



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN  
EN METALURGIA Y MATERIALES

UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES

Tesis para obtener el Grado de Maestría en Ciencias en Metalurgia y Ciencia de los Materiales

**“DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES ELÁSTICAS MEDIANTE TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS EN UNA ALEACIÓN TI-6AL-4V ENVEJECIDA TÉRMICAMENTE”**

ING. FERNANDO ESPINOZA VARGAS

Director de Tesis

DR. ALBERTO RUIZ MARINES

Morelia, Michoacán, septiembre 2022.



Instituto de Investigación  
en Metalurgia y Materiales

Of. Num. IIMM-ST-041-2022  
Morelia, Mich., a 21 de Septiembre de 2022

**ING. FERNANDO ESPINOZA VARGAS**  
**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 Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales con la tesis titulada: "DETERMINACIÓN DE LAS CONSTANTES ELÁSTICAS MEDIANTE TÉCNICAS NO DESTRUCTIVAS EN UNA ALEACIÓN Ti-6Al-4V ENVEJECIDA TÉRMICAMENTE", le ha sido asignada la siguiente mesa sinodal:

|          |  |              |
|----------|--|--------------|
| 97003948 | DR. ALBERTO RUIZ MARINES                 | (PRESIDENTE) |
| 01003062 | DR. ARNOLDO BEDOLLA JACUINDE             | (Vocal)      |
| 05002699 | DR. VICTOR HUGO LOPEZ MORELOS            | (Vocal)      |
| 19000243 | DR. FRANCISCO VAPEANI GUERRA LOPEZ       | (Vocal)      |
| 04003187 | DR. RICARDO MORALES ESTRELLA             | (Vocal)      |
| 03003795 | DR. HECTOR GUILLERMO CARREON GARCIDUEÑAS | (Suplente)   |

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

Atentamente

UMSNH



Instituto de Investigación  
en Metalurgia y Materiales  
**DIRECCIÓN**

*V. López Morelos*  
**Dr. Víctor Hugo López Morelos**  
Director

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

## AGRADECIMIENTOS

Al Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, por permitirme formar en sus instalaciones y brindarme de su calidad y apoyo en cada una de las áreas donde desempeñe mis actividades con la finalidad de obtener el grado de maestro en ciencias, les agradezco permitirme formar parte y realizar mis actividades en esta prestigiosa institución, donde además de conocimientos y nuevas habilidades, me lleve un gran número de experiencias muy gratas, sin dejar a un lado, la gran cantidad de maravillosas personas que conocí durante el proceso.

Agradezco al personal docente, el compartirme su saber y habilidades, enriqueciendo mi conocimiento en área de la metalurgia y ciencia de los materiales.

Este proyecto de investigación para la obtención del grado de maestro en ciencias fue realizado en las instalaciones de la Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo (UMSNH), específicamente en el Instituto de Investigación de Metalurgia y Materiales (IIMM) con fondos de CONACYT-MEXICO. Este autor agradece a UMSNH y CONACYT su apoyo para la realización de mis estudios de maestría en ciencias.

Doy gracias a Dios por brindarme la oportunidad de aprender nuevas habilidades y conocimientos, además de permitirme disfrutar la vida, darme la dicha de disfrutar y crear nuevos momentos.

A mi madre Manuela Vargas de la Rosa, por su tan admirable ejemplo, además le agradezco el impulso del día a día hasta la conclusión de esta etapa, sin dejar a un lado agradecimiento a mis hermanos Andrés y Frida Betzaida Espinoza Vargas por su apoyo incondicional.

A mi tío el Dr. Marco Antonio Espinosa Medina que me guio para la selección de este posgrado, y me continuó apoyando durante todo el proceso.

A mis amigos y compañeros del instituto, que me apoyaron y brindaron su apoyo y amistad, a quienes llevo en mi corazón.

Al Dr. Albero Ruiz Marines por permitirme formar parte de su equipo para trabajar en este proyecto que me ha brindado además de nuevo conocimiento, nuevas habilidades, sin dejar a un lado, el haberme brindado su amistad, apoyo, confianza, conocimiento y asesorarme hasta la conclusión de este proyecto.

## DEDICATORIA

Me gustaría dedicarle este trabajo a mi madre Manuela Vargas de la Rosa, a mis hermanos Andrés y Frida Betzaida Espinoza Vargas por siempre brindarme su apoyo e impulsarme para continuar adelante. Dedico toda esta investigación a mi familia, amigos, compañeros por apoyar en cada una de las actividades y el proceso que conllevo la culminación de este manuscrito.

## ÍNDICE DE CONTENIDO

|  |    |
|--|----|
| CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN .....   | 1  |
| 1.1.    Objetivo general .....   | 3  |
| 1.2.    Objetivos específicos .....                                      | 3  |
| 1.3.    Justificación .....  | 3  |
| 1.4.    Hipótesis .....  | 3  |
| 1.5.    Metas científicas.....   | 4  |
| CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE ..... | 5  |
| 2.1.    El Titanio .....   | 5  |
| 2.2.    Historia del Titanio.....  | 5  |
| 2.3.    Propiedades del Titanio .....                                    | 6  |
| 2.4.    Metalurgia del Titanio .....                                     | 7  |
| 2.5.    Clasificación de aleaciones de Titanio .....                     | 7  |
| 2.5.1.    Aleaciones Ti- $\alpha$ .....                                  | 7  |
| 2.5.2.    Aleaciones Ti $\alpha$ + $\beta$ .....                         | 8  |
| 2.5.3.    Aleaciones Ti- $\beta$ .....                                   | 8  |
| 2.6.    Aleación Ti-6Al-4V .....   | 8  |
| 2.6.1.    Propiedades de la aleación Ti-6Al-4V .....                     | 9  |
| 2.6.2.    Metalurgia de la aleación Ti-6Al-4V .....                      | 10 |
| 2.6.3.    Estructura equiaxial .....                                     | 11 |
| 2.6.4.    Estructura Widmanstätten .....                                 | 11 |
| 2.6.5.    Estructura bimodal.....  | 12 |
| 2.7.    Tratamientos térmicos de la aleación Ti-6Al-4V .....             | 13 |
| 2.8.    Envejecido de la aleación Ti-6Al-4V .....                        | 14 |
| 2.9.    Ensayos destructivos .....                                       | 15 |
| 2.10.    Ensayos no destructivos.....                                    | 15 |
| 2.11.    Propagación de ondas elásticas .....                            | 16 |
| 2.11.1.    Onda plana que se propaga en una dimensión.....               | 16 |
| 2.12.    Tipos de ondas .....  | 18 |
| 2.12.1.    Ondas longitudinales.....                                     | 19 |
| 2.12.2.    Ondas de corte .....  | 20 |
| 2.13.    Teoría acustoelástica .....                                     | 20 |
| 2.14.    Estado del arte de las aleaciones Ti-6Al-4V .....               | 24 |
| CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL .....                               | 34 |
| 3.1.    Metodología de la investigación .....                            | 34 |
| 3.2.    Material y composición química .....                             | 34 |
| 3.3.    Tratamiento térmico .....  | 35 |

