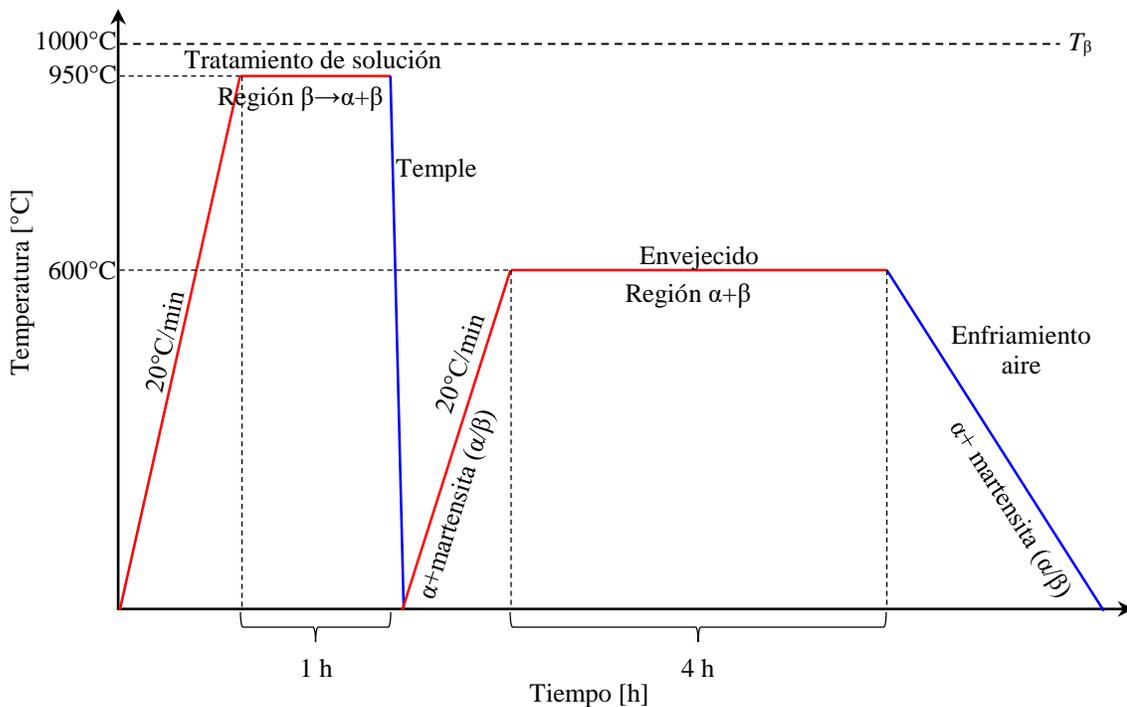


Figura 3.2 Diagrama esquemático del tratamiento térmico para obtener una microestructura bifásica.

3.2.2. Microestructura equiaxial

La microestructura equiaxial se obtuvo calentando la aleación en el rango superior de la región $\alpha + \beta$ a 950°C durante 1 hora, posteriormente, se enfrió lentamente dentro del horno [3, 13, 17, 20,

22]. En la Figura 3.3 se muestra un esquema representativo del tratamiento térmico que se llevó a cabo para la obtención de la microestructura.

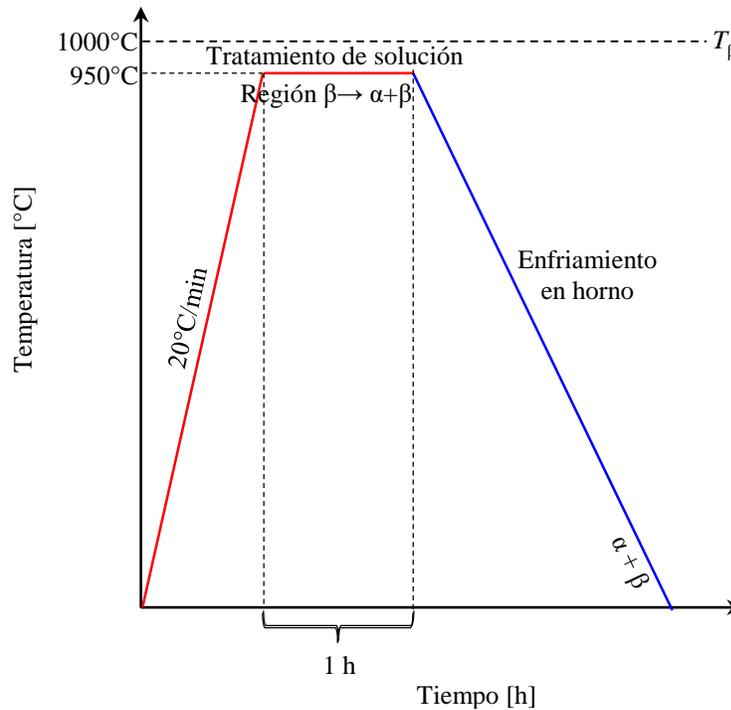


Figura 3.3 Diagrama esquemático del tratamiento térmico para obtener una microestructura equiaxial.

3.3. Tratamiento térmico de envejecido

Se realizó el tratamiento térmico de envejecido a una temperatura de 545°C para precipitar las partículas intermetálicas α_2 dentro de la fase α [3, 17, 20]. Se llevó a cabo en un horno marca VULCAN, donde se envejecieron las muestras destinadas a micrografía, ensayos no destructivos y probetas de tensión. Para la microestructura bifásica se eligieron tiempos de 0.5, 1, 10, 50, 100, 200, 480 y 780 h. Por otra parte, para la microestructura equiaxial se eligieron tiempos de 100 y 200 h como puntos de comparación, ya que, en ambos tiempos existió un cambio abrupto en las mediciones de la microestructura bifásica. La Figura 3.4 muestra un esquema representativo del tratamiento térmico de envejecido que se llevó a cabo para la precipitación α_2 .

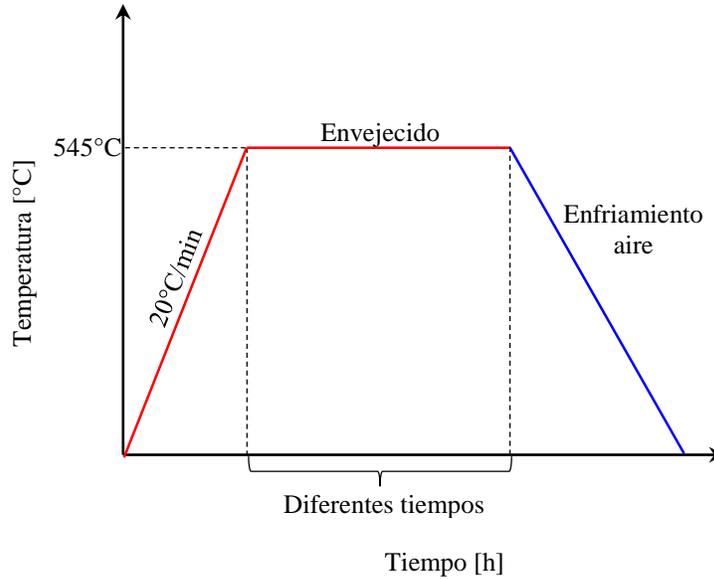


Figura 3.4 Diagrama esquemático del tratamiento térmico de envejecido a diferentes tiempos.

3.4. Caracterización no destructiva

3.4.1. Medición del potencial termoeléctrico (PTE)

Las mediciones de PTE se llevaron a cabo con el equipo marca Walker Scientific, Inc. modelo ATS-6044T. Las mediciones se realizaron mediante la técnica de punta caliente, se empleó un electrodo de punta oro-cobre. La Figura 3.5 muestra un diagrama esquemático de la técnica punta caliente, la cual consiste en utilizar dos puntas metálicas, una punta fría (aproximadamente 25°C) y la otra con una temperatura mayor (aproximadamente 50°C), teniendo un diferencial de temperatura entre ambas aproximadamente de 25°C. Se colocó primero la punta fría y después la punta caliente con un tiempo aproximado de 3 segundos, tiempo suficiente para mostrar y capturar los valores de micro-voltaje generado al cerrar el circuito. Se realizaron 50 mediciones en las muestras destinadas a las mediciones de ensayos no destructivos. Se tomaron 25 mediciones en la sección superior de $60 \times 50 \text{ mm}^2$, al igual que en la parte inferior de la muestra. Los resultados de micro-voltaje entregados por el equipo fueron convertidos a valores de potencial termoeléctrico mediante una calibración del equipo, la cual se describe en el siguiente subtema.

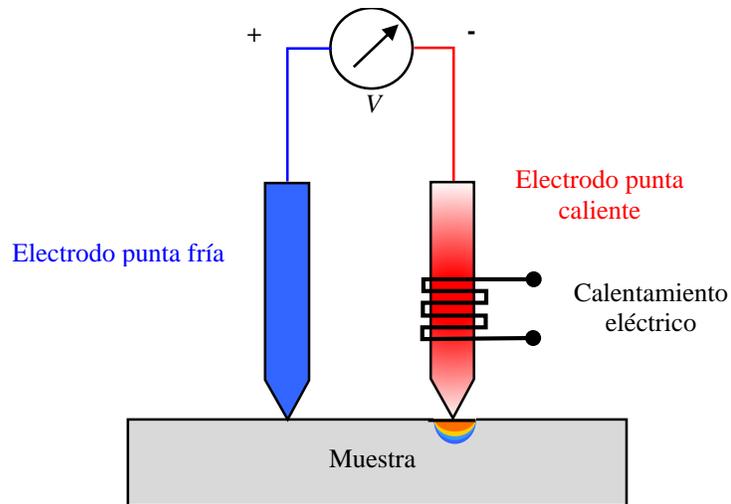


Figura 3.5 Diagrama de potencial termoeléctrico (TEP), técnica de punta caliente.

3.4.1.1. Calibración del equipo

Se realizó la calibración correspondiente al equipo de potencial termoeléctrico para convertir los valores de micro-voltaje medidos a valores de potencial termoeléctrico. Primeramente, se tomaron los valores de potencial termoeléctrico ya conocidos de algunos materiales tales como: cobre, alumel, chromel y Ti-6Al-4V, estos valores fueron obtenidos de referencias bibliográficas y son mostrados en la Tabla 3.2. Posteriormente, se midieron estos materiales con el equipo y el electrodo de punta oro-cobre, cuyos valores se muestran en la siguiente Tabla 3.3.

Tabla 3.2 Potencial termoeléctrico conocido de materiales.

Material	Potencial termoeléctrico [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]
Alumel	-18.2
Chromel	22.4
Cobre	2.25
Ti-6Al-4V	-4.9

Los valores anteriores fueron graficados para calcular la ecuación de regresión lineal mediante Excel, programa comercial, como se muestra en la Figura 3.5. El cálculo del potencial termoeléctrico se obtuvo empleando la ecuación de regresión lineal que se presenta en el gráfico.

Tabla 3.3 Mediciones de potencial termoeléctrico para calibración.

Material	Potencial termoeléctrico [$\mu\text{V}/^\circ\text{C}$]	Micro-Voltaje medido [μV]
Chromel	22.4	-295.0
Cobre	2.25	22.0
Ti-6Al-4V	-4.9	110.6
Alumel	-18.2	283.8

Los valores anteriores fueron graficados para calcular la ecuación de regresión lineal mediante Excel, programa comercial, como se muestra en la Figura 3.6. El cálculo del potencial termoeléctrico se obtuvo empleando la ecuación de regresión lineal que se presenta en el gráfico.

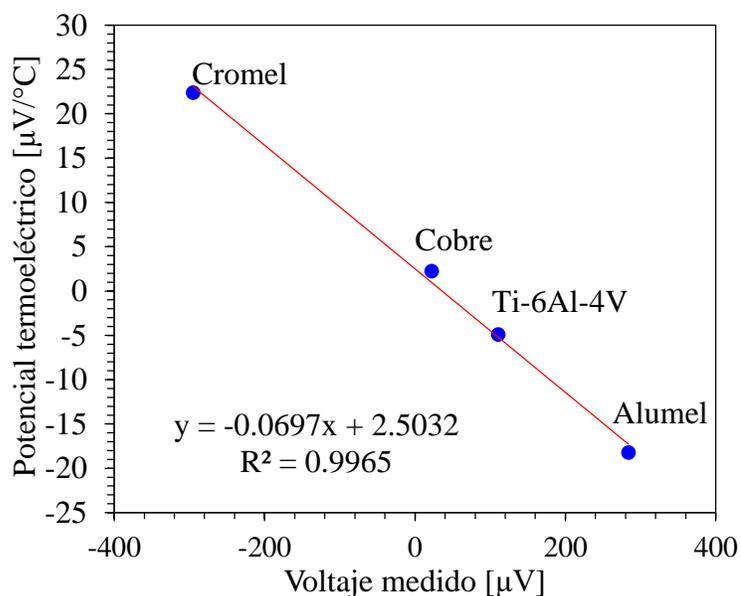


Figura 3.6 Gráfico de calibración de la punta oro-cobre.

3.4.2. Medición ultrasónica

Las mediciones ultrasónicas de velocidad de onda y atenuación ultrasónica se realizaron en un escáner ultrasónico con resolución de 0.01mm. Realizando las mediciones en la microestructura bifásica sin envejecer y a los diferentes tiempos de envejecido.

3.4.2.1. Atenuación

La medición de atenuación se realizó empleando la técnica de inmersión, usando el método de pulso-eco. Se utilizó un osciloscopio marca Teledyne-Lecroy modelo HDO4034, un pulsador-receptor marca Olympus modelo 5073PR y un transductor de inmersión de 20 MHz de frecuencia marca Olympus modelo V317 y un cuarto de pulgada.

El arreglo experimental empleado para el método de pulso-eco se muestra en la Figura 3.7, la onda ultrasónica viaja en el agua y golpea la muestra, la onda transmitida en la muestra interactúa con la microestructura antes de reflejarse en el transductor en la parte inferior de la muestra (señal de radio frecuencia, eco 1). Las amplitudes de los pulsos reflejados fueron usados para calcular el coeficiente de atenuación [33]. Los valores de amplitud de los ecos obtenidos del osciloscopio fueron empleados en las ecuaciones (22) a (28), descritas en el Capítulo II, corrigiendo a la atenuación bruta debido a factores experimentales que afectan la medición, realizándose correcciones debido a pérdidas por impedancia, rugosidad superficial y por difracción del haz. Obteniendo la medición del coeficiente de atenuación con alta precisión en los diversos tiempos de envejecido.

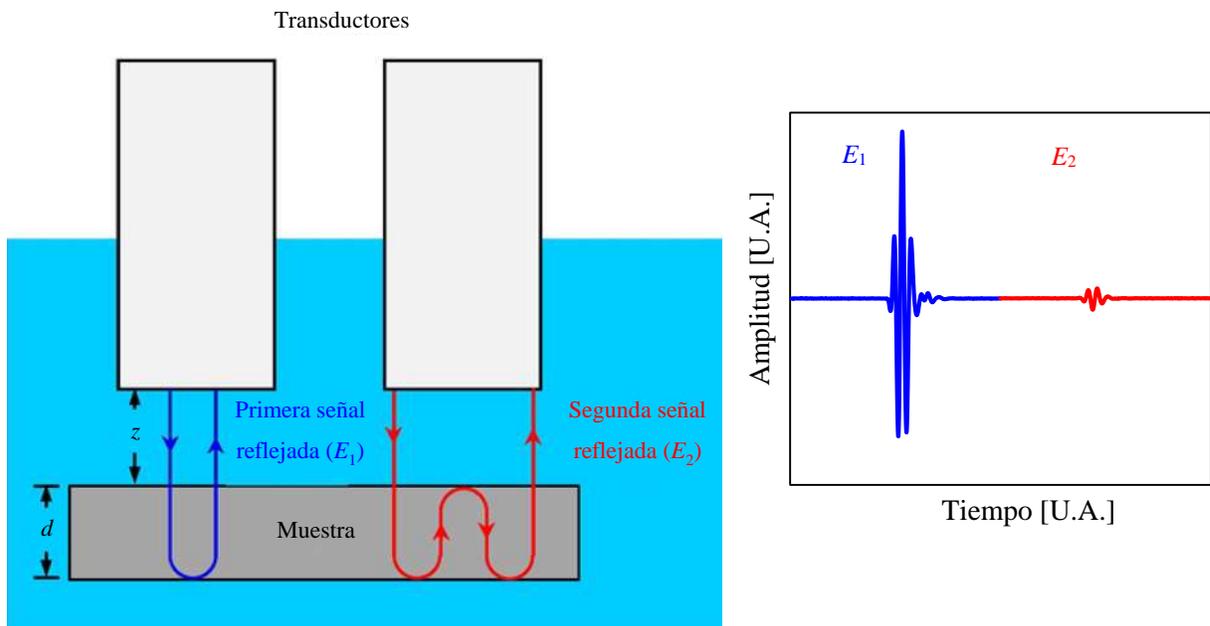


Figura 3.7 Representación esquemática de la técnica de inmersión pulso/eco [33].

3.4.2.2. Velocidad de onda

La medición de las velocidades de onda se realizó mediante un osciloscopio marca Teledyne lecroy modelo HDO4034, un pulsador-receptor marca Olympus modelo 5073PR y dos transductores para medir las velocidades ultrasónicas: de corte y longitudinal. La velocidad ultrasónica de corte se midió empleando un transductor de contacto de ondas de corte marca Olympus modelo V156 de un cuarto de pulgada y 5 MHz de frecuencia, se usó miel de abeja como medio de acople. La velocidad longitudinal se midió con un transductor de contacto de ondas longitudinales marca Olympus modelo L04413 y 5 MHz de frecuencia, como medio de acople se usó glicerina. Ambas velocidades fueron medidas mediante la técnica de contacto, como se muestra en la Figura 3.8.

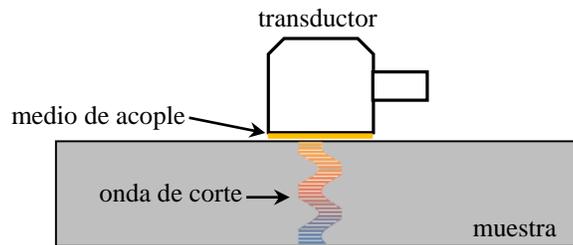


Figura 3.8 Representación esquemática de la técnica de contacto.

La medición realizada con el equipo permite conocer el tiempo que tarda en viajar la onda a través del espesor de la muestra, el cálculo de la velocidad de onda para ambas velocidades se realizó con la ecuación (31), usando el tiempo correspondiente a cada caso según corresponda.

$$c = \frac{2d}{t} \quad (31)$$

Donde c es la velocidad de onda, d es el espesor del material y t es el tiempo que tarda en viajar la onda en el material. Por medio de las ecuaciones (32) y (33), se calcularon las propiedades mecánicas antes mencionadas.

$$\nu = \frac{1 - 2\left(\frac{c_s}{c_d}\right)^2}{2 - 2\left(\frac{c_s}{c_d}\right)^2} \quad (32)$$

$$E = \frac{c_s^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad (33)$$

3.4.3. Medición de caída de potencial de corriente alterna (CPCA)

La medición de caída de potencial de corriente alterna se llevó a cabo con el equipo SIM 921- puente resistivo de AC. Los valores que entrega el equipo después de la medición son de resistividad eléctrica, por lo cual se empleó la ecuación (30) para obtener los valores de conductividad. Por último, se graficaron los valores de conductividad con respecto al tiempo de envejecido.

3.5. Caracterización destructiva

3.5.1. Microdureza Vickers (HV)

La microdureza Vickers fue medida con un microdurómetro de marca Mitutoyo, se utilizó una carga de 100 g para realizar las indentaciones en las muestras. Para obtener la microdureza general de la aleación, se realizaron 20 mediciones con una separación de 500 μm entre cada indentación con un tiempo de carga de 10 segundos por indentación.

3.5.2. Ensayo de tensión

Los ensayos mecánicos de tensión se realizaron en una maquina servohidráulica universal de pruebas mecánicas marca MTS modelo Landmark con una capacidad de 100 kN. Las probetas de tensión maquinadas siguieron la norma ASTM E8/E8M – 13^a [40] , en la Figura 3.8 se muestran las dimensiones de las probetas empleadas. La operación de la máquina MTS se realizó con el programa Test Suite Elite, donde se ingresaron los parámetros de velocidad del ensayo de 0.005 mm/s y frecuencia de adquisición de datos de 1 Hz, así como las mediciones de la probeta empleada en el ensayo.

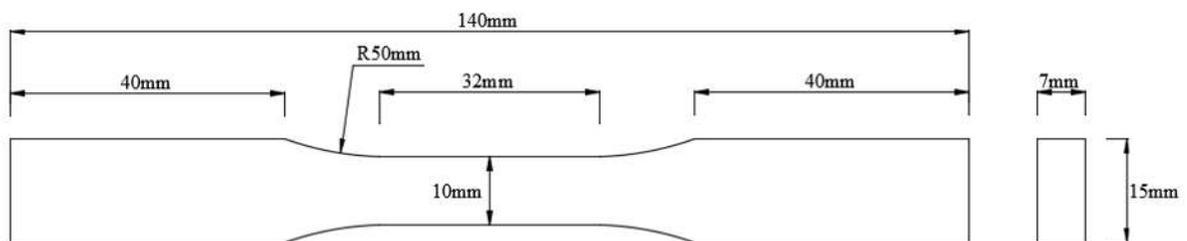


Figura 3.9 Dimensiones de probeta de tensión bajo la norma ASTM E8/E8M - 13^a [40].

Las mediciones de deformación unitaria no se llevaron a cabo, debido a que el extensómetro que se emplea para este equipo es de contacto y no podía exponerse al comportamiento frágil de las probetas, provocando daños en el equipo de medición para deformación. Obteniendo solamente resultados de elongación.

3.6. Caracterización microestructural

3.6.1. Microscopía óptica (MO)

La preparación de las muestras se llevó a cabo lijando las probetas mediante papel de lija de agua desde número 80 hasta el número 2000, seguido de un pulido con pasta de diamante de 6 a 1 micras, dejando las piezas con acabado espejo. Posteriormente, se realizó un ataque químico con la finalidad de revelar la microestructura de las muestras. Se utilizó un ataque químico conocido como Kroll (100 ml H₂O, 3 ml HF, 5 ml HNO₃), durante un intervalo de tiempo entre 10 y 15 segundos, enjuagando con alcohol seguido de agua destilada para limpiar la muestra. Por último, fueron observadas en el microscopio óptico. Con las imágenes obtenidas del microscopio óptico se realizó mediciones de tamaño de grano, usando el programa comercial “Sigma Scan Pro 5”.

3.6.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Las muestras fueron llevadas a microscopio electrónico de barrido marca JEOL modelo JS-6400, operando con un voltaje de 15kV y una distancia de trabajo de 11.5 mm. La finalidad de esta técnica fue detectar y determinar la presencia de la precipitación α_2 en la fase α .

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Microscopia óptica (MO)

La caracterización metalográfica del material de llegada y las microestructuras bifásica y equiaxial, obtenidas mediante diferentes tratamientos térmicos, se inició mediante microscopia óptica con la finalidad de observar los cambios microestructurales producidos por las condiciones empleadas para la obtención de las microestructuras.

4.1.1. Condición de llegada (AR)

En la Figura 4.1 se muestra la microestructura de la aleación Ti-6Al-4V en condición de llegada (AR) la cual está compuesta de dos fases; la fase α (color gris claro) y la fase β (color gris oscuro). Presenta granos equiaxiados de α y β , con un porcentaje de 53% fase α y 47% fase β . El porcentaje de fase se realizó con el programa “Sigma Scan Pro 5”.

El historial termomecánico de la aleación no fue proporcionado por el fabricante, por lo cual se desconoce los tratamientos térmicos para la obtención de este arreglo microestructural. En la literatura reportan microestructuras similares a la que se presenta en la Figura 4.1, tal es el caso de Carreón y col. [39], los autores realizaron un tratamiento térmico de recocido a 700°C por dos horas seguido de un enfriamiento en agua. En sus resultados reportan una microestructura equiaxial similar a la Figura 4.1 con una fracción volumétrica de fase α y β de 52.2 y 47.8 %, respectivamente.

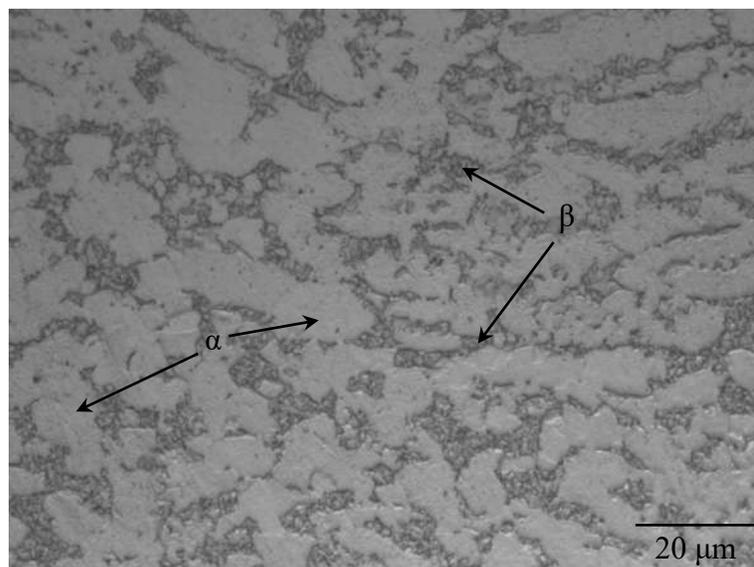


Figura 4.1 Micrografía de la aleación Ti-6Al-4V en condición de llegada (AR), 1000x.

4.1.2. Bifásica

La Figura 4.2 muestra la microestructura bifásica que se obtuvo a partir de los tratamientos térmicos mencionados en el capítulo tres, la cual se compone de dos fases; α y β . Presenta granos equiaxiales α (color gris claro) y granos de martensita templada α/β (color gris oscuro), con una fracción volumétrica de granos α del 53.8% y de martensita templada α/β del 46.2%. Mientras que el tamaño promedio de grano α es de 6 μm y el de la martensita templada α/β es de 7 μm .

En la literatura, los autores Lee y col. [6], Gheysarian y col. [10] y Lee y col. [13] obtuvieron una microestructura bifásica similar a la que se muestra en la Figura 4.2, al llevar a cabo condiciones similares de tratamiento térmico. Los autores reportaron una fracción volumétrica de martensita templada del 52% y una fracción volumétrica de fase α del 48%. Patil y col. [41] han reportado que el porcentaje de fracción volumétrica de fases presentes en la microestructura bifásica es controlado por el tiempo de enfriamiento durante el temple realizado después del solubilizado.

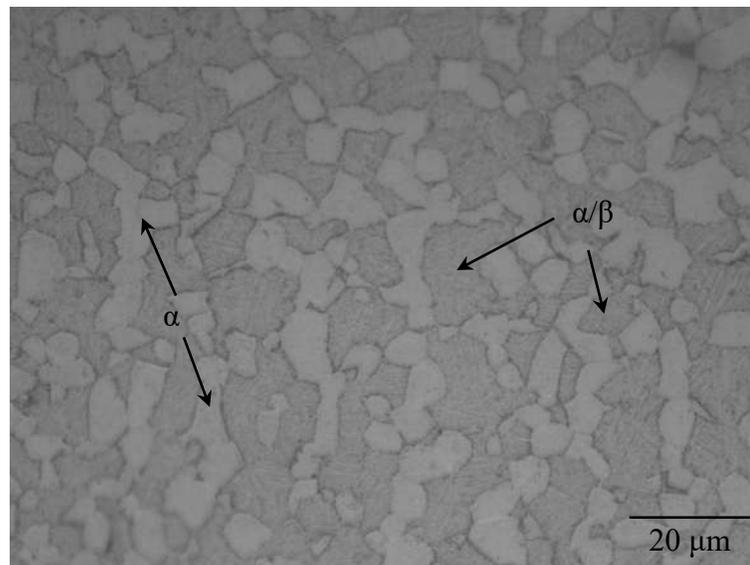


Figura 4.2 Micrografía de la microestructura bifásica sin tratamiento térmico de envejecido, 1000x.

El tratamiento térmico de envejecido a 545°C en la microestructura bifásica a diferentes tiempos propicio la precipitación de partículas α_2 , las cuales no son posibles de observar mediante microscopía óptica debido a su tamaño nanométrico. Sin embargo, la evolución de la morfología de la microestructura bifásica a tiempos de 0.5, 1, 10 y 50 h no presenta cambios aparentes, como se muestra en la Figura 4.3.

De manera visual no se presentan cambios en el tamaño de grano y morfología de las fases presentes. Un análisis semi-cuantitativo de fracción volumétrica de los granos presentes demostró que el porcentaje de fracción volumétrica de grano α y martensita templada α/β es similar al de la microestructura bifásica sin envejecer, manteniéndose dentro de valores de 53% a 54.4 % para α y de 45.6% a 47 % para la martensita templada, los valores de fracciones volumétricas correspondientes a los tiempos de envejecido se muestran en la Tabla 4.1. Además, el tamaño de grano no es afectado por el envejecido en tiempos tempranos, manteniendo un tamaño promedio de grano α entre 6.1 y 6.4 μm , y de martensita templada α/β entre 6.6 y 7.0 μm .

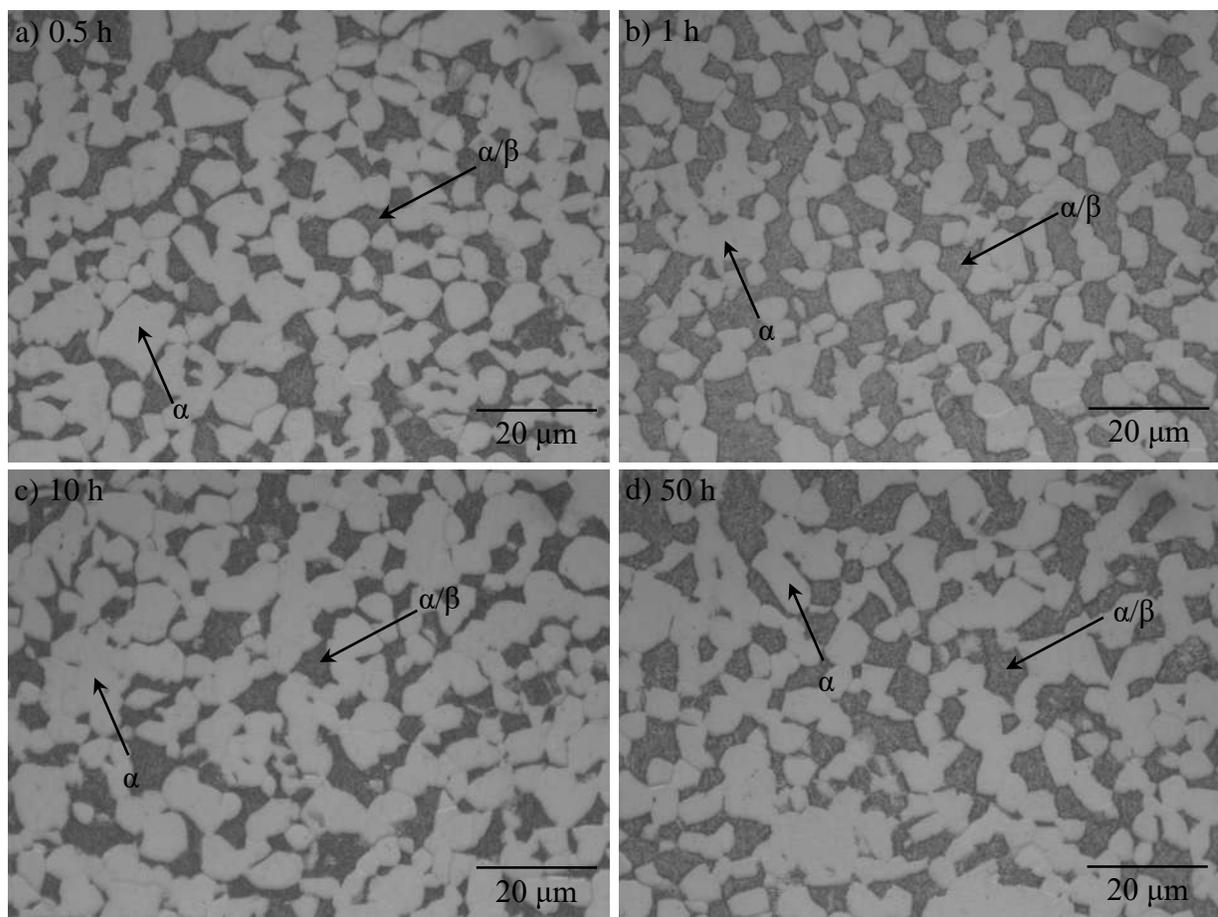


Figura 4.3 Micrografías de la microestructura bifásica envejecida: a) 0.5 h, b) 1 h, c) 10 h y d) 50 h, 1000x.

Tabla 4.1 Porcentaje de fracción volumétrica de la microestructura bifásica sin envejecer y envejecida.

Microestructura bifásica	Sin envejecer	Tiempo de envejecido							
		0.5 h	1 h	10 h	50 h	100 h	200 h	480 h	720 h
α [%]	53.8 ± 1	54.4 ± 0.2	54.3 ± 0.3	53.0 ± 0.5	52.9 ± 0.3	54.8 ± 1.2	53.5 ± 0.4	54.6 ± 0.7	53.8 ± 1.2
Martensita templada α/β [%]	46.2 ± 0.7	45.6 ± 0.5	45.7 ± 0.8	47.0 ± 0.6	46.1 ± 0.4	45.2 ± 0.8	46.5 ± 1.1	45.4 ± 0.9	46.2 ± 0.8

En la Figura 4.4, se muestra la microestructura bifásica envejecida a tiempos largos de 100, 200, 480 y 720 h; de manera visual presenta un cambio en los granos de martensita templada α/β a partir de 200 horas de envejecido, como se muestra en la Figura 4.4 b). En tiempos de 480 y 720 h la saturación en los granos de martensita templada disminuye paulatinamente como se muestra en la Figura 4.4 c) y d). La fracción volumétrica de las fases presentes no mostró cambios significativos a tiempos largos de envejecido en comparación a la muestra sin envejecido. Mediante un análisis semi-cuantitativo por un software analizador de imagen se determinó que la fase α se mantuvo dentro de un rango de 53.8% a 54.8% y la martensita templada dentro de 45.2% a 46.5%. De la misma forma, el tamaño de grano no fue afectado por el envejecido a tiempos largos, como se muestra en la Figura 4.5, manteniendo un tamaño promedio de grano α de 6.7 a 6.9 μm y de 7 a 7.5 μm en la martensita templada α/β durante tiempos largos.

En la literatura, Lee y col.[6, 42] reportaron que el tamaño de grano y la fracción volumétrica en una microestructura bifásica y equiaxial no presentaron cambios después de envejecer la microestructura. Obtuvieron un tamaño de grano promedio de 19 μm , siendo un tamaño mayor al medido en este trabajo de investigación, debido a que el tamaño de grano en este tipo de aleaciones es controlado por la velocidad de enfriamiento en el tratamiento térmico durante su fabricación [43].