|   |    |
|---|----|
| 3.3.1 Microestructura equiaxial .....                                     | 35 |
| 3.3.2 Envejecido térmico .....  | 35 |
| 3.4 Caracterización no destructiva .....                                  | 36 |
| 3.4.1 Medición de potencial termoeléctrico (PTE) .....                    | 36 |
| 3.5 Medición de atenuación y velocidad ultrasónica .....                  | 38 |
| 3.5.1 Velocidad de onda .....   | 39 |
| 3.6 Análisis microestructural .....                                       | 39 |
| 3.6.1 Difracción de rayos-X (DRX) .....                                   | 40 |
| 3.6.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB).....                       | 40 |
| 3.7 Caracterización mecánica .....  | 40 |
| 3.7.1 Microdureza Vickers .....   | 41 |
| 3.8 Determinación de constantes acustoelásticas.....                      | 41 |
| CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIONES .....                                | 45 |
| 4.1 Microscopía óptica (MO) .....   | 45 |
| 4.1.1 Condición de recibido (Metal base).....                             | 45 |
| 4.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X..... | 45 |
| 4.2.1 Condición de recibido (MB) .....                                    | 45 |
| 4.2.2 Microestructura Equiaxial.....                                      | 49 |
| 4.4 Ensayos mecánicos.....  | 75 |
| 4.4.1 Microdureza .....   | 75 |
| 4.4.2 Ensayos de tensión.....   | 79 |
| 4.5 Ensayos no destructivos.....  | 87 |
| 4.5.1 Medición de potencial termoeléctrico (PTE) .....                    | 87 |
| 4.4.2 Mediciones de velocidad ultrasónica .....                           | 90 |
| 4.6 Acustoelásticidad. ....   | 93 |
| CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES .....  | 98 |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 2. 1 Estructuras cristalinas del titanio: Ti- $\alpha$ y Ti- $\beta$ . Estructura hexagonal compacta (HCP) y cúbica centrada en el cuerpo (BCC), respectivamente.....   | 7  |
| Figura 2. 2 Diagrama de transformación de fase ternaria de la aleación Ti-6Al-4V [11]......  | 11 |
| Figura 2. 3 Microestructura equiaxial aleación Ti-6Al-4V: a) Grano fino, b) grano grueso [11]. .....   | 11 |
| Figura 2. 4 Microestructura laminar o Widmanstätten [11]. .....  | 12 |
| Figura 2. 5 Microestructura bimodal [11]. .....  | 13 |
| Figura 2. 6 Representación esquemática de una onda propagándose en una barra y las fuerzas que actúan en un elemento $dx$ cuando pasa la onda elástica. ....   | 16 |
| Figura 2. 7 Representación esquemática de una onda armónica propagándose hacia la derecha con una velocidad $c$ .....  | 19 |
| Figura 2. 8 Representación esquemática de una onda longitudinal y su efecto en las partículas del medio. ....  | 19 |
| Figura 2. 9 Representación esquemática de una onda longitudinal y su efecto en las partículas del medio. ....  | 20 |
| Figura 2. 10 Ilustración esquemática de las velocidades de ondas y campo de esfuerzo en un sistema ortogonal de ejes. ....   | 22 |
| Figura 2. 11 Micrografías ópticas de muestras envejecidas de microestructuras (a) equiaxial y (b) bimodal. Atacadas con solución Kroll [23] .....  | 24 |
| Figura 2. 12 Micrografías por MEB de muestras envejecidas de microestructuras (a) equiaxial y (b) bimodal. Se muestran partículas finas $\alpha_2$ homogéneamente distribuidas en la fase $\alpha$ . Atacadas con solución Kroll [23]......  | 25 |
| Figura 2. 13 Variación de dureza Vickers en función del tiempo de envejecido [23]. .....   | 25 |
| Figura 2. 14 Imágenes por MEB mostrando los especímenes Ti-6Al-4V tratados térmicamente a: (a) 850-FC (b) 950-FC (c) 1020-FC y (d) CA [36]......   | 26 |
| Figura 2. 15 Curva representativa esfuerzo ingenieril – deformación de aleación Ti-6Al-4V [36]. .....  | 27 |
| Figura 2. 16 Variación de los parámetros de no linealidad con la vida a la fatiga en (a) nilón y (b) en un compuesto de matriz de titanio [37]......   | 27 |
| Figura 2. 17 Micrografías de las muestras 1 (a), 3 (b) y 7 (c) a 500 magnificaciones las cuales muestran en forma progresiva una mejor unión por difusión cuantificada por el CBGG [38]. .....   | 28 |
| Figura 2. 18 Imágenes no lineales de interfaces de Ti-6Al-4V con diferentes calidades de unión representada por el CBGG [38]. .....  | 28 |
| Figura 2. 19 Arreglo experimental para la medición de acustoelásticidad en madera (a) sin aplicación de esfuerzo y (b) con la aplicación de esfuerzo [39]. .....   | 29 |
| Figura 2. 20 Comportamiento de la velocidad ultrasónica de onda con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica [40]......  | 29 |
| Figura 2. 21 Efecto del tiempo de envejecido en microdureza Vickers y PTE a una temperatura de envejecido de 450°C. Las flechas indican cambio de pendiente. ....  | 30 |
| Figura 2. 22 Arreglo experimental [42]. .....  | 31 |
| Figura 2. 23 Cambio en la medición del parámetro no-colineal $\chi$ con el incremento de la deformación plástica [42]. .....   | 31 |
| Figura 2. 24 Cambio en la medición del parámetro no-colineal $\chi$ con el incremento del número de ciclos a la fatiga [42]. .....   | 32 |
| Figura 2. 25 Variación relativa de la velocidad de los modos de volumen debido a una carga uniaxial aplicada (valores promedio y desviación estándar de los 5 puntos medidos) para las aleaciones In718 y Ti6246 donde P – Onda longitudinal, S – en ambas polarizaciones) [43]. ..... | 32 |
| Figura 2. 26 Señal ultrasónica longitudinal recibida [44]. .....   | 33 |
| Figura 2. 27 Velocidades de onda medidas en función del esfuerzo aplicado para una aleación de magnesio-aluminio AZ31 [44]. .....  | 33 |
| Figura 3. 1 Diagrama de flujo de la metodología que utilizada durante la investigación. ....   | 34 |
| Figura 3. 2 Representación esquemática del tratamiento térmico para la obtención de microestructura  |    |

|  |    |
|--|----|
| equiaxial. ....  | 35 |
| Figura 3. 3 Representación esquemática del tratamiento térmico de envejecido. ....   | 36 |
| Figura 3. 4 Diagrama de potencial termoeléctrico (TEP), técnica de punta caliente. ....  | 37 |
| Figura 3. 5 Gráfico de calibración de la punta oro-cobre. ....   | 38 |
| Figura 3. 6 Representación esquemática de las muestras que utilizadas en las mediciones de velocidad ultrasónica. ....   | 38 |
| Figura 3. 7 Representación esquemática de la técnica de contacto. ....   | 39 |
| Figura 3. 8 Dimensiones de probeta de tensión de acuerdo con la norma ASTM E8/E8M-21, dimensiones en mm. ....  | 41 |
| Figura 3. 9 Diagrama esquemático de la medición de constantes acustoelásticas. ....  | 42 |
| Figura 3. 10 Explicación del cruce positivo en cero usado para la medición del tiempo [47]. ....   | 43 |
| Figura 3. 11 Porcentaje de cambio relativo de velocidad de onda en función del esfuerzo uniaxial aplicado, se muestran los resultados de onda longitudinal, y ambas de corte. ....   | 43 |
| Figura 4. 1 Micrografía de la aleación Ti-6Al-4V utilizada durante la experimentación en condición de recibido (Metal base). ....  | 45 |
| Figura 4. 2 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial en condición de recibido con amplificación de: (a)1 000x y (b)2 500x. ....   | 46 |
| Figura 4. 3 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos en probeta en condición de recibido. ....                                    | 47 |
| Figura 4. 4 Mapeo elemental de la microestructura en condición de recibido; (a) imagen SEI, (b) mapeo general, (c) Al, (d) C, (e) Fe, (f) Ti y (g) V. ....   | 48 |
| Figura 4. 5 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos en probeta sin envejecer. ....   | 49 |
| Figura 4. 6 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 1 hora. ....   | 50 |
| Figura 4. 7 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 50 horas. ....   | 51 |
| Figura 4. 8 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 150 horas. ....  | 52 |
| Figura 4. 9 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 220 horas (a)2 500x y (b)10 000x. ....   | 52 |
| Figura 4. 10 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 220 horas. .... | 53 |
| Figura 4. 11 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante (a) 300 y (b) 400 horas. ....   | 54 |
| Figura 4. 12 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante (a) 300 y (b) 400 horas. ....   | 55 |
| Figura 4. 13 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 300 horas. .... | 55 |
| Figura 4. 14 Imágenes de MEB de la microestructura equiaxial con tratamiento térmico de envejecido a una temperatura de 545 °C a (a) 1 hora, (b) 50, (c) 150, (d) 220, (e) 300 y (f) 400 horas. ....   | 57 |
| Figura 4. 15 Imágenes de MEB de la microestructura equiaxial con tratamiento térmico de envejecido a una temperatura de 600 °C a (a) 1 hora, (b) 50, (c) 150, (d) 220, (e)300 y (f) 400 horas. ....  | 58 |
| Figura 4. 16 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C por 1 hora. ....        | 59 |
| Figura 4. 17 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 50 horas. ....  | 60 |
| Figura 4. 18 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura   |    |