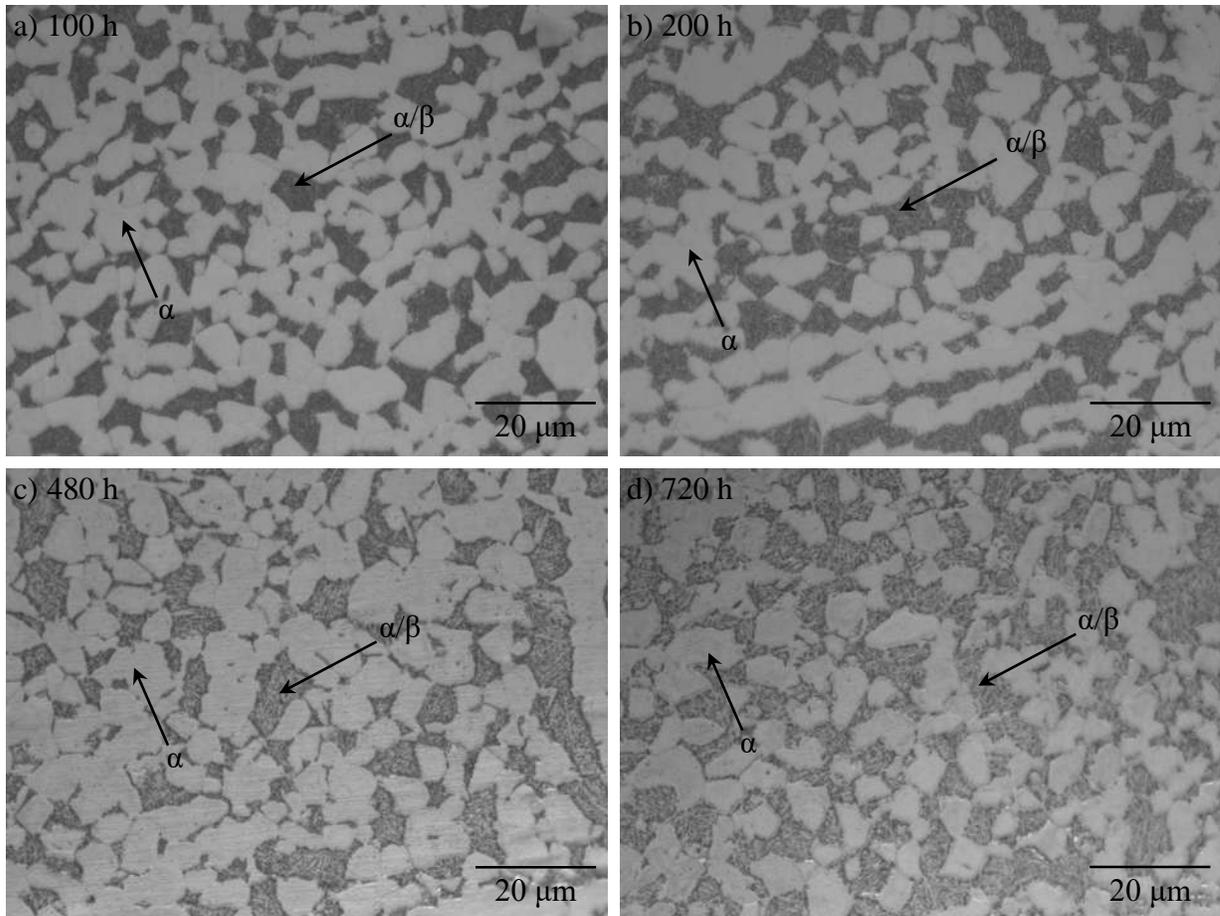


Figura 4.4 Micrografías de la microestructura bifásica envejecida: a) 100 h, b) 200 h, c) 480 h y d) 720 h, 1000x.

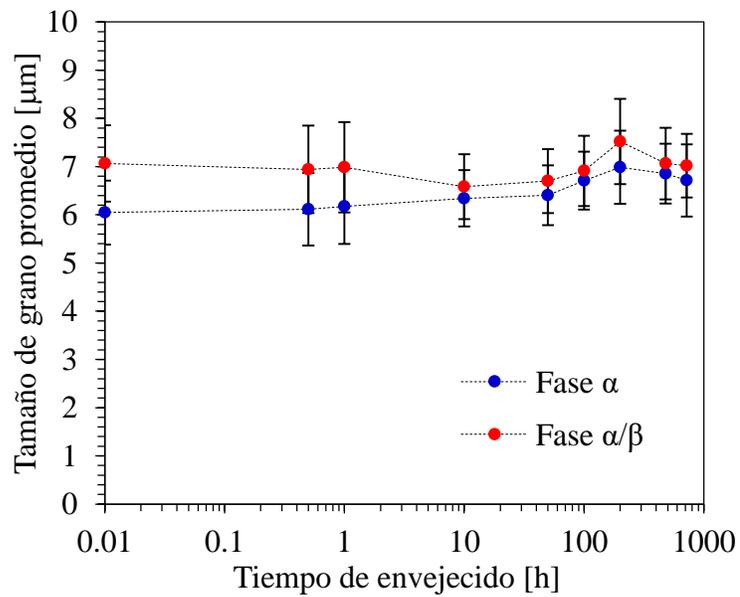


Figura 4.5 Tamaño de grano promedio de las fases α y martensita templada α/β .

4.1.3. Equiaxial

La microestructura equiaxial fue seleccionada con la finalidad de comparar los resultados obtenidos de propiedades mecánicas, PTE y CPCA, como se mencionó en el capítulo tres. Además de corroborar la reproducibilidad de las condiciones de los tratamientos térmicos seleccionados para la obtención de la microestructura bifásica, ya que algunas propiedades mecánicas no coincidieron con lo reportado en la literatura, lo cual será discutidos más adelante en este capítulo.

La Figura 4.6 muestra la microestructura equiaxial obtenida a partir del tratamiento térmico descrito en el capítulo tres. Se compone de granos equiaxiales de la fase α (color gris claro) y fase β retenida en los límites de grano, presentando una fracción volumétrica de la fase α del 84.3% y de la fase β un 15.7%, además de un tamaño de grano promedio de 8.2 μm .

En la literatura, Lee y col. [6, 13] reportaron una microestructura equiaxial similar a la que se presenta en la Figura 4.6, las condiciones del tratamiento térmico empleadas por los autores son las mismas que se utilizaron en este trabajo de investigación. Obtuvieron una fracción volumétrica de 90% para la fase α y un 10% de fase β , así como un tamaño de grano de 19 μm . Los valores de fracción volumétrica son cercanos a los reportados en la investigación presente. En cambio el tamaño de grano que los autores reportan es diferente al medido en el presente trabajo, ya que el tamaño de grano en este tipo de aleaciones es controlado por la velocidad de enfriamiento en el tratamiento térmico durante su fabricación [43].

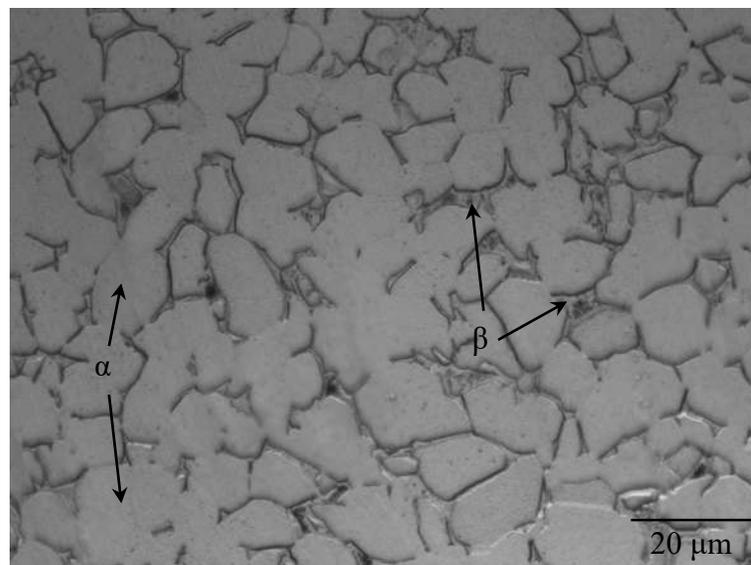


Figura 4.6 Micrografía de la microestructura equiaxial sin tratamiento térmico de envejecido, 1000x.

El tratamiento térmico de envejecido a 545°C en la microestructura equiaxial se realizó únicamente a 100 y 200 h, ya que son condiciones donde se obtuvo un cambio abrupto en las propiedades mecánicas, termoeléctricas y eléctricas de la microestructura bifásica. Además de corroborar la reproducibilidad de las condiciones de los tratamientos térmicos seleccionados para la obtención de las microestructuras, ya que algunas propiedades mecánicas no coincidieron con lo reportado en la literatura, lo cual se discutirá más adelante en este capítulo.

En la Figura 4.7 se muestra la microestructura equiaxial envejecida a 100 y 200 h, a) y b) respectivamente. Al ser de tamaño nanométrico la precipitación α_2 , no es posible observarla mediante esta técnica de microscopía. Por otra parte, como se muestra en la Tabla 4.2, no se presentó cambio en las fracciones volumétricas de las fases α y β , las cuales se mantuvieron dentro de un rango de 83.2% a 85.5% y de 14.5% a 16.8%, respectivamente. El tamaño de grano promedio no se vio afectado por el envejecido, ya que se mantuvo dentro de un rango 7.9 a 8.1 μm .

En la literatura, Lee y col. [6, 13] y Carreón y col. [9] reportaron que la microestructura equiaxial envejecida no presentó cambios en la fracción volumétrica y tamaño de grano, manteniéndose en un rango de 90% a 91% la fracción volumétrica de α y de 9% a 10% para β , mientras que el tamaño de grano fue reportado de 19 μm . Obteniendo resultados similares a los reportados por los autores antes mencionados, a excepción del tamaño de grano, el cual como ya se ha mencionado depende de la velocidad y modo de enfriamiento en el tratamiento térmico durante su fabricación [43].

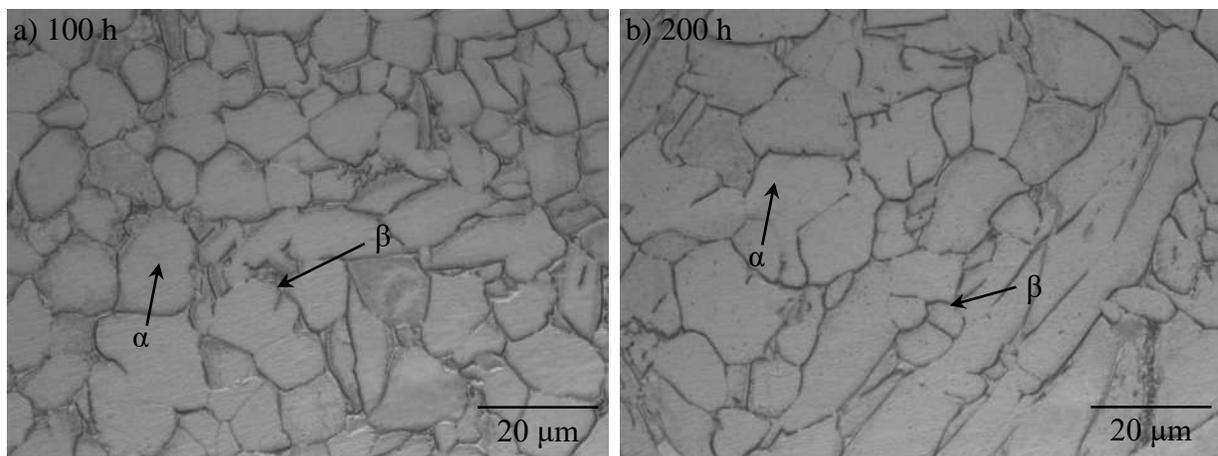


Figura 4.7 Micrografías de la microestructura equiaxial envejecidas durante a) 100 h y b) 200 h, 1000x.

Tabla 4.2 Porcentaje de fracción volumétrica y tamaño de grano promedio de la microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida.

Microestructura equiaxial	Sin envejecer	Tiempo de envejecido	
		100 h	200 h
α [%]	84.3 ± 1	83.2 ± 1.1	85.5 ± 0.6
β [%]	15.7 ± 0.8	16.8 ± 0.8	14.5 ± 0.85
Tamaño de grano α [μm]	8.2 ± 1.2	7.9 ± 1.5	8.1 ± 1.1

4.2. Microscopía electrónica de barrido (MEB)

4.2.1. Bifásica

La Figura 4.8 muestra la microestructura bifásica compuesta por dos fases: granos α equiaxiados (gris oscuro) y granos de martensita templada α/β (blanco con gris claro). Mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido se muestra con mayor definición el grano de martensita templada, el cual está compuesto por fase α (gris) retenida en la fase β (blanco) en forma de laminillas delgadas.

Lee y col. [6, 13] y Lütjering y col. [17] reportaron en sus resultados micrográficas de barrido de la microestructura bifásica semejantes a la presentada en la Figura 4.8. En la literatura la martensita de la microestructura bifásica es descrita como un grano de β con laminillas de α [43].

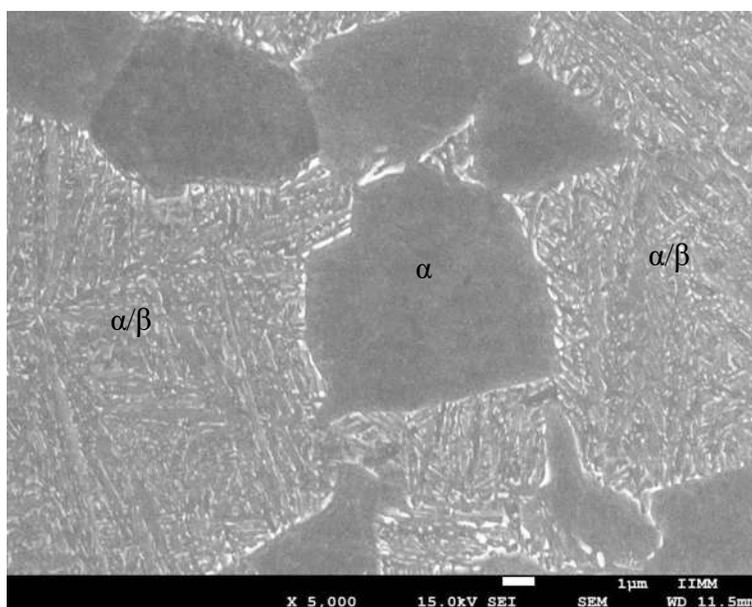


Figura 4.8 Imagen de MEB de la microestructura bifásica sin tratamiento térmico de envejecido.

El tratamiento térmico de la microestructura bifásica a diferentes tiempos se muestra en la Figura 4.9. Mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido es posible observar la precipitación α_2 como pequeños puntos blancos dentro de la fase α . Mediante un software analizador de imágenes se realizó un análisis semi-cuantitativo de la fracción volumétrica de los precipitados α_2 , mostrando un incremento al aumentar el tiempo de envejecido. Iniciando con una fracción volumétrica α_2 del 3.35% a las 10 h de envejecido, hasta alcanzar un 16.25% a 720 h, como se muestra en la Tabla 4.3.

Durante los tiempos de 10 y 50 h la precipitación se concentra cerca de los límites de grano, como se observa en la Figura 4.9 a) y b). A tiempos mayores a 100 h cuando aumenta la cantidad de precipitación se observa una distribución de α_2 dentro del grano de la fase α teniendo preferencia cerca del límite de grano como se aprecia en la Figura 4.9 d), e) y f). Por otra parte, los granos de martensita templada α/β presentan un aumento en el espesor de las laminillas de la fase β al aumentar el tiempo de envejecido, siendo más notorio después de 200 h como se observa en la Figura 4.9 d), e) y f).

Tabla 4.3 Porcentaje de fracción volumétrica de α_2 en la microestructura bifásica envejecida.

Microestructura bifásica	Tiempo de envejecido					
	10 h	50 h	100 h	200 h	480 h	720 h
Fracción volumétrica de α_2 [%]	3.35 ± 0.93	4.28 ± 0.54	5.49 ± 0.41	8.28 ± 2.43	10.06 ± 1.78	16.25 ± 2.23

Lee y col. [6, 13, 44] obtuvieron micrografías similares a las microestructuras bifásicas envejecidas mostradas en el presente trabajo. Los autores no reportan el porcentaje de fracción volumétrica de las partículas α_2 a los diferentes tiempos de envejecido, solo argumentan la presencia de la precipitación α_2 de tamaño nanométrico. Por otra parte, Carreón y col. [39] reportaron que la fracción volumétrica de la precipitación α_2 aumenta de 10.45% a 17.2% en la microestructura Widmanstätten y en la microestructura equiaxial de 8.96% a 14.96%, en tiempos de 1 y 576 h.

En el diagrama ternario de la aleación Ti-6Al-4V se muestra en la Figura 4.10, el cual corrobora que al realizar nuestro tratamiento térmico para la obtención de las microestructuras efectivamente nos encontramos dentro de la región bifásica donde coexisten la fase $\alpha + \beta$. El diagrama de transformación de enfriamiento continuo de la aleación Ti-6Al-4V que se muestra en la Figura 4.11, confirma que las transformaciones que ocurren durante los tratamientos térmicos empleados

para la obtención de la microestructura bifásica. En el primer tratamiento a la temperatura de 950°C (1225 K) la microestructura de la muestra se encuentra en la región $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ y al ser templada en agua resulta la formación de martensita templada ($\alpha + \beta$). En el tratamiento de envejecido a la temperatura de 600°C (875 K) se encuentra dentro de la región $\alpha + \beta$ y al ser enfriada en aire la muestra permanece dentro de esa región.

El diagrama binario de fase Ti-Al se muestra en la Figura 4.12, el cual demuestra que a partir de un 5% de contenido de aluminio para temperaturas de 500°C se presenta una región donde coexisten las fases $\alpha + \alpha_2$, se sustenta que la precipitación observada en la Figura 4.9 pertenecen a la fase α_2 , ya que se cuenta con un 6% de aluminio en la aleación y se realizó el envejecido a 545°C permaneciendo dentro de la región donde coexisten las fases α y α_2 [7, 43]. En la literatura no se ha reportado información sobre cambios en el espesor de las laminillas de la fase β de la martensita templada α/β como las que se muestran en este trabajo de investigación, ya que en su mayoría se enfocan en la precipitación α_2 .

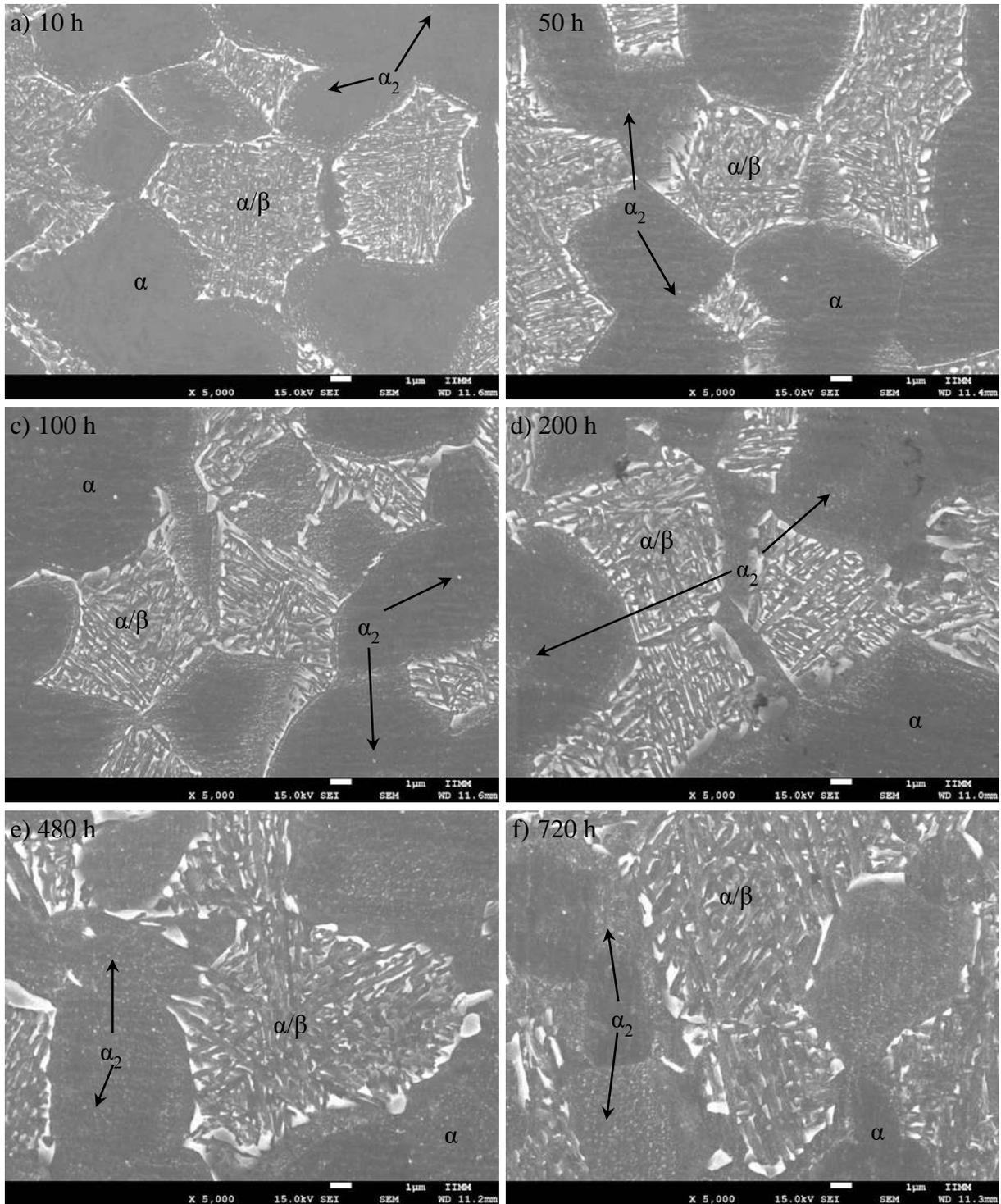


Figura 4.9 Imágenes de MEB de la microestructura bifásica envejecida a tiempos de a) 10 h, b) 50 h, c) 100 h, d) 200 h, e) 480 h y f) 720 h, mostrando la precipitación α_2 .

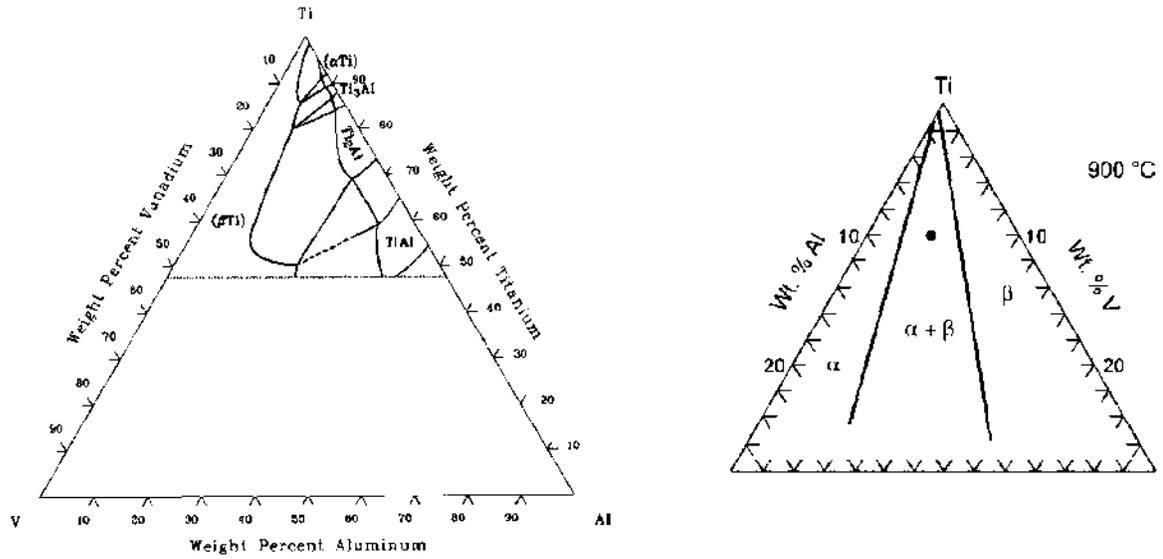


Figura 4.10 Diagrama de fase ternario de la aleación Ti-6Al-4V sección isotérmica de 900°C, punto negro sólido Ti-6Al-4V [43].

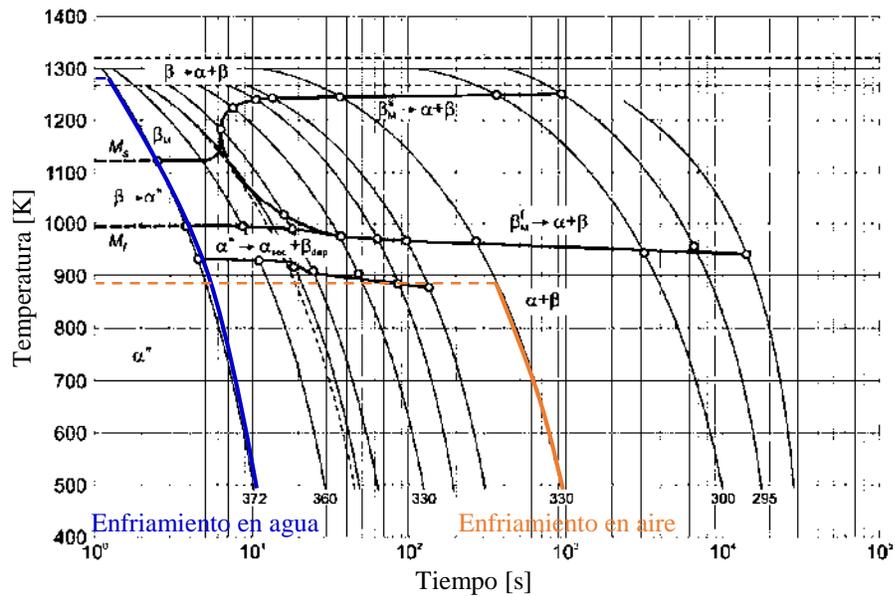


Figura 4.11 Diagrama de enfriamiento continuo de la aleación Ti-6Al-4V [43].

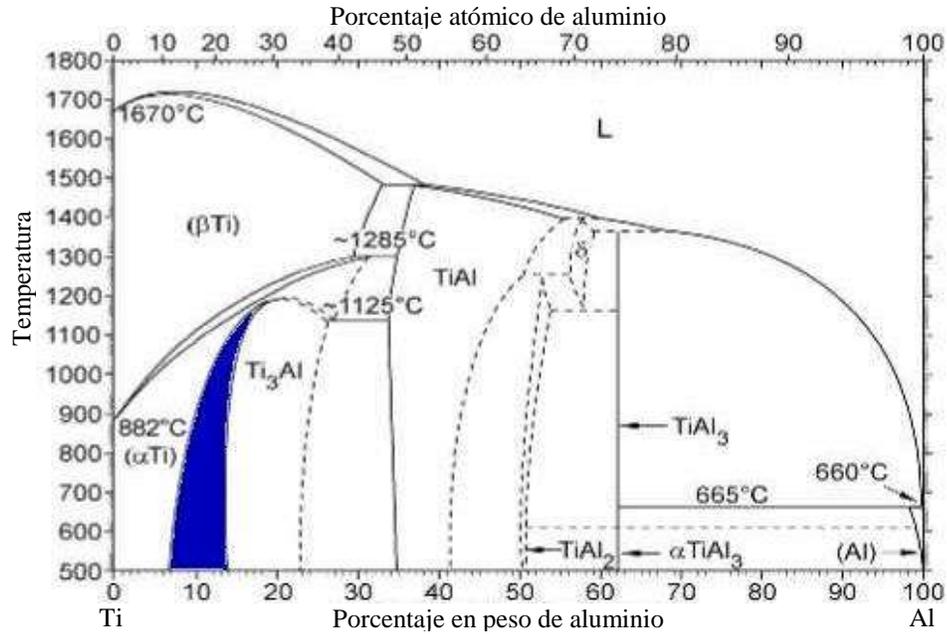


Figura 4.12 Diagrama binario de la fase Ti-Al [43].

4.2.2. Equiaxial

La Figura 4.13 muestra la microestructura equiaxial que se compone por dos fases: granos α equiaxiados (gris claro) y β en los límites de grano (blanco). Además, se observa la presencia de partículas cercanas la fase β , las cuales pueden confundirse con presencia de precipitados α_2 . Sin embargo, un análisis químico en los sitios enumerados en la Figura 4.13 (números en color rojo) confirma que las partículas que se aprecian en la micrografía contienen vanadio, como se puede observar en la Tabla 4.4. El vanadio al ser un elemento estabilizador de la fase β , descartó la presencia de precipitados α_2 cuya composición química es Ti_3Al .

En la literatura, Lee y col. [6, 13, 42] reportaron microestructuras similares a la microestructura equiaxial presentada en la Figura 4.13, por otra parte los autores no reportan la presencia de partículas precipitados α_2 al realizar el tratamiento térmico para la obtención de la microestructura. En cambio, al reproducir la obtención de la microestructura equiaxial bajo las condiciones reportadas por Lee y col., se observaron partículas que se pueden confundir con la precipitación α_2 , lo cual fue aclarado al realizar un análisis químico.

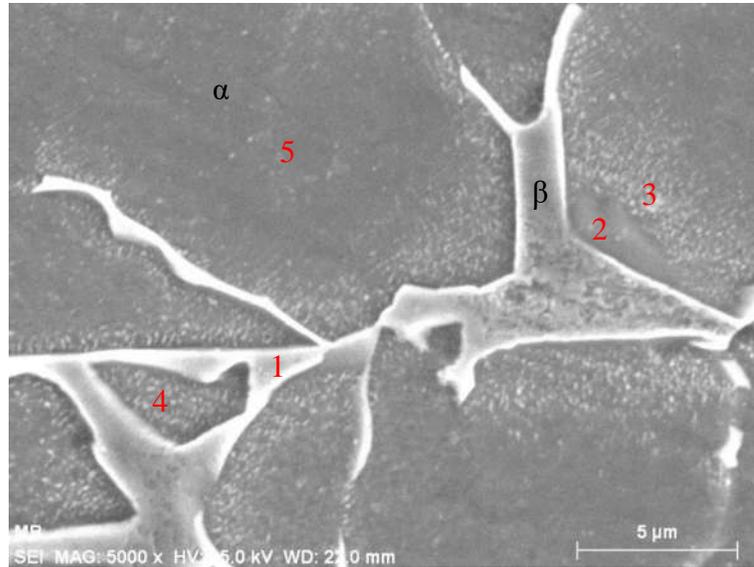


Figura 4.13 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial sin tratamiento térmico.

Tabla 4.4 Concentración de elementos (% atómico) presentes en muestras sin envejecer y envejecidas de acuerdo análisis químico.

Elemento	Sin envejecer					100 h			200 h		
	1	2	3	4	5	1	2	3	1	2	3
Carbón	10.63	9.12	13.55	8.19	7.53	-	-	-	8.603	-	-
Aluminio	4.35	3.85	5.57	6.19	9.38	5.34	6.736	9.908	9.207	10	4.708
Titanio	73.07	73.82	73.52	80.35	83.09	87.25	77.27	90.09	82.19	90	76.76
Vanadio	11.95	13.21	7.36	5.27	-	7.41	16	-	-	-	18.54
Total	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

El tratamiento térmico de la microestructura equiaxial a los tiempos de 100 y 200 h se muestra en la Figura 4.14. Se observa la presencia de la precipitación α_2 en los granos α , los cuales al aumentar el tiempo de envejecido incrementan en fracción volumétrica, se corroboró con la medición de fracción volumétrica mediante un software analizador de imagen, como se observa en la Tabla 4.4. La condición de 100 h presenta una fracción volumétrica del precipitado α_2 de 7.2%, mientras que a 200 h incremento a 12.7%. Además, se muestra una distribución más homogénea de la precipitación dentro del grano α al incrementar el tiempo de envejecido. Se confirmó mediante un análisis químico en las zonas marcadas con número rojo de la Figura 4.14, que las partículas que se observan no contienen vanadio mostrando su composición en la Tabla 4.4, lo cual da certeza de la presencia de la precipitación α_2 .

En la literatura, Carreón y col.[9, 39] reportaron fracciones volumétricas de la precipitación α_2 de 11.98% y 14.96%, con un envejecido de 545°C a 144 y 576 h respectivamente. Los cuales son semejantes a los obtenidos en el presente trabajo. Sin embargo, Carreón y col. reportan la nula presencia de la precipitación α_2 en la microestructura equiaxial sin envejecer, debido a las condiciones y parámetros que emplearon en el tratamiento térmico para la obtención de la microestructura equiaxial, mantuvieron las muestras por dos horas a 700°C y enfriaron en agua reteniendo la microestructura y evitar la formación de la precipitación α_2 en la microestructura equiaxial sin envejecer. En cambio, en el presente trabajo de investigación se mantuvo a 950°C por una hora y se enfrió dentro del horno, confirmando así que con ambos tratamientos para obtener la microestructura equiaxial se obtienen resultados similares.

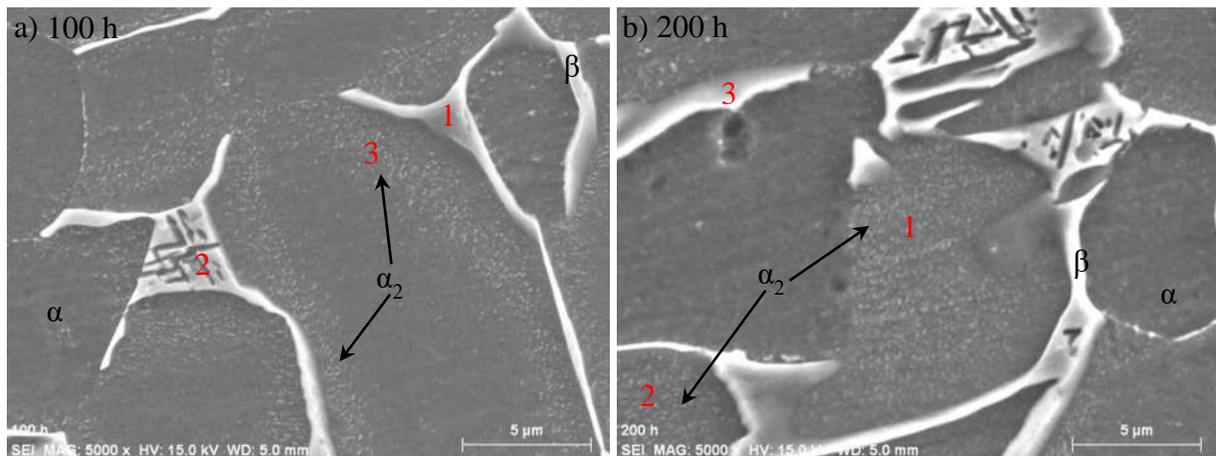


Figura 4.14 Imágenes de MEB de una microestructura equiaxial envejecida a a) 100 h y b) 200 h, mostrando la presencia de la precipitación α_2 .

Tabla 4.5 Porcentaje de fracción volumétrica de la precipitación α_2 en la microestructura equiaxial a diferentes tiempos.

Microestructura equiaxial	Tiempo de envejecido	
	100 h	200 h
Fracción volumétrica de α_2 [%]	7.2 ± 1.13	12.7 ± 1.6

4.3. Ensayos no destructivos

4.3.1. Mediciones de potencial termoeléctrico

El PTE se midió empleando la técnica de punta caliente, con un electrodo de puntas oro-cobre. De la calibración mencionada en el capítulo 3 se obtuvo la ecuación de regresión lineal $y = -0.0698x + 2.5032$ para calcular los valores de PTE con los valores de micro-voltaje. Al ser reescrita la ecuación antes mencionada, fue calculado de la siguiente forma:

$$\text{TEP}[\mu\text{V}/^\circ\text{C}] = -0.0698V + 2.5032 \quad (34)$$

4.3.1.1. Bifásica

La medición del PTE en la microestructura bifásica sin envejecer y envejecida se presenta en la Figura 4.15, el comportamiento del PTE cambia al aumentar el tiempo de envejecido, presentando tres regiones características. En la región A, el PTE disminuye gradualmente de $-5.22 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ a $-5.38 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, entre la condición sin envejecer (representado con el valor de 0.01 h en el gráfico) y 50 h. En la región B, se observa una caída más pronunciada en el PTE para alcanzar el valor mínimo a las 200 h, cayendo de $-5.38 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ hasta un valor mínimo de $-5.45 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$. Finalmente, después de las 200 h (región C), el PTE aumenta rápidamente entre 200 y 720 h, aumentando de $-5.45 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ a $-5.17 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, regresando a un valor de PTE cercano al de la condición sin envejecer.

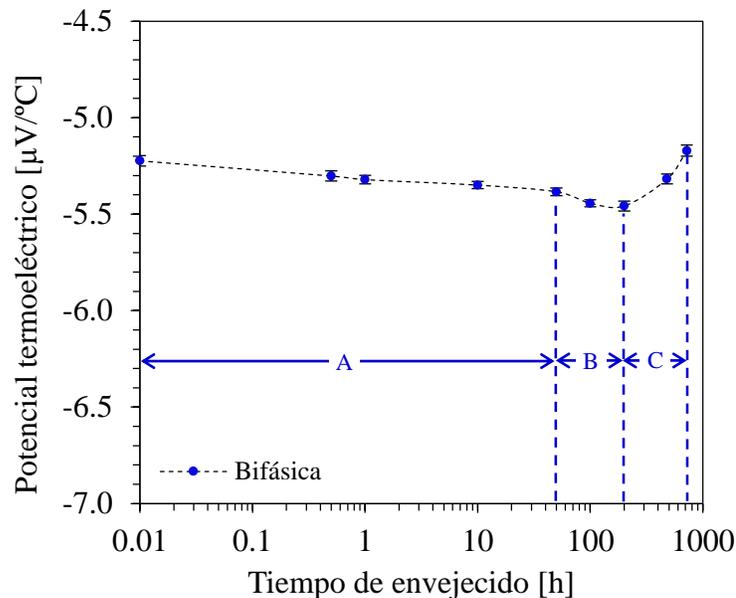


Figura 4.15 Comportamiento del PTE con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.