|  |    |
|--|----|
| equiaxial envejecida a 600 °C durante 150 horas. ....  | 61 |
| Figura 4. 19 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 220 horas.....  | 62 |
| Figura 4. 20 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 220 horas. .... | 63 |
| Figura 4. 21 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 400 horas. .... | 64 |
| Figura 4. 22 Comportamiento de la fracción volumétrica de la fase $\beta$ en función del tiempo de envejecido a 600 °C.....  | 65 |
| Figura 4. 23 Comportamiento del tamaño de grano de la fase $\alpha$ en función del tiempo de envejecido a 600 °C.....  | 66 |
| Figura 4. 24 Comportamiento de la fracción volumétrica de fase $\beta$ en función del tiempo de envejecido a 545 °C.....   | 68 |
| Figura 4. 25 Comportamiento del tamaño de grano de la fase $\alpha$ en función del tiempo de envejecido a 545 °C.....  | 69 |
| Figura 4. 26 Difractograma de la aleación Ti-6Al-4V en distintas condiciones obtenidas en una configuración de $2\theta$ de 30 a 80°.....  | 70 |
| Figura 4. 27 Comparación de los difractograma en distintas condiciones con configuración de $2\theta$ de 35 a 42°.....   | 71 |
| Figura 4. 28 Detalle de los picos de difracción representativos para las partículas precipitadas $\alpha_2$ .....  | 72 |
| Figura 4. 29 Detalle de los patrones más representativos de difracción correspondientes a los diferentes tiempos de envejecido a 545°C.....  | 73 |
| Figura 4. 30 Detalle de los patrones más representativos de difracción correspondientes a los diferentes tiempos de envejecido a 600°C.....  | 74 |
| Figura 4. 31 Detalle de los picos de difracción representativos para las partículas precipitadas $\alpha_2$ de los tratamientos de envejecido (a) 545°C y (b) 600°C.....   | 75 |
| Figura 4. 32 Comportamiento de la microdureza Vickers en función del tiempo de envejecido de la microestructura equiaxial. ....  | 76 |
| Figura 4. 33 Micrografías de MEB en las condiciones; (a) sin envejecer y (b) envejecida por 50 horas. ..   | 77 |
| Figura 4. 34 Micrografías de MEB a probeta envejecida durante 150 horas a (a) 5 000x y .....   | 78 |
| Figura 4. 35 Micrografías de MEB a probeta envejecida durante 220 horas; (a) 10 000x y .....   | 78 |
| Figura 4. 36 Micrografías de MEB a probetas envejecida durante (a) 250 y (b) 400 horas.....  | 79 |
| Figura 4. 37 Curvas (a) esfuerzo-elongación y (b) esfuerzo-deformación unitaria de las probetas en condición de recibido (metal base), sin envejecer y envejecidas durante 50, 220 y 400 horas a 545 °C....  | 80 |
| Figura 4. 38 Comportamiento del esfuerzo ultimo de tensión en distintas condiciones. ....  | 82 |
| Figura 4. 39 Comportamiento del esfuerzo de fencia en distintas condiciones.....   | 82 |
| Figura 4. 40 Comportamiento del porcentaje de elongación en función del tiempo de envejecido a una temperatura de 545 °C.....  | 83 |
| Figura 4. 41 Fractografías de las probetas en condición de: (a) Metal base, (b) sin envejecer, envejecida por (c) 50, (d) 220 y (e) 400 horas. Algunos de los micro-hoyuelos generados durante los ensayos de tensión son señalados con puntas de flecha.....      | 84 |
| Figura 4. 42 Vista superior de las fracturas: (a) Metal base, (b) sin envejecer, envejecida por (c) 50, (d) 220 y (e) 400 horas. ....  | 85 |
| Figura 4. 43 Vista lateral de las fracturas: (a) Metal base, (b) sin envejecer, envejecida por (c) 50, (d) 220 y (e) 400 horas.....  | 86 |
| Figura 4. 44 Comportamiento del PTE en función del tiempo de envejecido a una temperatura de 545 °C.....   | 88 |
| Figura 4. 45 Comparación del comportamiento del PTE y la microdureza de la aleación en función del tiempo de envejecido a una temperatura de 545 °C.....   | 89 |
| Figura 4. 46 Comportamiento de la velocidad ultrasónica de onda longitudinal y de corte promedio en función del tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial. ....  | 90 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 4. 47 Velocidades ultrasónicas de las distintas condiciones con microestructura equiaxial para onda (a) longitudinal y (b) de corte promedio. ....   | 91 |
| Figura 4. 48 Modulo elástico obtenido mediante (a) ensayos de tensión y (b) ultrasonido. ....   | 92 |
| Figura 4. 49 (a) Representación del cuadro de leyendas presente en cada grafico del porcentaje de cambio relativo – esfuerzo uniaxial. Resultados obtenidos del porcentaje de cambio relativo de velocidad de onda en función del esfuerzo uniaxial aplicado en las condiciones: (b) Metal base, (c) Sin envejecer, (d) 100, (e) 220 y (f) 400 horas..... | 93 |
| Figura 4. 50 Parámetro de no linealidad para cada una de las condiciones analizadas.....  | 95 |
| Figura 4. 51 Relación entre el incremento de la no linealidad y la reducción relativa del módulo elástico [44].....   | 96 |
| Figura 4. 52 Comportamiento del parámetro de no linealidad en: (a) Parámetro $\beta_{11}$ para los tres diferentes estados de un espécimen de In718 (recocido, sin tratamiento térmico, deformado plásticamente) (b) Constantes acustoelásticas calculadas mediante ondas Rayleigh para especímenes de In718 y Ti6246 [43]. ....                          | 97 |

## ÍNDICE DE TABLAS

|   |    |
|---|----|
| <b>Tabla 2.1</b> Propiedades físicas del Ti-6Al-4V [11]. .....  | 10 |
| <b>Tabla 2. 2</b> Propiedades mecánicas del Ti-6Al-4V [11] .....  | 10 |
| <b>Tabla 2. 3</b> Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V [22]. .....  | 13 |
| <b>Tabla 2. 4</b> Tratamientos térmicos de sobre envejecido para Ti-6Al-4V [23]. .....  | 14 |
| <b>Tabla 3. 1</b> Composición química certificada por “VSMPO-AVISMA Corporation” de la aleación Ti-6Al-4V (% peso) que utilizada para la experimentación..... | 35 |
| <b>Tabla 3. 2</b> Potencial termoeléctrico conocido de materiales. ....   | 37 |
| <b>Tabla 3. 3</b> Mediciones de potencial termoeléctrico para calibración. ....   | 37 |
| <b>Tabla 3. 4</b> Esfuerzos y fuerzas utilizadas en los ensayos de acustoelásticidad.....   | 42 |
| <b>Tabla 4. 1</b> Porcentaje de fracción volumétrica de fase $\beta$ en los distintos tiempos de envejecido a 600 °C. ....                                    | 66 |
| <b>Tabla 4. 2</b> Porcentaje de fracción volumétrica de fase $\beta$ en los distintos tiempos de envejecido a 545 °C. ....                                    | 68 |
| <b>Tabla 4. 3</b> Velocidades ultrasónicas de las distintas condiciones con microestructura equiaxial.....  | 91 |
| <b>Tabla 4. 4</b> Propiedades mecánicas de las distintas condiciones con microestructura equiaxial medidas a partir de ultrasonido. ....                      | 92 |
| <b>Tabla 4. 5</b> Constantes acustoelásticas de primer orden de las condiciones analizadas en la presente investigación.....                                  | 94 |
| <b>Tabla 4. 6</b> Constantes de Murnaghan, Landau – Lifshitz y TOECs de las condiciones analizadas en la presente investigación. ....                         | 95 |

## RESUMEN

La aleación Ti-6Al-4V está compuesta de dos fases ( $\alpha/\beta$ ) y se caracteriza por tener una buena relación resistencia mecánica a peso y su alta resistencia a la corrosión las cuales le permiten ser usadas en diferentes aplicaciones industriales y biomédicas. Sus propiedades son optimizadas a través de tratamientos térmicos para modificar la microestructura. La determinación de esfuerzos residuales es complicada cuando se usan métodos no destructivos tradicionales. La respuesta acustoelástica de los materiales se puede establecer a partir de mediciones del tiempo de vuelo de señales ultrasónicas. El objetivo es evaluar el comportamiento de una aleación de Ti-6Al-4V envejecida térmicamente, mediante el uso señales ultrasónicas, además de la caracterización microestructural y mecánica. Los resultados de esta investigación pudieran ser usados para monitorear en la escala de laboratorio el esfuerzo absoluto y pudiera tener el potencial de usos prácticos en aplicaciones campo. Se evaluó el efecto de diferentes tratamientos térmicos en las constantes elásticas de la aleación Ti-6Al-4V determinadas a través de mediciones de acustoelasticidad mediante el uso de ondas longitudinales y de corte, se realizar ensayos mecánicos de tensión, microdureza Vickers además la medición de PTE y la aplicación de técnicas de MEB, MO y DRX para la caracterización mecánica y microestructural. La microestructura equiaxial está compuesta por fase  $\alpha$  como matriz con colonias de fase  $\beta$  y precipitados  $\alpha_2$  dispersos en el interior de los granos  $\alpha$ , la fracción volumétrica  $\beta$  y tamaño de grano  $\alpha$  están en función del tiempo de envejecido, a 220 horas de envejecido se obtuvieron los valores máximos de microdureza, esfuerzo ultimo y cedencia de 371.25 HV, 1024 MPa y 990 MPa, respectivamente. La ductilidad tiene su valor máximo en la condición de recibido de un 4.34% y disminuye con el tiempo de envejecido, la aleación presenta fractura del tipo dúctil con la presencia de micro-hoyuelos.