El comportamiento del PTE puede asociarse con la secuencia de precipitación de las partículas α_2 en la fase α . Como se observa en la Figura 4.16, la precipitación α_2 incrementa gradualmente en tamaño, cantidad y fracción volumétrica al aumentar el tiempo de envejecido. La Figura 4.16b) presenta etapas tempranas de envejecido donde la precipitación es coherente con la matriz y tiene una fracción volumétrica de 4.28%. En la Figura 4.16c), correspondiente a 200 h existe mayor distribución de la precipitación α_2 en los granos α con una fracción volumétrica α_2 de 8.28%, en esta misma condición se alcanza el valor mínimo del PTE. Sin embargo, a tiempos mayores de 200 h la fracción volumétrica aumenta y los valores de PTE incrementan, por lo cual la disminución del PTE no solo se ve afectado por la fracción volumétrica de la precipitación, sino que también influye el tamaño y la coherencia de la precipitación con la matriz [38].

En la literatura, Carreón y col. [9] obtuvieron cambios de magnitud de PTE en microestructuras Widmanstätten y equiaxial, envejecidas a 545°C a diversos tiempos de envejecido. Reportaron que el PTE disminuye hasta 144 h donde alcanza el valor mínimo de PTE y en tiempos posteriores aumenta hasta que los valores de PTE se estabilizan, lo cual coincide con la etapa final de precipitación. Los autores asocian el comportamiento del PTE a la secuencia de precipitación α_2 , que a su vez depende del tamaño y dispersión de las partículas. Los resultados reportados por Carreón y col. son similares al comportamiento presentado en este trabajo de investigación, por lo que el comportamiento del PTE describe la secuencia de las etapas de precipitación.

Por otra parte, Celada y col. [38] reportaron que la evolución del PTE con respecto al tiempo de envejecido es gobernado por el efecto intrínseco de los precipitados formados durante el envejecido, lo cual depende de la fracción volumétrica, tipo, tamaño y morfología de los precipitados. Adicionalmente, el efecto de la precipitación en el PTE es influenciado por la coherencia con la matriz, ya que una baja fracción volumétrica e incoherencia de precipitados el efecto sobre el PTE es nulo, mientras que la coherencia y semi-coherencia de precipitados nanométricos tienen un gran efecto sobre las mediciones de PTE.

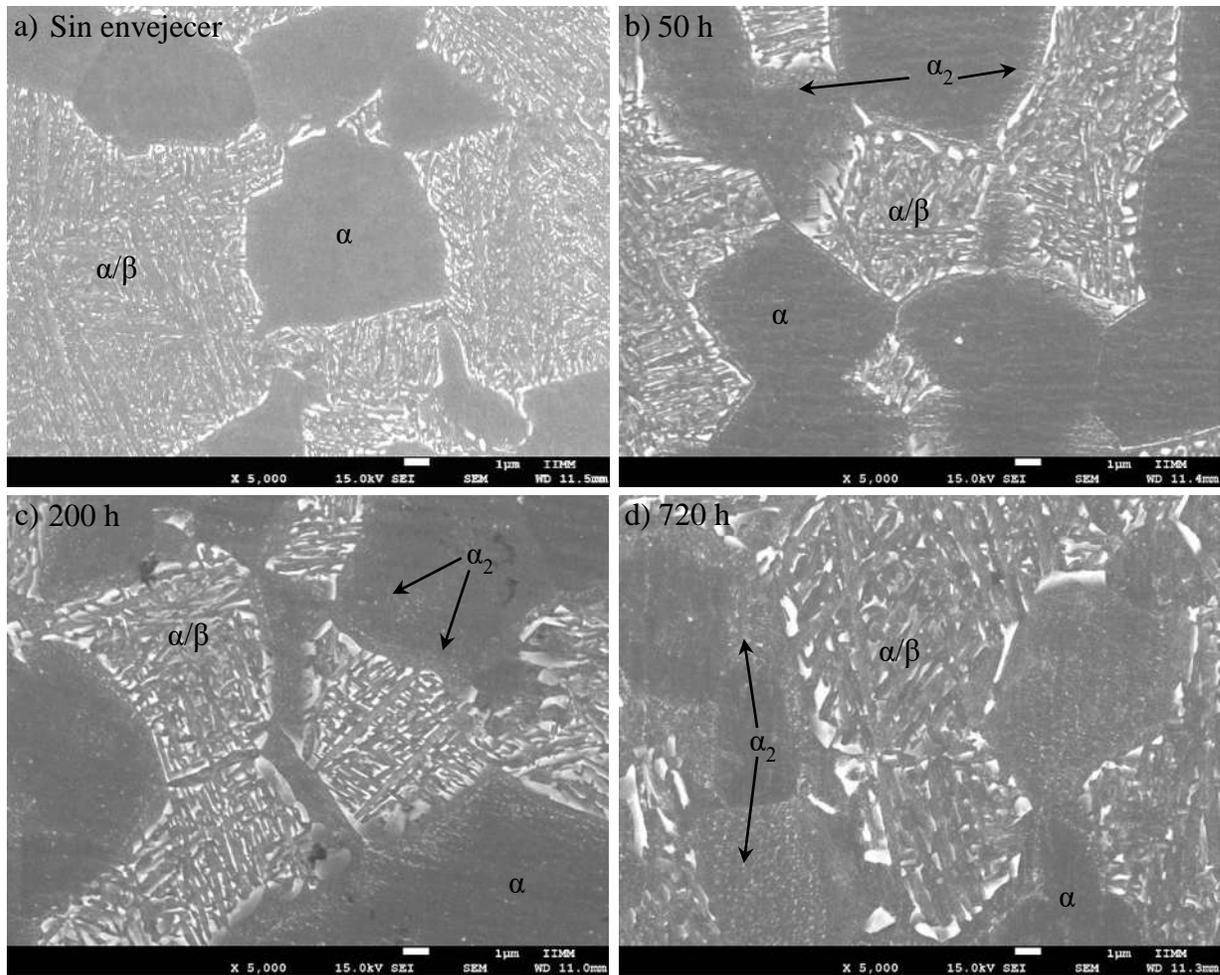


Figura 4.16 Imágenes de MEB de envejecido a 545 ° C para diferentes tiempos que muestran partículas α_2 muy finas distribuidas homogéneamente en la matriz α : Región I: a) Sin envejecer, b) 50 h. Región III: c) 200 h. Región IV: d) 720 h.

4.3.1.2. Equiaxial

Los resultados de PTE de la microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida se muestran en la Figura 4.17, donde el comportamiento del PTE aumenta al incrementar el tiempo de envejecido. La condición sin envejecer (representado con el valor 0.01 h en el gráfico) presenta un valor de PTE de $-5.41 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, el cual aumenta gradualmente, alcanzando su valor máximo de $-5.22 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ en la condición de 200 h.

Los cambios en el PTE pueden asociarse a la secuencia de la precipitación α_2 dentro de la fase α . Como se mencionó en el subtema 4.2.2., correspondiente a la microscopía electrónica de barrido, la condición sin envejecer no contiene fracción volumétrica de la precipitación α_2 . Al incrementar

el tiempo de envejecido la fracción volumétrica de la precipitación incremento, como se observa en la Figura 4.18, presentando una mayor dispersión en el grano α teniendo preferencia cerca de los límites de grano.

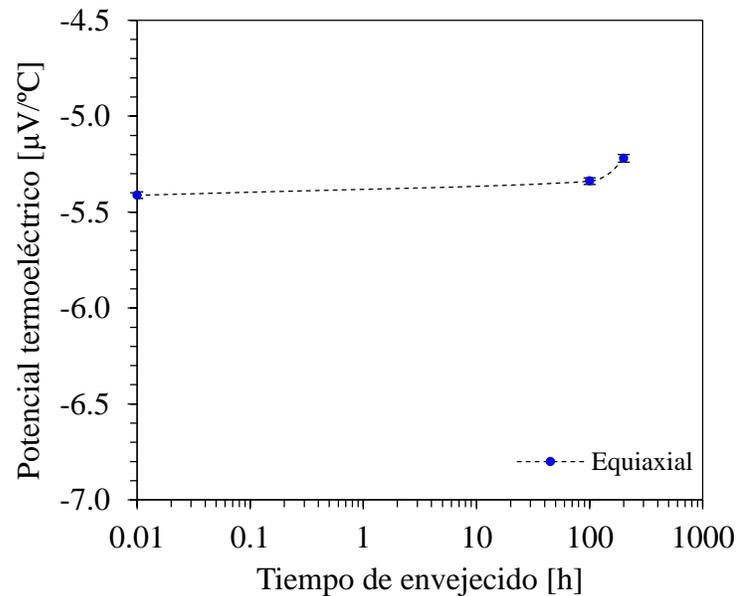


Figura 4.17 Comportamiento del PTE con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.

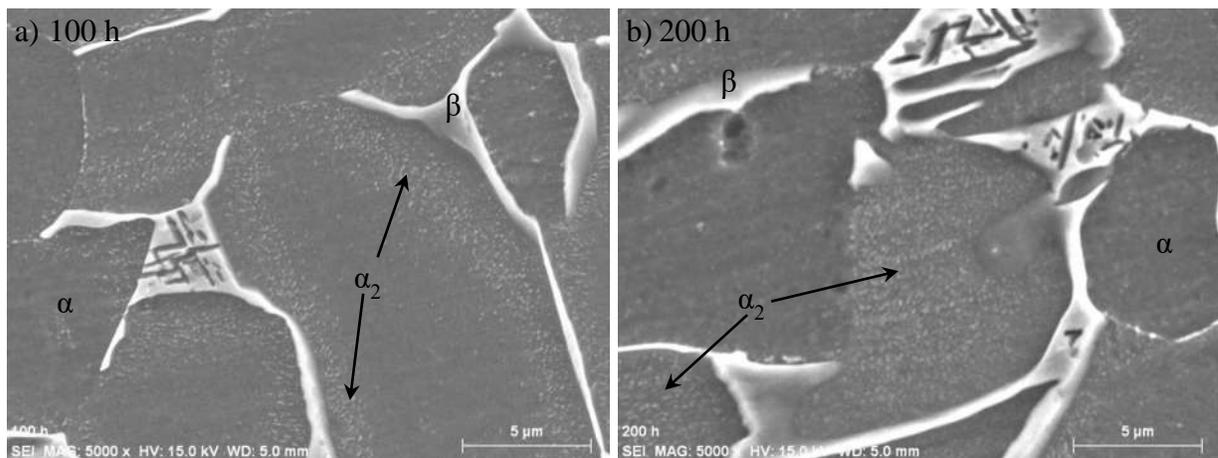


Figura 4.18 Imágenes de MEB de una microestructura equiaxial envejecida: a) 100 h y b) 200 h.

En la literatura, Carreón y col. [9] reportan que la magnitud del PTE en una microestructura equiaxial alcanza su valor mínimo de $-5.53 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ a 144 h de envejecido, cuando la precipitación de α_2 alcanza su tamaño óptimo y una dispersión homogénea en el grano α , mientras que a tiempos

posteriores el PTE aumenta. En comparación con los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación el valor mínimo del PTE se encuentra en la condición sin envejecer, mientras que en las condiciones de 100 y 200 h, el aumento de la fracción volumétrica de los precipitados favorece el incremento del PTE.

Se presentan diferencias en el comportamiento y valores del PTE de la microestructura bifásica y equiaxial obtenidas en el presente trabajo. Iniciando con valores de PTE diferentes en las microestructuras sin envejecer, siendo de $-5.22 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ para la bifásica y de $-5.41 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ para la equiaxial, lo cual se puede atribuir al arreglo microestructural de cada microestructura y al porcentaje de fases presentes. Al ser envejecidas la precipitación altera la medición del PTE, presentando cambios en el comportamiento del PTE para cada microestructura. Disminuyendo el PTE en la microestructura bifásica alcanzando su valor mínimo en la condición de 200 h, mientras que en la equiaxial el PTE aumenta hasta un valor máximo es un valor más elevado.

4.3.2. Mediciones ultrasonicas

Las mediciones ultrasónicas fueron realizadas únicamente en la microestructura bifásica, ya que hasta el momento no se ha reportado el empleo esta técnica no destructiva en este arreglo microestructural. Mientras que de la microestructura equiaxial se reportan mayor información sobre la sensibilidad de las técnicas ultrasónicas para caracterizar la precipitación.

4.3.2.1. Medición de atenuación

La medición de atenuación no presenta cambios en la microestructura bifásica. Como se muestra en la Figura 4.19, los valores de amplitud de los ecos medidos no presentaron cambios en los diferentes tiempos de envejecido resultando no ser sensible la técnica puso-eco de ultrasonido lineal para la detección de precipitación α_2 de tamaño nanométrico. Debido a que el tamaño de grano promedio de la fase α y martensita templada α/β ronda de 6 a $7.5 \mu\text{m}$ durante los tiempos de envejecido, lo cual no genera pérdida significativa de la longitud de onda, evitando observar cambios significativos en la medición de atenuación a los diferentes tiempos de envejecido.

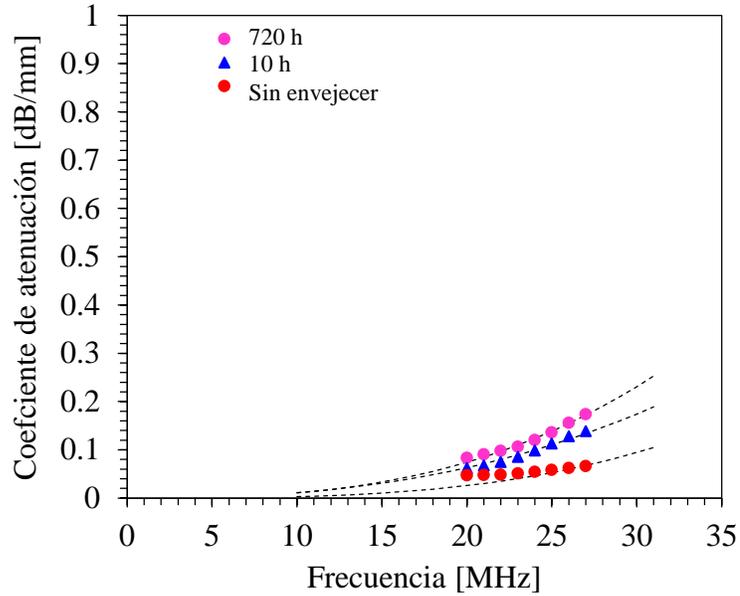


Figura 4.19 Coeficiente de atenuación a diferentes frecuencias, en una microestructura bifásica sin envejecer y envejecida.

4.3.2.2. Medición de velocidad

En la Figura 4.20 se muestran las velocidades: longitudinal (c_d) y de corte (c_s) correspondientes a la microestructura bifásica. Como se observa, las velocidades no presentan variación entre la condición sin envejecer y 720 h de envejecido, los valores que corresponden a las velocidades longitudinal (c_d) y de corte (c_s) son de 6.19 a 6.23 mm/ μ s y de 3.17 a 3.19 mm/ μ s, respectivamente. La inexistencia de cambios en la medición se atribuye a que la velocidad de onda es función del módulo de Young (E), coeficiente de poisson (ν) y la densidad (ρ) del material, como se describió en el capítulo dos, las cuales son propiedades intrínsecas del material y no presentan cambio.

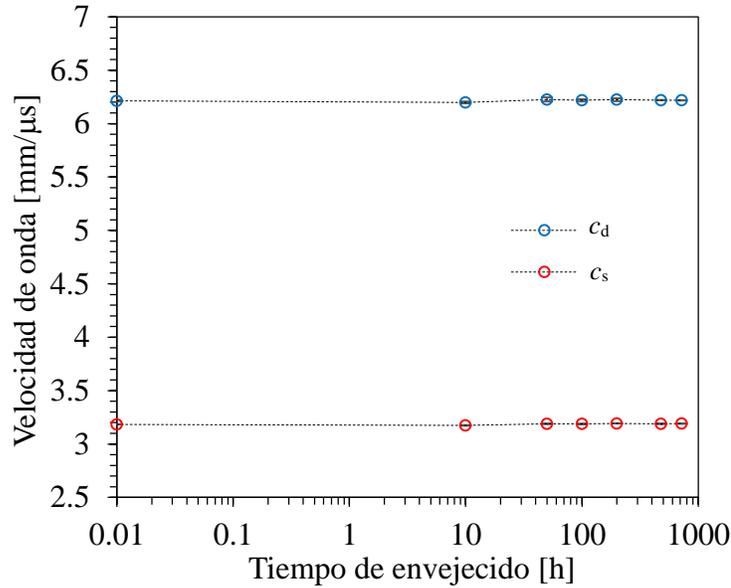


Figura 4.20 Comportamiento de la velocidad ultrasónica de onda con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.

No obstante, la medición de la velocidad permite obtener una aproximación de las propiedades mecánicas de la muestra sin envejecido, como lo son el módulo de Young (E) y el coeficiente de Poisson (ν). El cálculo de las propiedades mecánicas de la microestructura bifásica sin envejecer (representado con el valor 0.01 h en el gráfico anterior), se realizó a partir de los valores de velocidad de onda medidos, $c_s = 3.18$ mm/ μ s y $c_d = 6.21$ mm/ μ s. Para la microestructura equiaxial sin envejecer los valores de velocidad de onda medidos fueron de $c_s = 3.27$ mm/ μ s y $c_d = 6.66$ mm/ μ s. Utilizando las ecuaciones (32) y (33), se obtuvo el módulo de Young (E) y el coeficiente de Poisson (ν). La Tabla 4.1 muestra los valores calculados del módulo de Young y el coeficiente de Poisson mediante mediciones de ultrasonido lineal, los cuales se aproximan a los reportados en la literatura; el E se encuentra entre 110 y 140 GPa, mientras que ν entre 0.31 y 0.37 [3].

Tabla 4.6 Propiedades mecánicas de microestructura bifásica y equiaxial sin envejecer medidas a partir de ultrasonido.

Microestructura	Módulo de Young [E]	Coefficiente de Poisson [ν]
Bifásica	118 GPa	0.32
Equiaxial	119 GPa	0.34

4.3.3. Mediciones de caída de potencial de corriente alterna (CPCA)

La conductividad eléctrica de la aleación se obtuvo a partir de la medición de resistividad eléctrica de las microestructuras sin envejecer y envejecidas.

4.3.3.1. Bifásica

La Figura 4.21 muestra el comportamiento de la conductividad eléctrica en una microestructura bifásica, mostrando un ligero cambio a medida que aumenta el tiempo de envejecido. Presentando tres regiones características que describen el comportamiento.