**Palabras Clave:** Ti-6Al-4V, envejecido, precipitados  $\alpha_2$ , acustoelasticidad, endurecimiento.

## ABSTRACT

The Ti-6Al-4V alloy is composed of two phases ( $\alpha/\beta$ ) and is characterized by a good mechanical strength-to-weight ratio and high corrosion resistance which allow it to be used in different industrial and biomedical applications. Its properties are optimized through heat treatments to modify the microstructure. The determination of residual stresses is complicated when traditional non-destructive methods are used. The acoustoelastic response of materials can be established from flight time measurements of ultrasonic signals. The objective is to evaluate the behavior of a thermally aged Ti-6Al-4V alloy, using ultrasonic signals, in addition to microstructural and mechanical characterization. The results of this research could be used to monitor on the laboratory scale the absolute effort and could have the potential for practical uses in field applications. The effect of different heat treatments on the elastic constants of the Ti-6Al-4V alloy determined through measurements of acoustoelasticity through the use of longitudinal and shear waves was evaluated, mechanical stress tests were performed, Vickers microhardness, PTE measurements, and application of MEB, MO and DRX techniques for mechanical and microstructural characterization. The equiaxial microstructure is composed of  $\alpha$  phase as a matrix with  $\beta$  phase colonies and precipitates  $\alpha_2$  dispersed inside  $\alpha$  grains,  $\beta$  volumetric fraction and  $\alpha$  grain size are in function of the aging time, at 220 hours of aging, the maximum values of microhardness, ultimate tensile, and yield strength of 371.25 HV, 1024 MPa and 990 MPa were obtained, respectively. The ductility has its maximum value in the received condition of 4.34% and decreases with the aging time, the alloy presents fracture of the ductile type with the presence of micro-dimples.

**Keywords:** Ti-6Al-4V, aged, precipitates  $\alpha_2$ , acoustoelasticity, hardening.

## CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de titanio presentan una buena relación entre propiedades mecánicas y peso, su excelente resistencia a la corrosión, y biocompatibilidad les permiten ser usadas en diferentes ámbitos de la industria, los cuales van desde la industria petrolera, biomédica y aeroespacial [1]. Su microestructura está compuesta de dos fases ( $\alpha$  y  $\beta$ ) y puede sufrir variaciones en la fracción volumétrica de  $\alpha$  y  $\beta$ , cambios en su morfología, y en su arreglo cristalográfico [2, 3]. La microestructura de esta aleación tiene un impacto importante en las propiedades mecánicas. Una vez en servicio los componentes como álabes de turbinas o codos de tuberías de presión entre otros, son sometidos a esfuerzos por carga externa o por cambios de temperatura, es inevitable la ocurrencia de deformaciones plásticas localizadas que inducen esfuerzos residuales que pueden ser de compresión o de tensión. Los esfuerzos residuales también pueden ser introducidos mediante algunos procesos de fabricación, como la soldadura. Esfuerzos residuales de compresión son inducidos por procesos como el granallado (shot peening), granallado por impacto laser (laser shock peening) y bruñidos de baja plasticidad (low plasticity burnishing) usados en el mejoramiento mecánico de superficies para aplicaciones en implantes, álabes y otros componentes en los cuales el crecimiento de grietas quiere ser mitigado [4]. Durante la operación de un avión, los componentes de la turbina están sujetos a condiciones de ciclos térmicos y mecánicos. Se creó que la exposición a altas temperaturas causa un daño en los componentes al relajar los campos de esfuerzos residuales conforme avanza el tiempo, por lo que el efecto protector benéfico de los esfuerzos residuales disminuye gradualmente [4], al no haber esfuerzos residuales, las grietas se pueden propagar desde la superficie y con el tiempo causar la falla del componente.

El monitoreo de la presencia de esfuerzos residuales puede ser usado para evaluar componentes en servicio y con ello hacer una mejor predicción de la vida remanente de un componente. La determinación o caracterización de esfuerzos residuales como un indicador importante para hacer una predicción temprana de la integridad estructural de un componente. Entre los métodos para la medición de esfuerzos residuales existen métodos destructivos/ semi-destructivos (hole-drilling) cuya aplicación es limitada por la introducción de una discontinuidad [5] y no los métodos no destructivos.

Los ensayos no destructivos son usados cada vez con más frecuencia en la caracterización de propiedades en materiales; su aplicación no altera el estado físico o constitución química, se puede aplicar a componentes en servicio y no es necesario la destrucción del mismo. Mediante los ensayos no destructivos, las evaluaciones de cambio en las propiedades los hacen candidatos para aplicación

en campo, lo cual es de gran interés en las diferentes industrias. La atenuación ultrasónica, la velocidad ultrasónica y el ultrasonido no lineal han mostrado su potencial sobre otras técnicas no destructivas convencionales debido a una mayor sensibilidad en la detección de cambios microestructurales incluso mucho antes de la disminución de las propiedades mecánicas disminuyan en forma significativa que lleve a la falla del material [5].

En el ultrasonido no lineal, las señales armónicas de orden superior se generan cuando las ondas ultrasónicas interactúan con la microestructura del material [6]. Este efecto se ha observado en la presencia de precipitados [7], daño térmico en aceros dúplex [8]. Otro método no lineal que es de interés práctico recae en el fenómeno de la dependencia de la velocidad ultrasónica en el esfuerzo. Este fenómeno es conocido como el efecto acustoelástico [9]. Gutiérrez y colaboradores [10] realizaron mediciones del efecto acustoelástico en la detección de la fragilización a 475 °C en un acero inoxidable súper dúplex encontrando que el parámetro no lineal es sensible a la fragilización gradual. La atenuación ultrasónica en metales policristalinos es primeramente causada por las pérdidas en la amplitud de la señal ultrasónica, esto se debe a que a nivel microestructural los granos tienen orientaciones cristalográficas diferentes produciendo una dispersión en la frontera de grano [10].

Este proyecto está dirigido a estudiar en muestras con estructura Widmanstätten, bimodal y equiaxial el efecto de tratamientos de envejecido la atenuación ultrasónica y en las constantes acustoelásticas, propiedades mecánicas y correlacionarlos con las características microestructurales.

### ***1.1. Objetivo general***

Caracterizar el efecto del envejecido térmico de una aleación Ti-6Al-4V mediante mediciones de atenuación, velocidad ultrasónica y la técnica de no linealidad de acustoelasticidad y relacionarlos a los cambios en las propiedades mecánicas y características microestructurales.

### ***1.2. Objetivos específicos***

- Caracterización de la microestructura, composición química y el comportamiento mecánico de los especímenes Ti-6Al-4V en condición de recibido y tratadas térmicamente.
- Establecer los parámetros para los tratamientos térmicos de envejecido en la aleación Ti-6Al-4V.
- Realizar ensayos mecánicos de tensión en los metales en condición de recibido y en las probetas envejecidas.
- Estudiar y caracterizar microestructuralmente la zona de fractura.
- Calcular el coeficiente de atenuación mediante ensayos de ultrasonido lineal.
- Determinar las constantes elásticas de material mediante ensayos de acustoelasticidad en metal base y tratado térmicamente para conocer su comportamiento con los diferentes tiempos de envejecido.

### ***1.3. Justificación***

En las diferentes industrias donde la aleación Ti-6Al-4V es usada, la presencia o disminución de esfuerzos residuales en componentes que operan a altas temperaturas y de tiempos largos en condiciones de carga extremas puede dar inicio al crecimiento de grietas. Más aun, ya que la microestructura juega un papel determinante en el comportamiento mecánico del componente, resulta de gran importancia determinar la variación gradual de los cambios en la microestructura, lo cual se lograría mediante técnicas no destructivas, estas son capaces de determinar cambios microestructurales y entender el efecto de los diferentes tiempos de envejecido en los parámetros no destructivos permitirá determinar y relacionar los parámetros no destructivos medidos en estos materiales con las propiedades mecánicas de las probetas envejecidas.

### ***1.4. Hipótesis***

La aleación Ti-6Al-4V puede sufrir endurecimiento por precipitación durante la exposición a altas temperaturas por tiempos prolongados, lo cual impacta la respuesta mecánica debido al incremento

de la dureza. Microestructuralmente se da la precipitación de la fase  $\alpha_2$  cuya presencia en grandes cantidades puede fragilizar el material. Las variables de ultrasonido lineal (coeficiente de atenuación y velocidad de onda) han sido utilizadas para detectar cambios microestructurales como cambio en el tamaño de grano. Por otra parte, el parámetro de no linealidad ultrasónica está relacionado la distorsión de la estructura cristalina causada por la precipitación de fases de tamaño nanométrico. Por lo que se espera que mediante el uso de ultrasonido lineal y no lineal se puedan detectar los cambios a nivel microestructural en piezas que han sido envejecidas gradualmente por diferentes tiempos.

### ***1.5 Metas científicas***

- Demostrar la viabilidad y sensibilidad para la caracterización de aleaciones Ti-6Al-4V mediante técnicas acustoelásticas asociados a cambios microestructurales debido a tratamientos de envejecido obteniendo una variación superior al 5% entre la condición sin envejecer y las envejecidas.
- Lograr un incremento en el porcentaje de elongación de la aleación para la microestructura equiaxial de hasta 15%.
- Lograr un incremento en el porcentaje de fracción volumétrica de a en un 1% y un decremento en el porcentaje de fracción volumétrica de b en un 5%, en las probetas envejecidas en comparación con las no envejecidas.
- Obtener un incremento en las velocidades ultrasónicas longitudinales y de corte, en un 5% comparada con la condición tratada térmicamente sin envejecer.
- Lograr un incremento de la dureza en la aleación mediante tratamientos térmicos de envejecido un 5%, comparada con la condición de recibido (metal base).