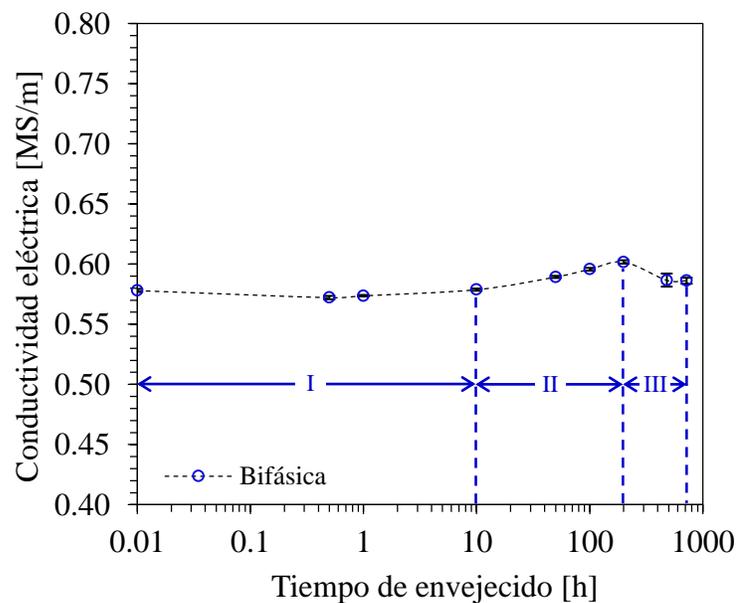


Figura 4.21 Comportamiento de la conductividad eléctrica con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.

La región I, la conductividad eléctrica se mantiene sin cambios en un valor de 0.578 MS/m a 0.579 MS/m, entre la condición sin envejecer (valor de 0.01 h en el gráfico) y 10 h. El aumento de la fracción volumétrica de la precipitación α_2 y el aumento en el espesor de la fase β en los granos de martensita templada, como se observa en la Figura 4.21a) y b), no provocan un cambio sustancial en la conductividad eléctrica del material. Sin embargo, la región II entre los tiempos de 10 y 200 h la conductividad incrementa gradualmente, de 0.579 MS/m hasta alcanzar su valor máximo de 0.602 MS/m, atribuido a la coherencia del precipitado con la matriz, al incremento de la fracción volumétrica y distribución del precipitado α_2 como se observa en la Figura 4.22b) y c),

disminuyendo la resistividad permitiendo amentar la capacidad del paso del flujo de corriente eléctrica en la aleación. Finalmente, después de 200 h en la región III, la conductividad disminuye hasta 0.586 MS/m a las 720 h de envejecido. Aumenta la fracción volumétrica de la precipitación α_2 , pero la coherencia del precipitado con la matriz se pierde, además de un incremento en el espesor de la fase β en los granos de martensita templada α/β , lo cual se puede asociar a un aumento de resistividad del material.

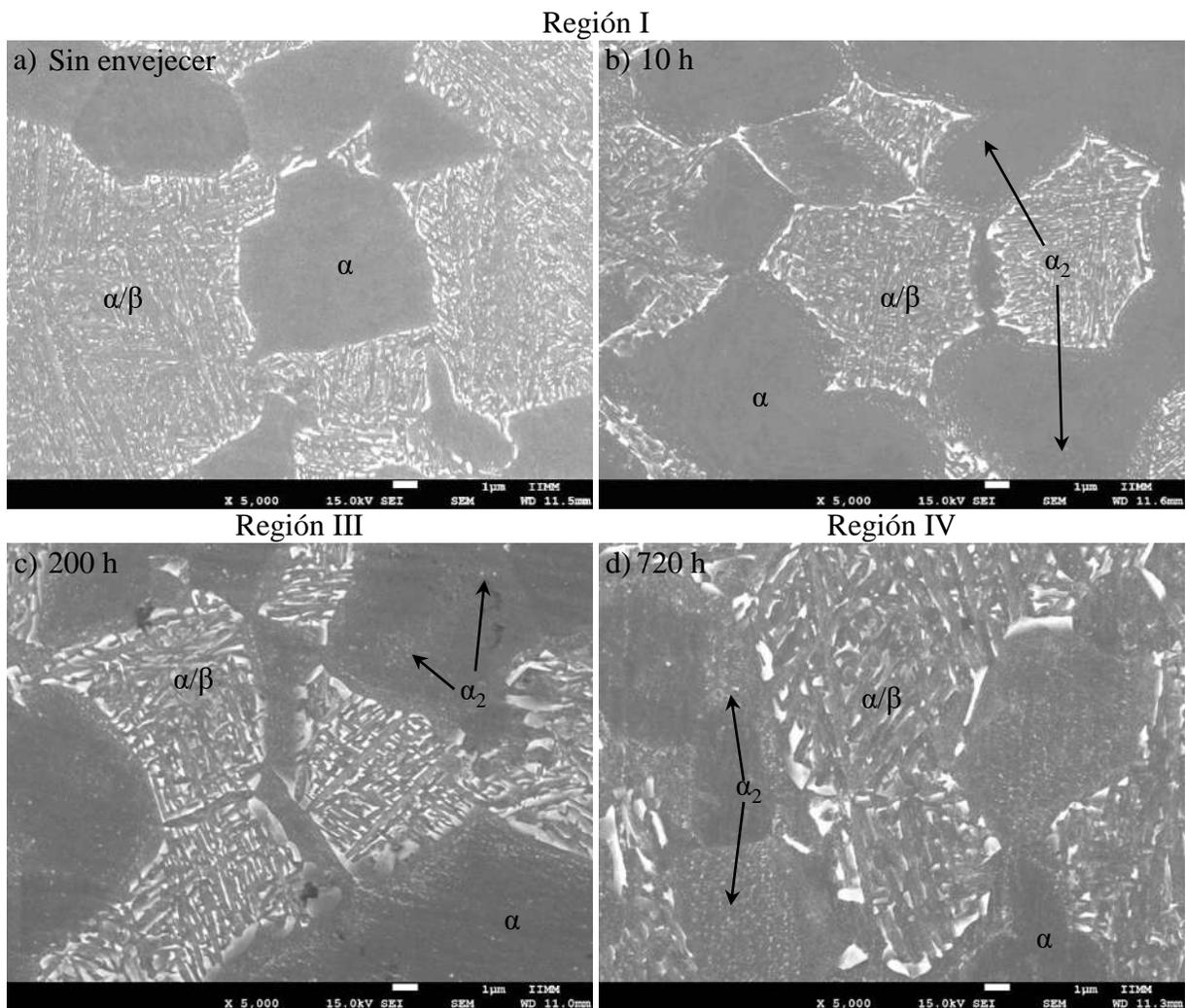


Figura 4.22 Imágenes de MEB de envejecido a 545 ° C para diferentes tiempos que muestran partículas α_2 en la matriz α : Región I: a) Sin envejecer, b) 10 h. Región III: c) 200 h. Región IV: d) 720 h.

En la literatura se reporta el uso de la técnica de caída de potencial de corriente alterna para la detección de grietas por creep, crecimiento de grieta y fatiga, o simplemente evaluar propiedades

del material como conductividad y permeabilidad. Hasta el momento no se ha reportado su uso para detectar cambios en la conductividad del material debido al proceso de precipitación.

Por lo cual, en el presente trabajo de investigación se obtuvo un cambio en la conductividad de la aleación al ser envejecida, dichos cambios son provocados por la fracción volumétrica y coherencia de la precipitación α_2 en la matriz.

4.3.3.2. Equiaxial

El comportamiento de la conductividad eléctrica de la microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida se muestra en la Figura 4.23. La condición sin envejecer (representada en el gráfico por el valor 0.01 h) presenta una conductividad de 0.584 MS/m, donde se presentan granos equiaxiados de la fase α y un 15.7% de fracción volumétrica de fase β en los límites de grano de la fase α . En 100 h de tratamiento la conductividad eléctrica aumenta a 0.597 MS/m. La fracción volumétrica de la fase α y β se mantiene durante el envejecido, por lo cual el aumento de conductividad se atribuye a la fracción volumétrica de la precipitación α_2 que es de 7.2% y a su dispersión homogénea en el grano α como se observa en la Figura 4.24 a). Esto disminuye la resistencia de la aleación al flujo de corriente eléctrica inducida por la técnica, lo cual se refleja en un aumento de la conductividad. En 200 h de envejecido la conductividad decae a un valor semejante al de la condición sin envejecer de 0.583 MS/m. Aunque en esta condición la fracción volumétrica de los precipitados es del 12.7%, mayor a la condición anterior, el efecto de la precipitación es inverso.

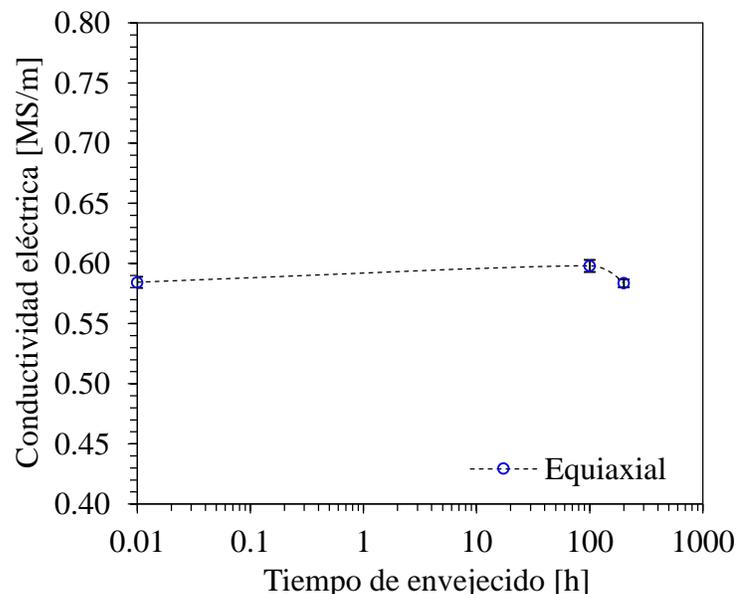


Figura 4.23 Comportamiento de la conductividad eléctrica con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.

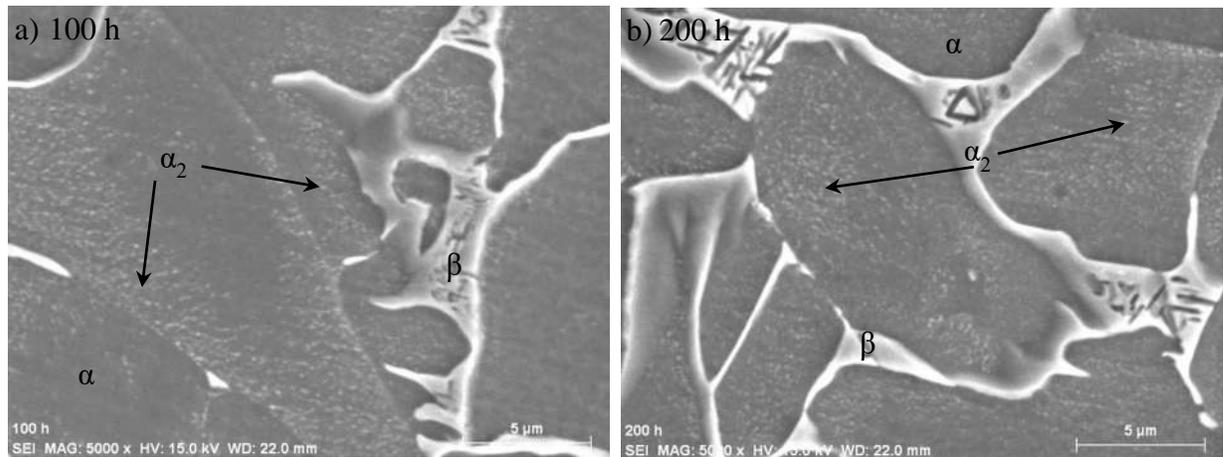


Figura 4.24 Microestructura equiaxial envejecida: a) 100 h y b) 200 h.

4.4. Ensayos destructivos

4.4.1. Medición de microdureza Vickers (HV)

4.4.1.1. Bifásica

La Figura 4.25 muestra la microdureza Vickers promedio de la microestructura bifásica, inicialmente en la condición sin envejecer, la fase α se encuentra sobresaturada, con el progreso del tiempo de tratamiento se presentan cuatro regiones características: en la región I la dureza incrementa rápidamente hasta un valor de 458 HV a 1 h de envejecido, al presentar dos fases, granos de fase α y martensita templada α/β . Entre 1 h y 50 h (región II), en esta etapa temprana del tratamiento térmico de envejecido, la dureza permanece prácticamente sin cambios debido a la presencia de pequeños átomos que precipitan en la matriz, los cuales son coherentes con la matriz. En la región III, los precipitados continúan creciendo y la dureza alcanza rápidamente su máximo valor de dureza de 520HV a 200 h de tratamiento. Finalmente, en la región IV como resultado del sobre envejecimiento, los precipitados continúan creciendo y la dureza disminuye rápidamente.

El incremento de dureza es provocado por dos mecanismos de endurecimiento: a) el endurecimiento por precipitación en la fase α , debido al tamaño, distribución, fracción volumétrica y coherencia de la precipitación α_2 ; b) endurecimiento debido a la formación de martensita templada α/β [43, 44].

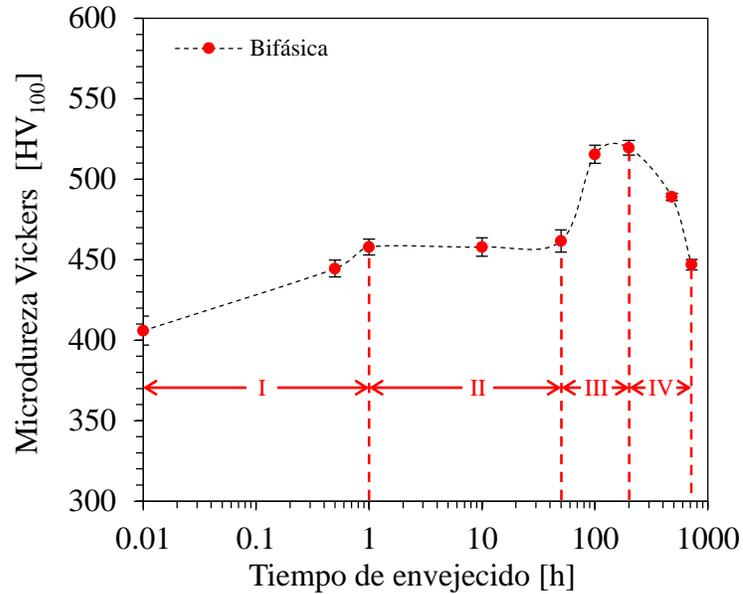


Figura 4.25 Comportamiento de la microdureza Vickers con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica.

Las regiones características se analizaron usando microscopía electrónica de barrido. La Figura 4.26 muestra las imágenes de MEB de la región I, de la muestra sin envejecer y la condición de 1 h de envejecido. La precipitación no se observa en los granos de la fase α , pero contribuye al incremento de dureza, además de estar presente el endurecimiento por la formación de martensita templada α/β .

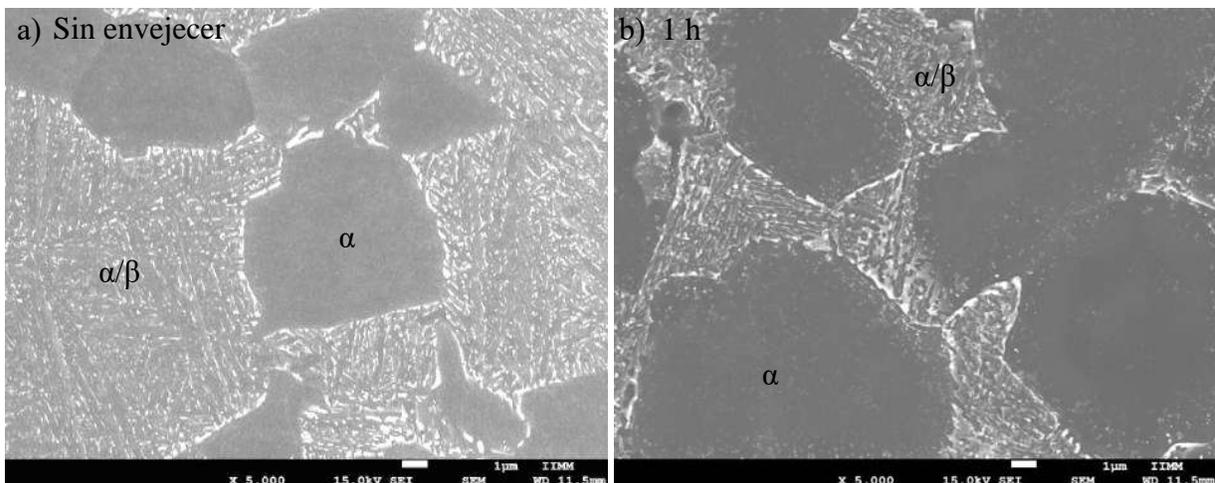


Figura 4.26 Micrografías correspondientes a la región I: a) sin envejecer y b) 1 h.

El efecto del envejecido es más notorio en la Figura 4.27, donde las finas partículas α_2 precipitadas en el grano α aumentan su fracción volumétrica e incrementan gradualmente su distribución durante los diferentes tiempos de envejecido, que forman parte de las regiones características del comportamiento del PTE.

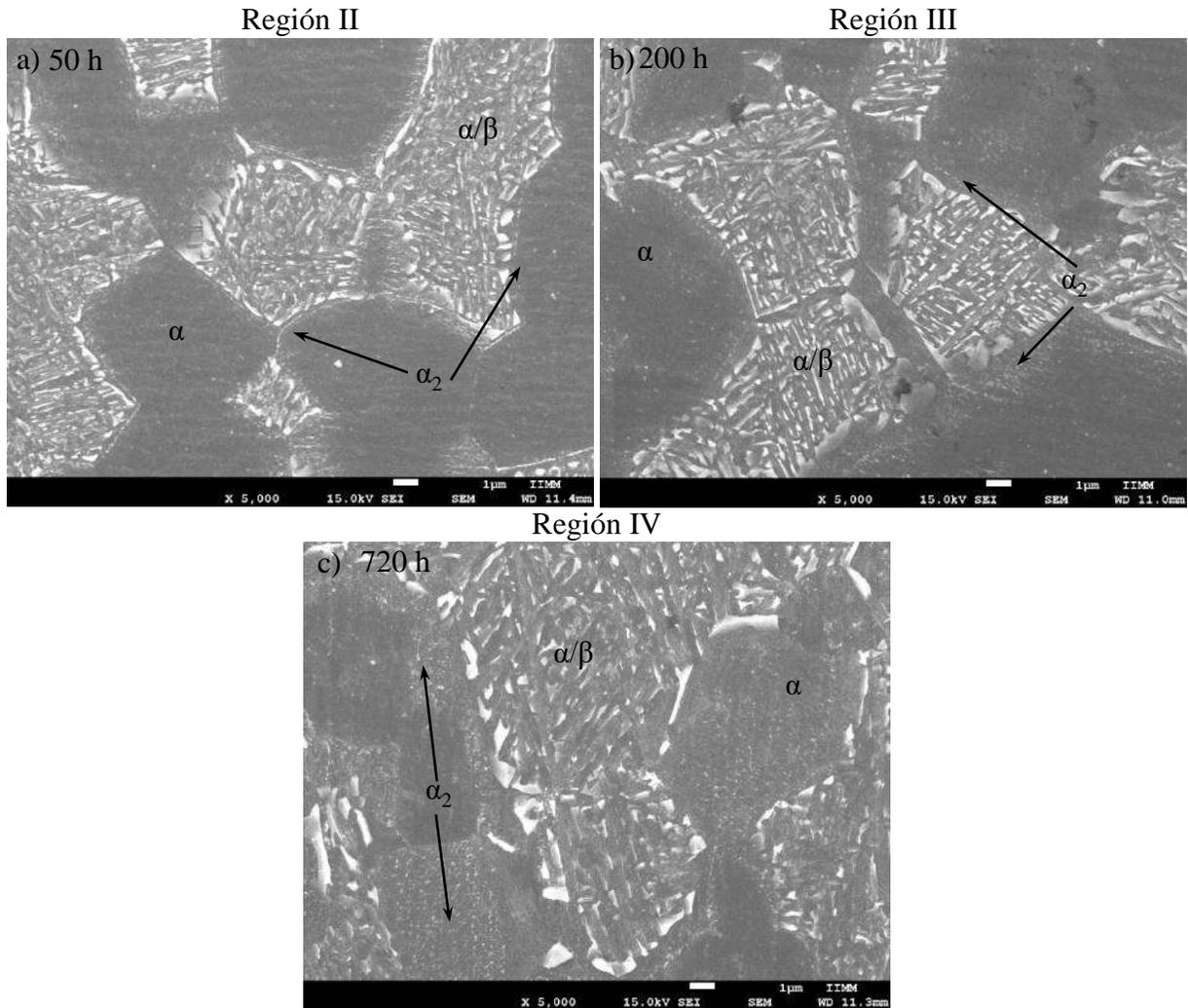


Figura 4.27 Microestructura bifásica envejecida a 545°C mostrando partículas α distribuidas homogéneamente en la matriz α : Región II a) 50 h, Región III b) 200 h, Región IV c) 720 h.

Choe y col. [45] compararon el comportamiento del proceso de precipitación de las aleaciones de titanio Ti-5Al-3.5Fe y Ti-6Al-4V. Los autores reportaron que durante la precipitación α_2 en la aleación Ti-6Al-4V la fase β se mantiene estable sin cambio alguno durante los tiempos de

envejecido, atribuyendo el aumento de dureza a la precipitación α_2 en mayor parte. Reportaron durezas similares a las obtenidas en el presente trabajo de investigación.

Por otra parte, en la literatura se reporta que la formación de martensita templada causa una alta densidad de dislocaciones que contribuyen al endurecimiento. Señalando que la martensita en titanio es mucho más blanda que las aleaciones Fe-C porque los átomos de oxígeno intersticiales solo causan una pequeña distorsión elástica en la red hexagonal de la martensita del titanio [43].

4.4.1.2. Equiaxial

La microestructura equiaxial se muestran en la Figura 4.28. Se puede observar el aumento de dureza al aumentar el tiempo de envejecido. Entre la condición sin envejecer (representada con el valor de 0.01 h en el gráfico) y 100 h, la microdureza permanece de 410 HV en ambas condiciones, prácticamente sin cambios. En la Figura 4.29, se observa el incremento en la distribución y fracción volumétrica de la precipitación α_2 en la condición sin envejecer y 100h, pero no proporciona un aumento significativo en la dureza. Sin embargo, la dureza aumenta rápidamente alcanzando un valor de 430 HV a 200 h de envejecido. Donde la precipitación α_2 con una mayor fracción volumétrica del 12.7% aporta un aumento de dureza en la aleación.

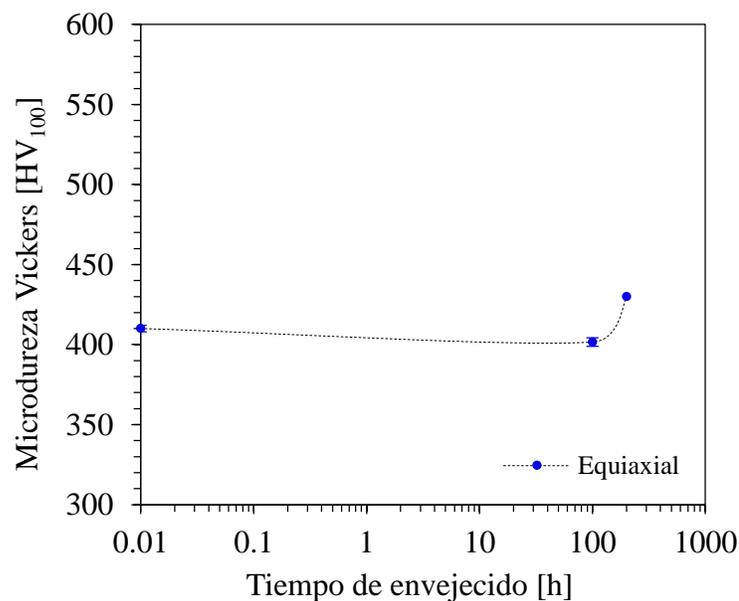


Figura 4.28 Comportamiento de la microdureza Vickers con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.

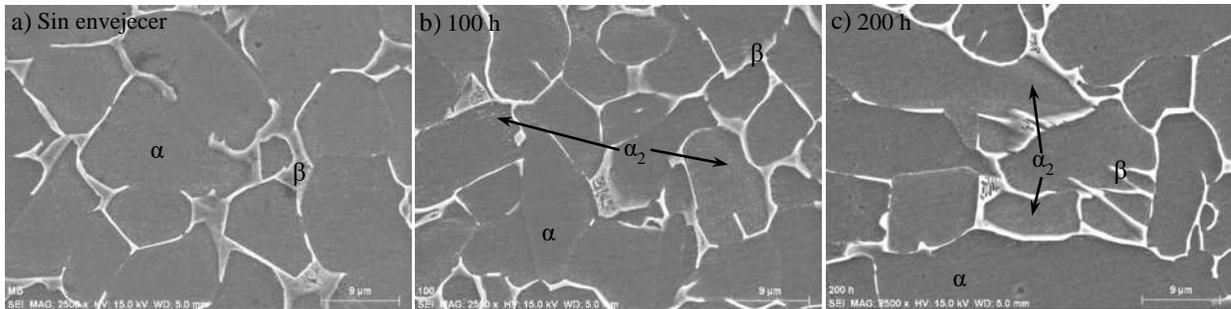


Figura 4.29 Imágenes de MEB de envejecido a 545 ° C de una microestructura equiaxial: a) Sin envejecer, b) 100 h. y c) 200 h.

4.4.2. Ensayo de tensión

4.4.2.1. Bifásica

La Figura 4.30 presenta los resultados de ensayos de tensión, realizados muestras de condiciones de llegada (AR), con microestructura bimodal sin envejecido y con envejecido a diferentes tiempos. Como se observa en la Figura 4.30, el efecto del tratamiento térmico para la obtención de la microestructura bifásica incrementa un 34% el esfuerzo último a la tensión de la aleación. La condición de llegada exhibe una curva con buena ductilidad, presentando una microestructura equiaxial conformada de granos α y fase β en los límites de grano. Pero es claro que la curva de la microestructura bimodal sin envejecer exhibe una significativa reducción en su ductilidad en comparación a la de condición de llegada, mostrando un comportamiento frágil. En la literatura reportan que este comportamiento es atribuido a la presencia de martensita templada α/β que contiene una gran densidad de dislocaciones las cuales disminuyen la ductilidad de la aleación [3, 10, 46].

Además, es observado que para el tratamiento térmico de envejecido de la microestructura bifásica disminuye el esfuerzo último y empeora la pérdida de ductilidad de la aleación, atribuido a la presencia de martensita templada (α/β) y el aumento de la precipitación α_2 . En la literatura se reporta que la precipitación coherente α_2 aumenta el esfuerzo de fluencia, pero debido a que se disgregan por el movimiento de dislocaciones, la presencia de las partículas α_2 da lugar a nucleación de grietas, disminuyendo ductilidad y aumentando la rápida propagación de grietas [3, 10].

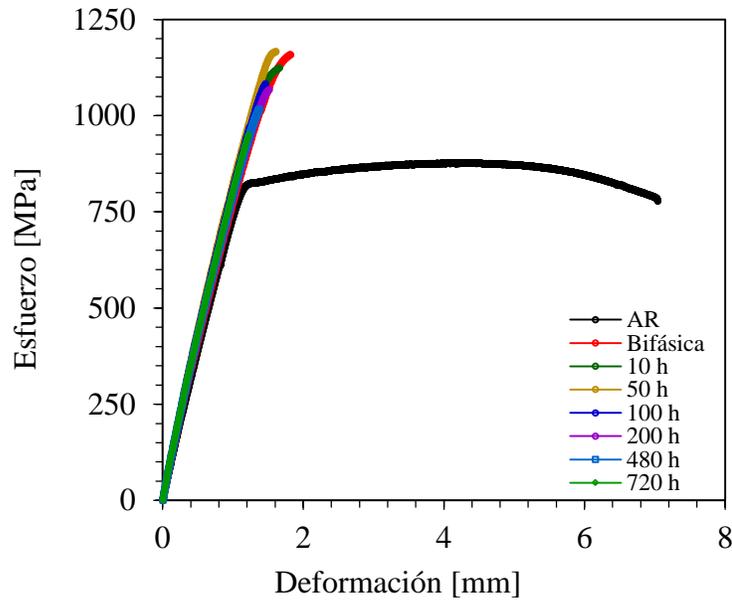


Figura 4.30 Curva esfuerzo-deformación para condición de recibido, microestructura bifásica sin envejecer y envejecida.

La Figura 4.31 muestra la disminución del esfuerzo máximo con respecto al tiempo de envejecido. Como se observa, el esfuerzo máximo disminuye al aumentar la cantidad de fracción volumétrica de la precipitación α_2 . La pérdida de ductilidad se ve reflejada en el porcentaje de elongación con respecto al tiempo de envejecido, el cual empeora como se observa en la Figura 4.32.

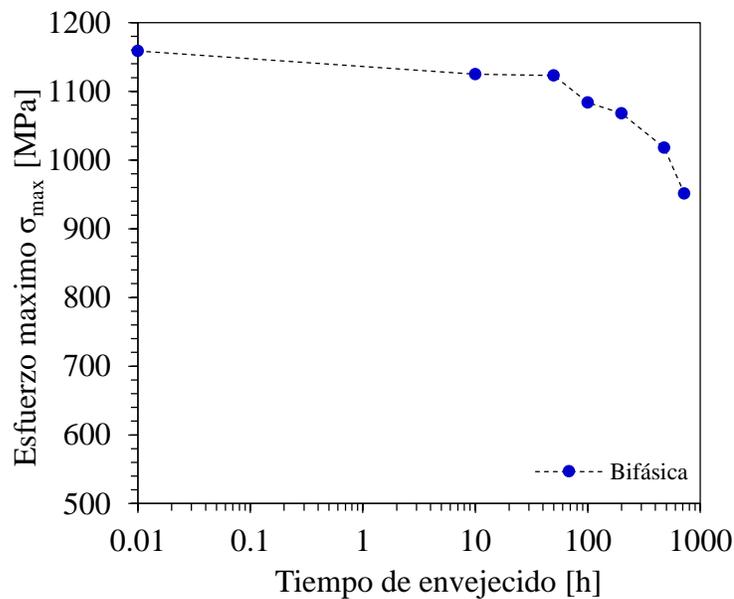


Figura 4.31 Comportamiento del esfuerzo máximo de una microestructura bifásica al aumentar el tiempo de envejecido.

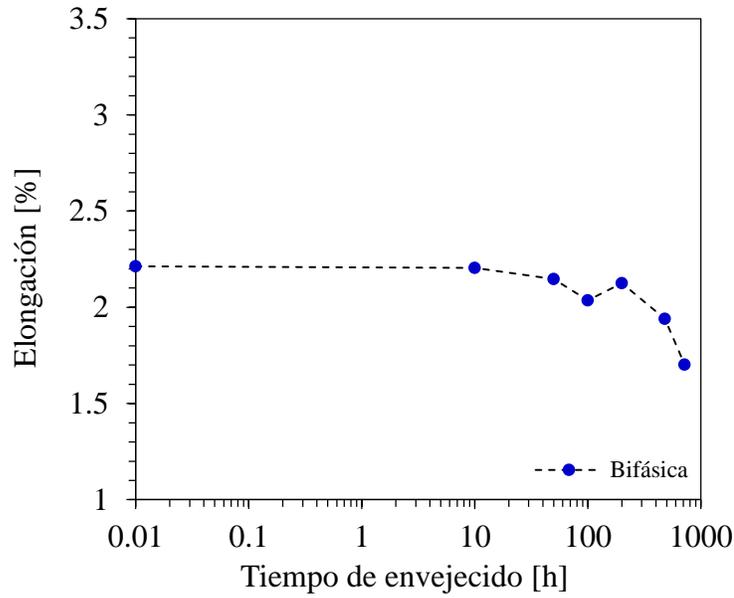


Figura 4.32 Elongación de una microestructura bifásica al aumentar el tiempo de envejecido.

4.4.2.2. *Equiaxial*

La curva esfuerzo-elongación correspondiente a la microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida se presenta en la Figura 4.33. Como se observa, el efecto del tratamiento térmico para obtener la microestructura equiaxial incrementa el esfuerzo último a la tensión en comparación a la condición de llegada. La condición de llegada exhibe una curva con buena ductilidad, en comparación la curva de la microestructura equiaxial sin envejecer que exhibe una significativa reducción en su ductilidad. Aunque las dos condiciones presentan microestructuras equiaxiales, las condiciones del tratamiento térmico para obtener el arreglo microestructural son diferentes, provocando obtener porcentajes de fases diferentes que influyen en las propiedades mecánicas del material [43]. En comparación con la microestructura bifásica, la microestructura equiaxial presenta menor esfuerzo último y mayor ductilidad, pero la ductilidad sigue siendo mayor en la condición de llegada.

El tratamiento térmico de envejecido de la microestructura equiaxial aumenta el esfuerzo último y disminuye la ductilidad de la aleación. Se reporta en la literatura que la precipitación coherente α_2 aumenta el esfuerzo de fluencia, pero debido a que se disgregan por el movimiento de dislocaciones, la presencia de las partículas α_2 da lugar a nucleación de grietas, disminuyendo ductilidad y aumentando la rápida propagación de grietas [3, 10].

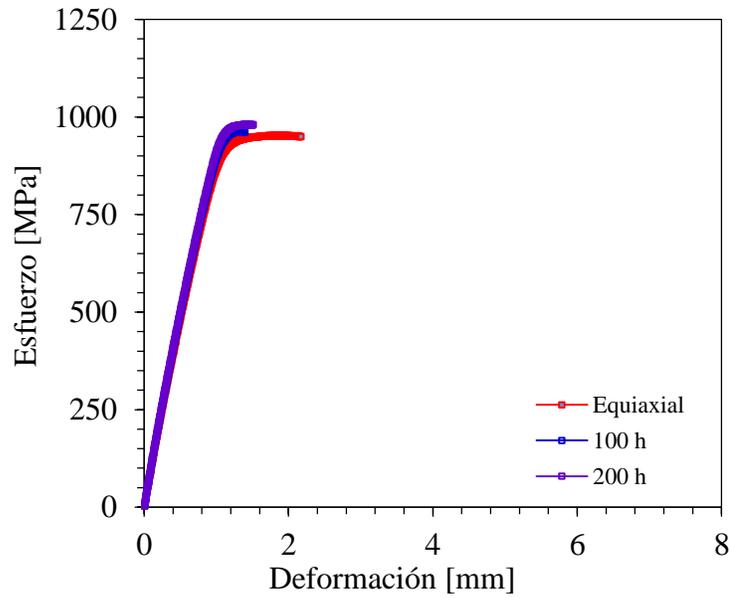


Figura 4.33 Curva esfuerzo-deformación de una microestructura equiaxial sin envejecer y envejecida.

4.4.2.3. Fractografía

Las superficies de fractura de las muestras en condición de llegada (AR), microestructura bifásica y equiaxial se presentan en la Figura 4.34. La condición de llegada exhibe una fractura dúctil propiciada por la nucleación y coalescencia de micro-hoyuelos (cavidades) como se observa en la Figura 4.34a), los cuales crecen hasta ocurrir la falla. La Figura 4.34b) presenta la fractura de la microestructura bifásica que se obtuvo mediante tratamientos térmicos, exhibe una fractura frágil por clivaje y algunos hoyuelos, atribuido a la presencia de martensita templada en la microestructura. Mientras que en la Figura 4.34c) se presenta la fractura de la microestructura equiaxial que se obtuvo mediante tratamientos térmicos, muestra una fractura frágil presentando coalescencia de micro-hoyuelos, acompañado de zanjas las cuales son facetas de clivaje.