## **CAPÍTULO 2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE**

### ***2.1.El Titanio***

El titanio es un metal ligero y no ferroso, sin embargo, este es el metal ligero más pesado dentro de esta clasificación. El titanio es destacable debido a sus propiedades de alta resistencia específica y de su gran capacidad de resistencia a la corrosión.

La importancia del titanio en cuestiones estructurales radica en su excelente relación de alta resistencia específica. Es destacable mencionar que el titanio no es considerado una sustancia rara ya que es el noveno elemento más abundante en el planeta y dentro de los metales, es el cuarto más abundante, solo por debajo del aluminio (Al), hierro (Fe) y magnesio (Mg). El titanio a pesar de no ser considerado una sustancia rara, ya que se encuentra en gran cantidad en el planeta, el alto costo de este elemento se debe a que no suelen encontrarse en grandes concentraciones y menos en estado puro, lo que representa inmediatamente técnicas complejas y costosas de procesamiento para la obtención pura del elemento. Normalmente este elemento se encuentra en la naturaleza como ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ) o como rutilo ( $\text{TiO}_2$ ), actualmente para la obtención de titanio de alto grado de pureza está siendo utilizado el método de Kroll, el cual consiste en obtener tetracloruro de titanio ( $\text{TiCl}_4$ ) por cloración a alta temperatura con presencia de carbono.

El titanio es un elemento de suma importancia en las industrias aeronáutica y aeroespacial, además en la actualidad están teniendo alta impacto en industrias químicas, navales, generación de poder, medicina e inclusive está tomando gran importancia en aplicaciones relacionadas al deporte y arquitectura. Las industrias químicas y generación de poder utilizan el titanio primordialmente debido a su alta resistencia a la corrosión, sin embargo, el titanio no ha sido completamente utilizado en la industria automotriz debido a sus altos costos de producción [11, 12].

### ***2.2 Historia del Titanio***

El primer acercamiento que se tuvo al titanio fue por el mineralogista y químico William Gregor quién examinó de la arena magnética del río Helford en Cornwall, Inglaterra, logrando así, aislar la ilmenita. Años después Martin Heinrich Klaproth logró aislar el rutilo, quien además tomando como base a los titanes griegos lo nombro como titanio, nombre atribuido a su alta dureza.

Los intentos por obtener un titanio con alta pureza fueron fallidos debido a la reactividad química del material al reaccionar con oxígeno y nitrógeno. Sin embargo, ninguno de ellos logro obtener una buena pureza del titanio, sino que tiempo después Matthew Albert Hunter logró obtener titanio con un alto índice de pureza en el Rensselaer Polytechnic Institute, consiguió titanio con una alta

pureza aproximada del 99.9%, este proceso consistía en la reducción de tetracloruro de titanio con sodio mediante un técnica llamada después con su nombre “el método de Hunter”, este proceso no fue utilizado sino hasta la implementación del método de Kroll, en honor a su creador, siendo una técnica más económica ya que en vez sustituyo el uso de sodio por el de magnesio para la reducción. Actualmente el método de Kroll es el proceso dominante para la producción de titanio de alta pureza a nivel mundial.

La importancia del titanio creció exponencialmente a finales de la segunda Guerra mundial debido a la utilidad e importancia en el sector aeroespacial y aeronáutica, sector que continúa acaparando la mayoría del mercado de titanio a nivel mundial, en la actualidad industrias química, médica y generadora de poder han tomado gran parte en el uso y aprovechamiento de este elemento por sus grandes características de resistencia específica y resistencia a la corrosión. Es importante destacar que la demanda histórica del titanio ha sido dominada por la industria aeronáutica y aeroespacial [11, 12].

### ***2.3 Propiedades del Titanio***

El titanio es el metal más pesado dentro de las categorías de los metales ligeros con un valor de densidad de  $4.51 \text{ g/cm}^3$ . Esta resistencia específica en conjunto con la gran resistencia corrosiva son las propiedades más destacables del titanio [11, 12].

La resistencia específica es destacable ya que brindan mejores propiedades considerando la relación de resistencia y densidad, lo que en comparación con otros materiales puede brindar las mismas propiedades con un peso menor hasta en 40 %, que en industrias aeroespaciales por ejemplo representa una mejora en la eficiencia ahorrando peso, lo que implica reducción de costos. El titanio y sus aleaciones tienen particular aplicación en rangos de temperatura mayores que los hace particularmente atractivos para las distintas industrias, particularmente al sector aeroespacial y aeronáutico debido a las excelentes propiedades mencionadas.

En cuanto al comportamiento frente a la corrosión, el titanio cuenta con una excelente resistencia a la corrosión esto debido a la formación de una ligera capa de óxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) con un comportamiento estable, esta capa además de proteger de distintos entornos corrosivos permite mantener la integridad del titanio.

La resistencia corrosiva en el titanio también puede encontrarse en las aleaciones que lo tienen como base tienden a heredar estas buenas características de resistencia corrosiva, como lo son observadas para aleaciones base titanio;  $\text{Ti-}\beta$  y  $\text{Ti-}\alpha+\beta$ .

Es posible mejorar la resistencia corrosiva adicionando metales nobles a las aleaciones base titanio.

## 2.4 Metalurgia del Titanio

El titanio es un elemento alotrópico, presenta más de una estructura cristalina, esto a diferentes condiciones al estado natural del elemento. El titanio tiene una estructura cristalina tipo hexagonal compacta (HCP) a temperatura ambiente. El titanio cristalizado a bajas temperaturas se le denomina titanio  $\alpha$  (Ti- $\alpha$ ) mientras que al titanio con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo y se le denomina como titanio  $\beta$  (Ti- $\beta$ ) esta estructura cristalina se puede obtener con temperaturas de  $882 \pm 2$  °C, es importante notar que a esta temperatura se le denomina como  $\beta$  transus ( $T_\beta$ ). sin embargo, ésta puede variar dependiendo de los elementos aleantes utilizados.

El titanio alfa (Ti- $\alpha$ ), tiene estructura cristalina (HCP), los parámetros de red son  $a = 0.295$  nm y  $c = 0.468$  nm mientras que el titanio beta (Ti- $\beta$ ), con estructura cristalina (BCC), tiene parámetro de red  $0.332$  nm. Las fases y sus parámetros están mostradas en la Figura 2.1 [12]:

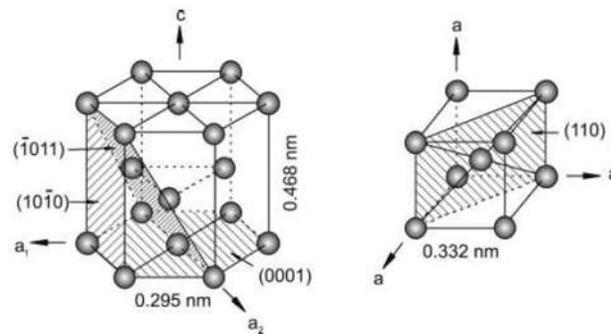


Figura 2. 1 Estructuras cristalinas del titanio: Ti- $\alpha$  y Ti- $\beta$ . Estructura hexagonal compacta (HCP) y cúbica centrada en el cuerpo (BCC), respectivamente.

## 2.5 Clasificación de aleaciones de Titanio

Dentro de las aleaciones base Ti, existen varias clasificaciones, sin embargo, la ASTM (*American Society of Testing and Materials*) las clasifica según la presencia de fases, ya sea Ti- $\alpha$  y Ti- $\beta$  dentro de la aleación, las aleaciones se pueden ubicar dentro de las siguientes [11, 12]:

- Aleaciones Ti- $\alpha$
- Aleaciones Ti- $\beta$
- Aleaciones Ti  $\alpha + \beta$

### 2.5.1 Aleaciones Ti- $\alpha$

Las aleaciones Ti- $\alpha$  son estabilizados mediante elementos tales como aluminio (Al) y estaño (Sn), este tipo de aleaciones cuenta en una estructura cristalina hexagonal compacta (HCP). Este tipo de

aleaciones son tratadas a altas temperaturas para el tratamiento de recocido por encima de la región  $\beta$  para después ser enfriados rápidamente lo que como consecuencia genera granos finos y de geometría acicular, tipo  $\alpha$ . El principal uso de aleaciones Ti- $\alpha$  está presente en componentes utilizados en condiciones de altas temperaturas [12].

### **2.5.2 Aleaciones Ti $\alpha + \beta$**

Las aleaciones Ti( $\alpha + \beta$ ) suelen usar comúnmente los elementos aluminio y vanadio como estabilizadores  $\alpha$  y  $\beta$ , respectivamente, estos son usados en pequeñas cantidades, estas aleaciones presentan el uso más común y amplia dentro de las aleaciones de titanio, tienen la capacidad de ser modificadas mediante tratamientos térmicos, esto con la finalidad de obtener propiedades mecánicas diversas según lo requiera [11, 12].

En general presentan las siguientes características [11, 12]:

- Capacidad de ser tratadas térmicamente.
- Propiedades mecánicas de acuerdo con el tratamiento térmico aplicado.
- Aleaciones de mayor uso.
- Es importante mencionar que las aleaciones Ti-6Al-4V, cuenta con el uso más amplio [12].