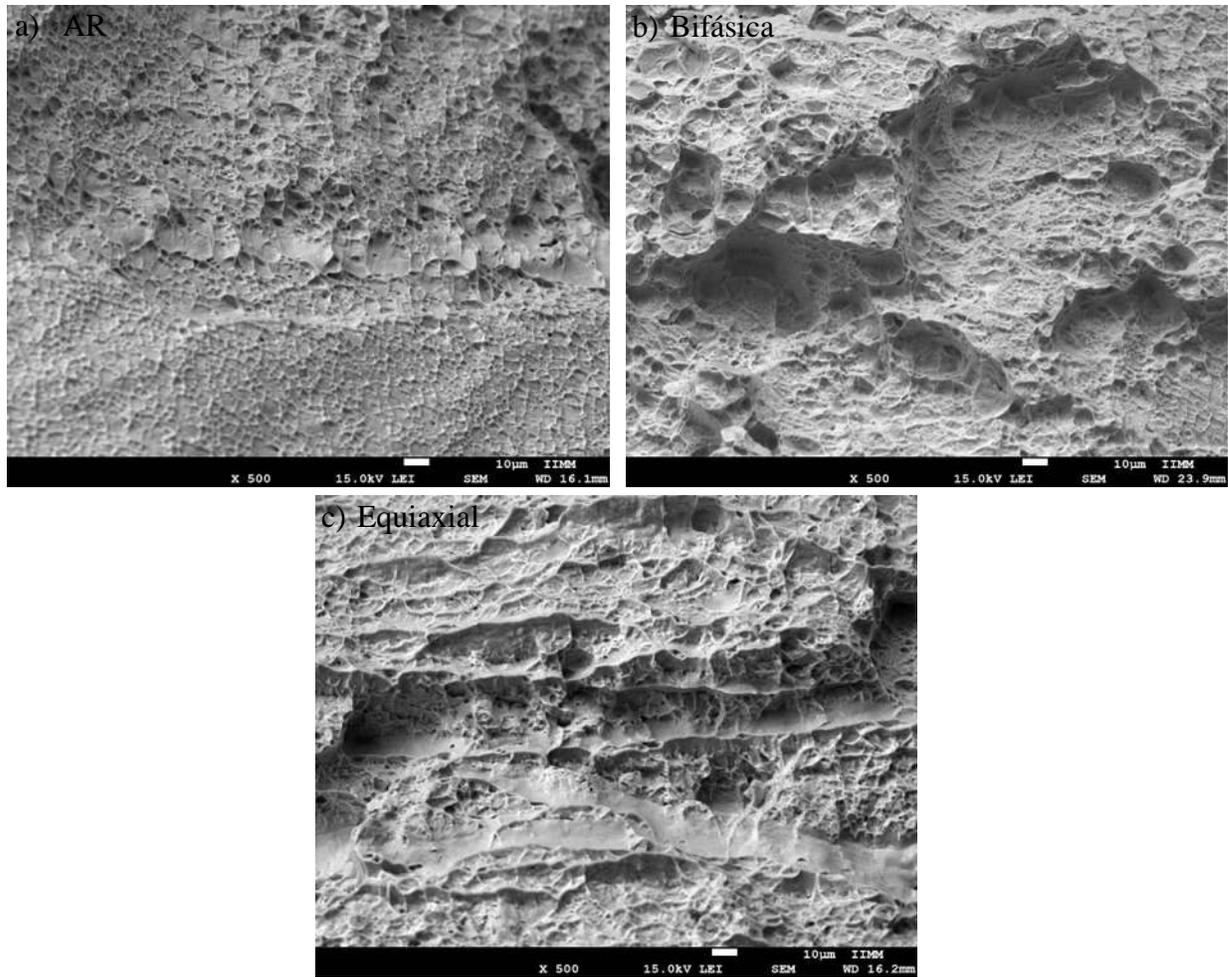


Figura 4.34 Superficie de fracturas del material a) en condición de llegada (AR), b) microestructura bifásica y c) microestructura equiaxial.

En la literatura, Venkatesh y col. [16] reportan superficies de fractura de la aleación Ti-6Al-4V, las muestras las trataron térmicamente bajo condiciones similares a las empleadas en el presente trabajo de investigación para obtener una microestructura bifásica y una equiaxial. Las fracturas presentadas por los autores presentaban hoyuelos y principios de clivaje, lo cual se asemeja al obtenido en este trabajo.

En la Figura 4.35 se muestran fracturas de tiempos representativos del envejecido de la microestructura bifásica y equiaxial. Las fracturas de la microestructura bifásica envejecida se presenta en la Figura 4.35a) y b) los tiempos de 100 y 200 h, presentan una fractura frágil por clivaje y algunos hoyuelos, atribuidos por la martensita templada y la presencia de precipitados α_2 que fragilizan la aleación. La Figura 4.36a) y b) presenta la fractura de la microestructura equiaxial envejecida, presentan una fractura frágil por coalescencia de micro-hoyuelos acompañados de

zurcos los cuales son facetas de clivaje. En la literatura, Gheysarian y col. [10] y el libro aleaciones de titanio atlas de fracturas [47] reportan fracturas similares a las que se presentan en el presente trabajo de investigación.

Microestructura bifásica

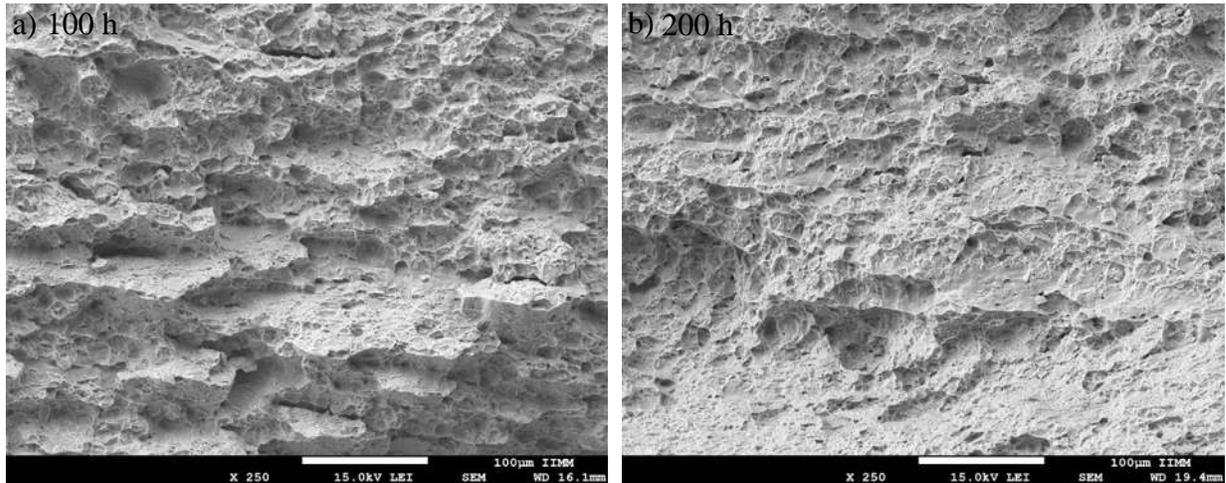


Figura 4.35 Superficie de fracturas de la microestructura bifásica envejecida a) 100 h y b) 200 h.

Microestructura equiaxial

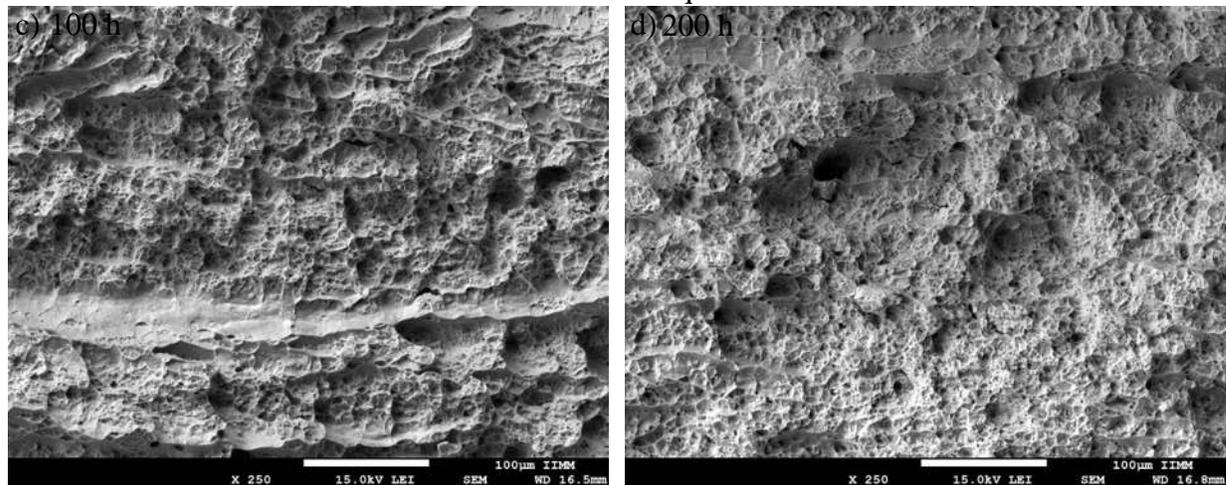


Figura 4.36 Superficie de fractura de la microestructura equiaxial envejecida a) 100 h y b) 200 h.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

- Los tratamientos térmicos empleados para la obtención de los arreglos microestructurales no afectaron el tamaño de grano de la aleación, ya que no presentó cambios.
- El tratamiento térmico seleccionado para la obtención de la microestructura bifásica vuelve frágil el material, debido al doble sobre envejecido que se realiza cuando se envejece para precipitar la fase α_2 .
- La técnica de microscopía electrónica de barrido fue capaz de observar la precipitación de partículas α_2 de tamaño nanométrico, alojadas dentro de la fase α de las microestructuras bifásica y equiaxial obtenidas mediante diferentes tratamientos térmicos.
- La técnica de PTE es sensible a los cambios microestructurales producidos por la precipitación α_2 , describiendo el comportamiento de envejecido coincidiendo con los tiempos de envejecido donde se presentaron cambios abruptos.
- El PTE alcanzó su caída en un tiempo de 200 h de envejecido cuando existe mayor dispersión de los precipitados α_2 en el grano α y alcanza su tamaño óptimo, como se corroboró con la medición de dureza.
- El PTE aumenta rápidamente en 720 h cuando comienza el sobre envejecido, donde aumenta el tamaño del precipitado e inicia la incoherencia de la precipitación con la matriz.
- La medición de atenuación ultrasónica usando la técnica de inmersión empleando el método pulso-eco no fue sensible a la precipitación α_2 , debido a que el tamaño nanométrico de los precipitados no parece influir en gran medida a la pérdida de la intensidad de la onda.
- La medición de conductividad eléctrica realizada con la técnica de caída de potencial de corriente alterna, presentó una disminución gradual en la resistividad de la aleación. Ti-6Al-4V provocando un aumento en la conductividad hasta las 200 h de envejecido, esto se atribuye a la precipitación α_2 que es coherente con la matriz α y no obstaculiza el flujo de los electrones.
- El efecto continuo de endurecimiento en el rango del tiempo de envejecido estudiado lleva a una microdureza Vickers máxima de 520 HV₁₀₀ a 200 horas. Provocado por los dos tipos de endurecimiento que se presentan en la microestructura. El primer mecanismo de endurecimiento es por precipitación, el cual se presenta en los granos α al precipitar las

partículas α_2 , el segundo mecanismo de endurecimiento se presentó al formarse la martensita templada.

TRABAJO FUTURO

- Emplear ultrasonido no lineal en muestras tratadas termicamente, para la detección de la precipitación α_2 .
- Emplear microscopia electronica de transmisión para caracterizar la precipitación α_2 .
- Realizar tiempos restantes de envejecido en la microestructura equiaxial y compararlos con la microestructura bifásica.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Metals A S F. *Metals handbook. 2. Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*. American Society for Metals. 1990.
- [2] Poondla N, Srivatsan T S, Patnaik A and Petraroli M. *A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: commercially pure and Ti-6Al-4V*. **Journal of Alloys and Compounds**. 486, 1-2, 2009.
- [3] Leyens C and Peters M. *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons. 2003.
- [4] Warchomicka F, Poletti C and Stockinger M. *Study of the hot deformation behaviour in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr*. **Materials Science and Engineering: A**. 528, 28, 2011.
- [5] Yu H, Li Z, Bao Z-H and Kang S-P. *Influence of heat treatment on hot-rolled sheet forming of Ti-6Al-4V alloy*. **In International Conference on Materials Science and Application 2015**.
- [6] Lee D-G, Lee S and Lee Y. *Effect of precipitates on damping capacity and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy*. **Materials Science and Engineering: A**. 486, 1, 2008.
- [7] Collings E W, Welsch G and Boyer R. *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM international. 1993.
- [8] Zeng L and Bieler T R. *Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic texture of α , α' , α'' and β phases in Ti-6Al-4V wire*. **Materials Science and Engineering: A**. 392, 1-2, 2005.
- [9] Carreon H, Ruiz A and Santoveña B. *Study of aging effects in a Ti-6Al-4V alloy with Widmanstätten and equiaxed microstructures by non-destructive means*. **AIP Conference Proceedings** 739-745. 2014.
- [10] Gheysarian A and Abbasi M. *The effect of aging on microstructure, formability and springback of Ti-6Al-4V titanium alloy*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 26, 1, 2017.
- [11] Ahmed T and Rack H J. *Phase transformations during cooling in $\alpha + \beta$ titanium alloys*. **Materials Science and Engineering: A**. 243, 1, 1998.
- [12] Donachie M J. *Titanium: a technical guide*. ASM international. 2000.
- [13] Lee D-G, Kim Y G, Nam D-H, Hur S-M and Lee S. *Dynamic deformation behavior and ballistic performance of Ti-6Al-4V alloy containing fine α_2 (Ti₃Al) precipitates*. **Materials Science and Engineering: A**. 391, 1, 2005.
- [14] Sahoo R, Mantry S, Sahoo T K, Mishra S and Jha B B. *Effect of microstructural variation on erosion wear behavior of Ti-6Al-4V alloy*. **Tribology Transactions**. 56, 4, 2013.
- [15] Chrapoński J and Szkliniarz W. *Quantitative metallography of two-phase titanium alloys*. **Materials Characterization**. 46, 2-3, 2001.
- [16] Venkatesh B D, Chen D L and Bhole S D. *Effect of heat treatment on mechanical properties of Ti-6Al-4V ELI alloy*. **Materials Science and Engineering: A**. 506, 1-2, 2009.
- [17] Lütjering G. *Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha + \beta$) titanium alloys*. **Materials Science and Engineering: A**. 243, 1, 1998.
- [18] Boyer R R and Briggs R D. *The use of β titanium alloys in the aerospace industry*. **Journal of Materials Engineering and Performance**. 14, 6, 2005.
- [19] Pederson R, "Microstructure and phase transformation of Ti-6Al-4V," Licentiate Thesis, Department of Applied Physics and Mechanical Engineering, Luleå University of Technology, 2002.

- [20] Lütjering G and Williams J C. *Engineering materials and processes: titanium*. 2007.
- [21] Sahoo R, Jha B B and Sahoo T K. *Dry sliding wear behaviour of Ti–6Al–4V alloy consisting of bimodal microstructure*. **Transactions of the Indian Institute of Metals**. 67, 2, 2014.
- [22] Lee D-G, Lee Y H, Lee S, Lee C S and Hur S-M. *Dynamic deformation behavior and ballistic impact properties of Ti-6Al-4V alloy having equiaxed and bimodal microstructures*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 35, 10, 2004.
- [23] Askeland D R, Fulay P P and Wright W J. *The science and engineering of materials* 2010.
- [24] Metals A S F. *Volume 4: heat treating*. 1991.
- [25] Rowe D M. *Thermoelectrics handbook: macro to nano*. CRC press. 2005.
- [26] Kleber X, Simonet L, Fouquet F and Delnondedieu M. *Thermoelectric power of a two-dimensional metal/metal composite: a numerical approach*. **Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering**. 13, 3, 2005.
- [27] Carreon H. *Thermoelectric non-destructive texture characterization in Ti-6Al-4V*. **NDT & E International**. 39, 6, 2006.
- [28] Macdonald D K C. *Thermoelectricity: an introduction to the principles*. Courier Corporation. 2006.
- [29] Caballero F G, Capdevila C, Alvarez L F, Garcı, X and A De Andrés C. *Thermoelectric power studies on a martensitic stainless steel*. **Scripta Materialia**. 50, 7, 2004.
- [30] Carreon H, Barriuso S, Barrera G, González-Carrasco J L and Caballero F G. *Assessment of blasting induced effects on medical 316 LVM stainless steel by contacting and non-contacting thermoelectric power techniques*. **Surface and Coatings Technology**. 206, 11, 2012.
- [31] Carreón H, Barriuso S, Porro J A, González-Carrasco J L and Ocaña J L. *Characterization of laser peening-induced effects on a biomedical Ti6Al4V alloy by thermoelectric means*. **Optical Engineering**. 53, 12, 2014.
- [32] Hellier C. *Handbook of nondestructive evaluation*. McGraw-Hill. 2001.
- [33] Ruiz A, Fuentes-Corona K J, López V H and León C A. *Microstructural and ultrasonic characterization of 2101 lean duplex stainless steel welded joint*. **Applied Acoustics**. 117, 2017.
- [34] Rogers P H and Van Buren A L. *An exact expression for the Lommel-diffraction correction integral*. **The Journal of the Acoustical Society of America**. 55, 4, 1974.
- [35] Bowler N. *Theory of four-point direct-current potential drop measurements on a metal plate*. **Research in Nondestructive Evaluation**. 17, 1, 2006.
- [36] Sposito G, Cawley P and Nagy P B. *Potential drop mapping for the monitoring of corrosion or erosion*. **NDT & E International**. 43, 5, 2010.
- [37] Rana R, Singh S B and Mohanty O N. *Thermoelectric power studies of copper precipitation in a new interstitial-free steel*. **Scripta Materialia**. 55, 12, 2006.
- [38] Celada-Casero C, Chao J, Urones-Garrote E and San Martin D. *Continuous hardening during isothermal aging at 723 K (450° C) of a precipitation hardening stainless steel*. **Metallurgical and Materials Transactions A**. 47, 11, 2016.
- [39] Carreon H, Carreon M and Dueñas A. *Assessment of precipitates of aged Ti-6Al-4V alloy by ultrasonic attenuation*. **Philosophical Magazine**. 97, 1, 2017.
- [40] American Society of Testing Materials, E8/E8M-13a. *Standard test methods for tension testing of metallic materials*, 2013.

- [41] Patil S, Kekade S, Phapale K, Jadhav S, Powar A, Supare A and Singh R. *Effect of α and β phase volume fraction on machining characteristics of titanium alloy Ti6Al4V*. **Procedia Manufacturing**. 6, 2016.
- [42] Lee D-G, Lee S and Lee C S. *Quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy containing fine α_2 -Ti₃Al precipitates*. **Materials Science and Engineering: A**. 366, 1, 2004.
- [43] Lütjering G and Williams J C. *Titanium*. Springer. 2007.
- [44] Lee D-G and Lee S. *Effects of nano-sized α_2 (Ti₃Al) particles on quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy with bimodal microstructure*. **Journal of Materials Science**. 40, 15, 2005.
- [45] Choe H-J, Won J, Hyun Y-T, Lim K and Yoon S-Y. *TiFe precipitation behavior and its effect on strengthening in solution heat-treated Ti-5Al-3.5 Fe during isothermal aging*. **Metals**. 8, 11, 2018.
- [46] Campbell Jr F C. *Manufacturing technology for aerospace structural materials*. Elsevier. 2011.
- [47] Joshi V A. *Titanium alloys: an atlas of structures and fracture features*. Crc Press. 2006.