### **2.5.3 Aleaciones Ti- $\beta$**

Las aleaciones Ti- $\beta$  contienen elementos betagenos como mayoría, estas presentan un comportamiento metaestable, los elementos betagenos más comunes utilizados con el molibdeno (Mo) y vanadio (V), este tipo de aleaciones se caracteriza por retener fases  $\beta$  y al ser enfriados rápidamente no sufren transformación martensítica, además tienen una destacable templeabilidad y son muy adecuados para tratamientos térmicos, es importante mencionar que un típico tratamiento térmico se da en el rango de temperaturas de entre 450°C y 650°C [11, 12].

## **2.6 Aleación Ti-6Al-4V**

La aleación Ti-6Al-4V, es la aleación con base titanio (Ti) más utilizada por su gran versatilidad, esto debido a su afinidad hacia los tratamientos térmicos, que le brinda la capacidad de obtener excelentes propiedades mecánicas además de su gran comportamiento ante la corrosión, estas características antes mencionadas brindan amplio uso de esta aleación.

Esta es una aleación se encuentra dentro de la clasificación de  $\alpha + \beta$ , teniendo como agentes estabilizadores al aluminio, como agente  $\alpha$  en una concentración del 6% y el vanadio como agente

estabilizador  $\beta$  en un concentración del 4%, sin embargo, puede contener algunos elementos variados tales como oxígeno(O), nitrógeno(N), hierro(Fe), carbono (C) e incluso yodo(Y), obviamente muy bajas concentraciones, es destacable la implicaciones de C y N dentro de las aleaciones, ya que mayor concentración de estos se verá reflejado un aumento en la resistencia de la aleación. Esta aleación es sumamente atractiva debido al excelente balance de propiedades mecánicas que presenta [11, 12].

El comportamiento del aluminio dentro de la aleación implica el aumento de la temperatura de transformación de la fase  $\alpha$  mientras que el vanadio se encarga de estabilizar la fase  $\beta$ , además de que cada elemento agregado a la aleación afectará a las propiedades finales del mismo [11, 12].

Al ser sometidos a procesos de envejecido suele generar partículas  $\alpha_2$ , partículas compuestas por  $Ti_3Al$  [13]. Las segundas fases precipitadas tienen carácter inter metálico, las cuales incrementan la dureza del material y actúan como inclusiones, entorpeciendo la movilidad de dislocaciones como consecuencia.

Dentro del grupo de aleaciones con base titanio, está presenta una notable capacidad de soldabilidad, este comportamiento esta atribuido a su dureza y fragilidad menor, comparada con otras aleaciones de su mismo grupo  $\alpha + \beta$  y además de su morfología martensita laminar generada por enfriamientos rápidos, producida naturalmente durante procesos de soldadura. Sin embargo, estas no presentan buena compatibilidad a procesos de soldadura por fusión convencionales tendiendo a fragilizar al afectar la microestructura de la aleación [14, 15].

La aleación Ti-6Al-4V por sus propiedades presentan un uso amplio en el sector aeroespacial y aeronáutico en la elaboración de componentes de uso específico, por sus propiedades mecánicas de alta resistencia específica y corrosiva, sin embargo, también presentan uso especializado en las industrias automotriz y química [16].

### ***2.6.1 Propiedades de la aleación Ti-6Al-4V***

La aleación Ti-6Al-4V presenta propiedades excelentes para su baja densidad, además esta aleación metálica presenta buenas propiedades de ductilidad, fatiga, fractura, resistencia mecánica, esta presenta un equilibrio casi único confiriendo a este material aplicaciones únicas y especializadas, esto sin dejar a un lado su alta resistencia corrosiva [11, 12].

Estas características mecánicas propias de la aleación están atribuidas a su microestructura, composición, tratamientos térmicos y mecánicos aplicados a la misma.

Las tablas 2.1. y 2.2. muestran las propiedades físicas y mecánicas de la aleación metálica Ti-6Al-4V.

**Tabla 2.1** Propiedades físicas del Ti-6Al-4V [11].

| Densidad<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Calor específico<br>[°C] | Punto de fusión<br>[J/kg · cm] | Conductividad<br>térmica<br>[Ohm · cm] | Resistencia<br>eléctrica<br>[W/m · K] |
|----------------------------------|--------------------------|--------------------------------|--|---------------------------------------|
| 4.42                             | 1649                     | 560                            | 170                                    | 7.2                                   |

**Tabla 2. 2** Propiedades mecánicas del Ti-6Al-4V [11]

| Esfuerzo de<br>fluencia<br>[MPa] | Esfuerzo de<br>tensión<br>[MPa] | Elongación<br>[%] | Módulo elástico<br>[MPa] | Dureza<br>[HV] |
|----------------------------------|---------------------------------|-------------------|--------------------------|----------------|
| 800-1100                         | 900-1200                        | 13-16             | 110-140                  | 300-400        |

La aleación Ti-6Al-4V presenta deseables y excelentes características químicas, debido a la capa pasiva de óxido formado en su superficie, que le confiere su excelente resistencia a la corrosión y que en aplicaciones biomédicas le brinda un nivel muy bajo de toxicidad, esta capa pasiva primordialmente está formada por dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) [17, 18].

### 2.6.2 Metalurgia de la aleación Ti-6Al-4V

La aleación de Ti-6Al-4V está clasificada  $\alpha + \beta$ , presenta una estructura cristalina combinada, esto debido a la aportación de cada fase, mientras que la fase  $\alpha$  presenta una estructura cristalina tipo HCP, la fase  $\beta$  presenta un BCC. Presenta un comportamiento alotrópico, y debido a esta característica en conjunto con la susceptibilidad a ser tratada, mecánica o térmicamente, le brinda la versatilidad en cuanto a sus propiedades mecánicas. Sin embargo, no solamente los elementos estabilizadores influirán en la microestructura de la aleaciones, sino también deben de ser considerados todo tipo de elementos intersticiales adicionados así como los tratamientos térmicos aplicados [11, 12].

La aleación Ti-6Al-4V presenta distintas microestructuras tales como la bimodal, equiaxial, y laminar, esta depende del arreglo, distribución y orientación de las fases  $\alpha + \beta$ , esta a su vez están influenciadas por elementos aleantes, tratamientos térmicos y mecánicos. Por lo tanto, las propiedades mecánicas de las aleaciones se verán directamente influenciadas por la morfología de los granos que las componen [14]. La aleación Ti-6Al-4V es sensible a los tratamientos térmicos, los cuales son utilizados para ajustar las características microestructurales, por lo tanto, sus propiedades mecánicas se verán influenciadas, en la Figura 2.2 se muestra el diagrama de transformación de la aleación [11].

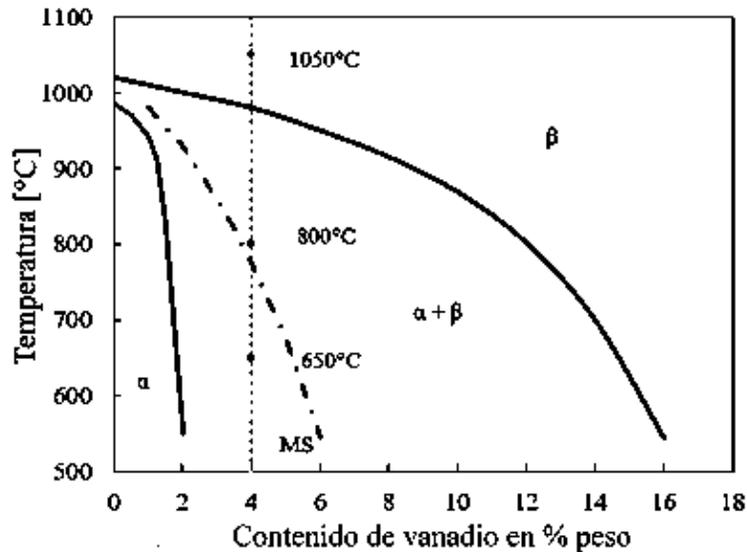


Figura 2. 2 Diagrama de transformación de fase ternaria de la aleación Ti-6Al-4V [11].

### 2.6.3 Estructura equiaxial

La estructura equiaxial presenta una distribución equitativa de microestructuras  $\alpha$  más microestructuras conformadas por fases  $\alpha$  y  $\beta$ , esta microestructura equiaxial se conforma en procesos de alta deformación, esta debe realizar en un rango de temperatura de  $\alpha + \beta$  hasta completar la recrystalización [19]. La estructura equiaxial presenta una excelente resistencia a la fatiga y ductilidad, además este tipo de microestructuras presentan un comportamiento de deformación super elástica. La estructura equiaxial es generada a partir de procesos propios de recrystalización [11, 12, 20]. En la Figura 2.3 se muestran micrografías correspondiente a la microestructura descrita [11]:

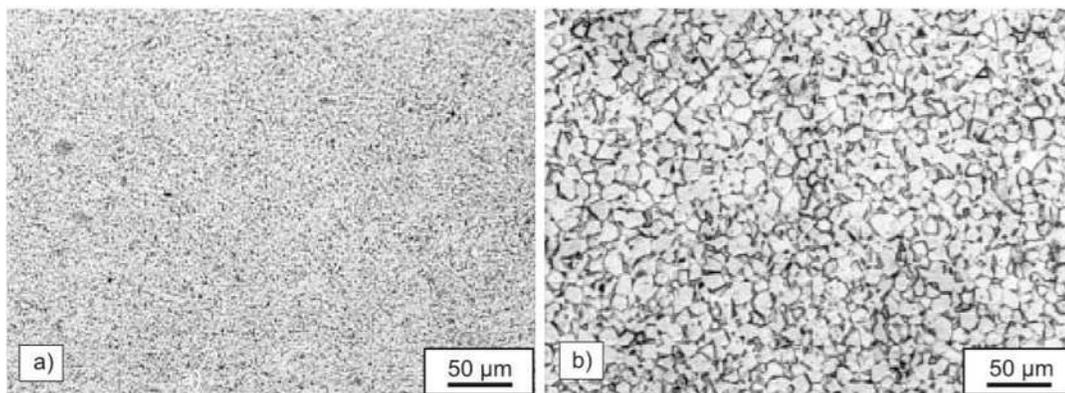


Figura 2. 3 Microestructura equiaxial aleación Ti-6Al-4V: a) Grano fino, b) grano grueso [11].

### 2.6.4 Estructura Widmanstätten

La estructura laminar o Widmanstätten es obtenidas cuando desde temperaturas superiores a  $T_{\beta}$  son enfriadas lentamente hasta la región  $\alpha + \beta$  el proceso lento de enfriamiento permite una difusión

controlada, esto inicia la nucleación de  $\alpha$  que al mismo tiempo la fase  $\beta$  se concentra en las fronteras de grano, esto sucede a temperaturas menores a  $T_{\beta}$ . Por lo tanto, se produce un crecimiento de forma laminar de la fase  $\alpha$  con concentraciones de fase  $\beta$  en los bordes como se muestra en la Figura 2.4. La estructura Widmanstätten es característica por presentar excelentes propiedades en relación a resistencia a la fractura, termofluencia y crecimiento de grieta [11, 12].

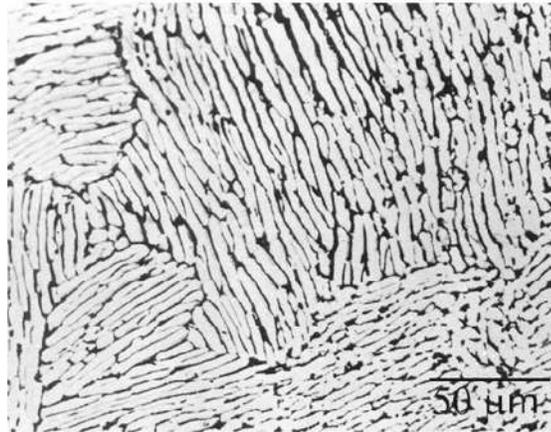


Figura 2. 4 Microestructura laminar o Widmanstätten [11].

### ***2.6.5 Estructura bimodal***

La estructura bimodal (bifásica) está conformada por una matriz  $\beta$  transformada que contiene gránulos aislado de fase  $\alpha$ , esta estructura se considera como la combinación de las microestructuras laminar y equiaxial, dando lugar a propiedades combinadas entre ambas estructuras. Esta estructura mediante un tratamiento térmico compuesto de un recocido a temperaturas cercanas a los  $950^{\circ}\text{C}$ , seguido de un temple en agua y finalmente se aplica un envejecido en el rango de temperatura de  $450^{\circ}\text{C}$  a  $600^{\circ}\text{C}$ . Al ser una combinación entre estructuras bimodal y laminar presenta una excelente combinación de propiedades mecánicas [11, 12, 20]. La Figura 2.5 muestra la micrografía de la microestructura bimodal [12]:

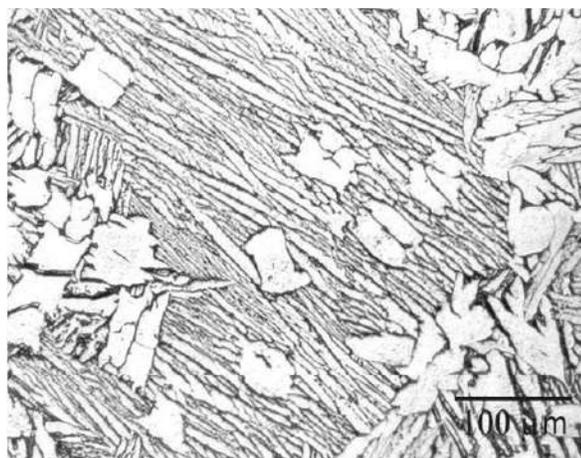


Figura 2. 5 Microestructura bimodal [11].

### 2.7 Tratamientos térmicos de la aleación Ti-6Al-4V

Las aleaciones Ti-6Al-4V son muy susceptibles a los tratamientos térmicos por su gran sensibilidad a las variaciones de temperatura, de aquí parte su versatilidad. En la Tabla 2.3 se muestran los tratamientos térmicos según la ATSM para más aleaciones titanio  $\alpha + \beta$  [21];

**Tabla 2. 3** Tratamientos térmicos para la aleación Ti-6Al-4V [22].

| Tratamiento térmico                 | Ciclo   | Microestructura   |
|-------------------------------------|---|---|
| <b>Recocido dúplex</b>              | Solubilizado 50 a 75 °C menor a $T_{\beta}$ , enfriado en aire y envejecido 540°C a 675°C por 2 a 8 horas   | $\alpha$ , regiones Widmanstätten $\alpha + \beta$                  |
| <b>Solubilizado y envejecido</b>    | Solubilizado aprox. 40 °C menor a $T_{\beta}$ , enfriado en agua y envejecido 535°C a 675°C por 2 a 8 horas | $\alpha$ , $\alpha'$ o mezcla $\alpha + \beta$                      |
| <b>Recocido <math>\beta</math></b>  | Solubilizado aprox. 15°C mayor a $T_{\beta}$ , enfriado en aire y envejecido 650°C a 760°C por 2 horas      | Clústeres Widmanstätten $\alpha + \beta$                            |
| <b>Baja templada</b>                | Solubilizado aprox. 15°C mayor a $T_{\beta}$ , enfriado en agua y envejecido 650°C a 760°C por 2 horas      | $\alpha'$ templada  |
| <b>Recocido de recristalización</b> | Calentado a 945°C por 4 horas, enfriado hasta 760°C a -50°C y finalmente enfriado en aire                   | $\alpha$ equiaxial con $\beta$ en puntos triples de límite de grano |
| <b>Laminado recocido</b>            | Deformación a temperaturas $\alpha + \beta$ , recocido a 705°C por 30 min o más y enfriado en aire          | Recristalización incompleta $\alpha$ con $\beta$ dispersa           |

Este tipo de aleaciones retienen fase  $\beta$  metaestable al enfriarse rápidamente, con carácter benéfico para la variedad de tratamientos térmicos compatibles con la aleación, la gran mayoría de las propiedades mecánicas del Ti-6Al-4V son conferidas a las transformaciones de la fase  $\beta$  [11, 12, 20, 22].

## 2.8 Envejecido de la aleación Ti-6Al-4V

La formación de nuevas fases debido a los cambios de temperatura a consecuencia de una sobresaturación en fases iniciales, está definido como precipitación o envejecido. Estas partículas precipitadas afectan de manera benéfica las propiedades mecánicas del material, esto debido a la dispersión de partículas precipitadas a través de la matriz. En aleaciones Ti-6Al-4V, el tratamiento de envejecido generalmente consta de un solubilizado y envejecido, a grandes rasgos la aleación es calentada hasta la temperatura de solubilizado y después se mantiene una temperatura de envejecido generando la descomposición de fases  $\beta$  sobresaturadas hasta obtener la precipitación de fases  $\alpha_2$  como partículas intermetálicas, las cuales se encontrarán distribuidas de manera uniforme en la matriz [11]. Los tratamientos de envejecido en las aleaciones base titanio mejoran la dureza conforme aumentan el tiempo de envejecido. Es importante destacar que cuando la temperatura de envejecido se aproxima a la temperatura de recocido se produce un efecto de sobre envejecido, disminuyendo la dificultad del crecimiento de las partículas precipitadas, estos conllevan a aumento de tamaño de partículas precipitadas grandes y la aniquilación de las partículas precipitadas pequeña, reduciendo el número de partículas precipitadas, disminuyendo las propiedades mecánicas del material [23]. La Tabla 2.4 muestra el tratamiento de sobre envejecido para una aleación Ti-6Al-4V.

**Tabla 2. 4** Tratamientos térmicos de sobre envejecido para Ti-6Al-4V [23].

| Temperatura de solubilizado [°C] | Tiempo de solubilizado [horas] | Modo de enfriamiento | Temperatura de envejecido [°C] | Tiempo de envejecido [horas] |
|----------------------------------|--------------------------------|----------------------|--------------------------------|------------------------------|
| 955 – 970                        | 1                              | Agua                 | 480 – 600                      | 2 – 4                        |

Al someter aleaciones Ti-6Al-4V a proceso de envejecido, en caso de la microestructura bimodal, esta no presenta cambios significantes en cuanto a la morfología, la fase  $\alpha$  primaria incrementa al igual que su tamaño promedio de grano, la fase  $\beta$  presentan un ligero decremento, sin embargo, estas características presentan mayor sensibilidad a condiciones de solubilizado. El aumento de la temperatura de envejecido beneficia la transformación fase  $\beta$  metaestable a fase  $\alpha$  laminar. La plasticidad sufre cambios insignificantes mientras que la resistencia a la tensión y el módulo elástico se ve incrementado. El grosor de la fase  $\alpha$  laminar está directamente relacionada a la temperatura de envejecido, a su vez, la fase  $\alpha$  lamelar a igual que el decremento de la relación  $\alpha/\beta$  influyen en el resistencia a la tensión de la aleación, reduciéndola, el módulo elástico incrementa

levemente presentando un comportamiento estable debido a la presencia de fase  $\beta$  residual que mantiene un comportamiento estable, mientras que la elongación no sufre cambios significativos [24].

### ***2.9 Ensayos destructivos***

Los ensayos destructivos tienen su aplicación en la determinación de propiedades mecánicas, mediante ensayos aplicando esfuerzos y deformaciones bajo condiciones controladas, estos ensayos algunas veces supondrán condiciones de uso reales, que servirán para predecir un posible comportamiento en operación. Los ensayos destructivos tienden a deteriorar en distintos grados, la probeta o muestra a inspeccionar, el deterioro puede ir desde una pequeña deformación hasta a ruptura total de la muestra. Los ensayos pueden ser aplicados en cualquier momento de la vida del componente, sin embargo, es importante considerar previamente el tipo y la magnitud del ensayo a realizar, ya que esta puede determinar el funcionamiento futuro de la muestra. Las propiedades físicas de las muestras se verán alteradas e incluso su estructura se puede ver afectada, cabe destacar que los ensayos destructivos suelen ser de carácter predictivo.

Por mencionar algunos tipos de ensayos destructivos: Tensión, torsión, flexión, fluencia, desgaste, metalográfico, dureza, compresión, impacto, desgaste y fatiga.

En el campo de los materiales la aplicación de ensayos destructivos tiene gran utilidad en el análisis de soldaduras [25].

### ***2.10 Ensayos no destructivos***

Los ensayos no destructivos (END) son pruebas que tiene como objetivo examinar materiales y sus estructuras, para determinar el grado de deterioro y por ende garantizar la integridad y calidad poseen, esto sin alterar o causar alguna afectación adversa al material [26]. Los ensayos hacen uso de principios físicos, generalmente relacionados con propiedades físicas de los materiales. Los ensayos no destructivos permiten un análisis más especializado y concreto a comparación con los análisis o inspecciones visuales. Los ensayos permiten la observación de defectos o discontinuidades dentro del volumen de la pieza. Actualmente los ensayos no destructivos son sumamente importantes en las industrias aeroespacial y petrolera, además son aplicables a industria civil, eléctrica, mecánica, materiales e incluso la nuclear [27].

## 2.11 Propagación de ondas elásticas

La caracterización no destructiva utiliza parámetros característicos de una onda acústica que se propaga en un medio. Las ondas ultrasónicas son pulsos de energía que se propagan en un material generando la vibración de las partículas del material.

### 2.11.1 Onda plana que se propaga en una dimensión

Para el desarrollo de las ecuaciones que gobiernan la propagación de una onda se asume que tenemos una barra de sección transversal arbitraria sobre soportes sin fricción como se muestra en la Figura 2.6(a). Si un pulso es aplicado a la izquierda de la barra mediante un transductor piezoeléctrico (aunque el impulso puede ser generado por un láser, un martillo, un objeto golpeando a la pieza) conforme el pulso viaja en la barra, se presentaran deformaciones elásticas que se aproximan a un elemento de longitud  $dx$ , en un tiempo determinado la parte izquierda del elemento  $dx$  se moverá una distancia  $u$  y la parte derecha una distancia  $u + du$  Figura 2.6(b). El desplazamiento  $u$  es una función de la distancia  $x$  y del tiempo  $t$ , es decir  $u = u(x,t)$ . Los ensayos ultrasónicos involucran desplazamientos muy pequeños.

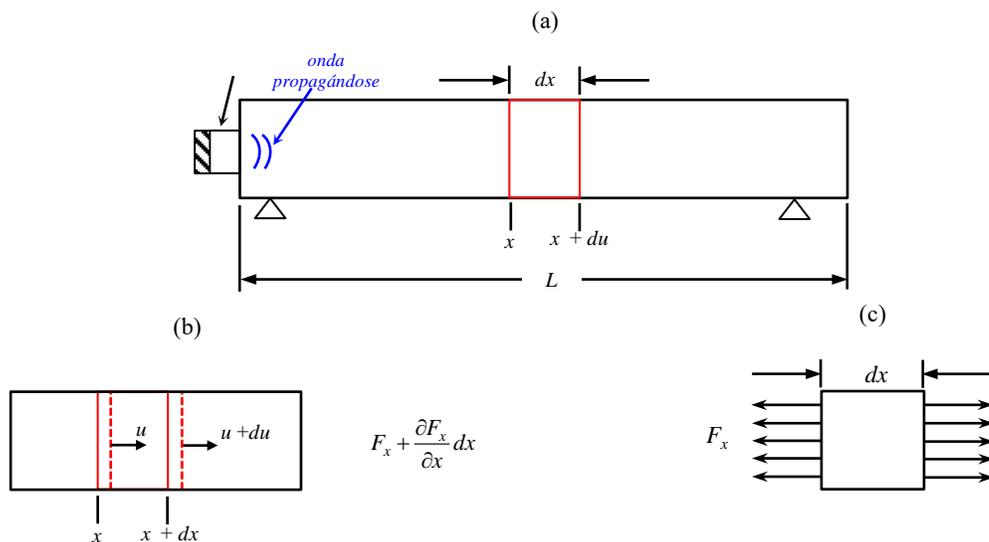


Figura 2. 6 Representación esquemática de una onda propagándose en una barra y las fuerzas que actúan en un elemento  $dx$  cuando pasa la onda elástica.

En este análisis se asume que los desplazamientos  $u$  son muy pequeños, por lo que usando series de Taylor para la expansión del desplazamiento:

$$u + du = u + \frac{\partial u}{\partial x} dx + \text{TOS} \quad (2.1)$$

Donde TOS son los términos de orden superior (los cuales son despreciados en este análisis). También, de mecánica de materiales, el incremento unitario en la deformación puede ser calculado como:

$$\varepsilon_x = \frac{\Delta l}{dx} \quad (2.2)$$

Por lo que arreglando la ecuación (2.1) tenemos:

$$\frac{\Delta l}{dx} = \frac{(\partial u / \partial x) dx}{dx} = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (2.3)$$

Ahora debe considerarse las fuerzas reaccionando a la deformación en el elemento (Figura 2.6(c)) Las fuerzas que estarán presentes en el elemento  $dx$  durante el paso de la onda se muestran en la Figura 2.6, en el lado izquierdo la fuerza instantánea  $F_x$  actúa. Como el material tiene una naturaleza elástica, la cara de la derecha opone una reacción  $F_x + (\partial F_x / \partial x) dx$ .

Aplicando a la segunda ley del movimiento de Newton  $\Sigma F_x = ma$  donde  $m$  es la masa y  $a$  la aceleración de las partículas del elemento diferencial tenemos:

$$F_x - F_x + \frac{\partial F_x}{\partial x} dx = ma \rightarrow \frac{\partial F_x}{\partial x} dx = ma \quad (2.4)$$

La masa se relaciona a la densidad  $\rho = m/V$  por lo que  $m = \rho V = \rho A dx$  donde  $A$  es el área y  $V$  el volumen de la barra y la aceleración es la segunda derivada del desplazamiento  $u$ , es decir  $a = \frac{\partial^2 u}{\partial t^2}$

Sustituyendo en ecuación (2.4) tenemos:

$$\frac{\partial F_x}{\partial x} dx = \rho A dx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \rightarrow \frac{\partial F_x}{\partial x} = \rho A \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.5)$$

Usando la definición de esfuerzo axial  $F_x = \sigma_x A$  y sustituimos en (2.5) tenemos:

$$\frac{\partial \sigma_x A}{\partial x} = \rho A \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \rightarrow A \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = \rho A \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \rightarrow \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.6)$$

El módulo elástico a partir de la ley de Hooke:

$$\sigma_x = E \varepsilon_x = E \frac{\partial u}{\partial x} \quad (2.7)$$

Donde  $\Delta \sigma$  y  $\varepsilon_x$  son el esfuerzo y deformación unitaria respectivamente. Recordando de mecánica de materiales, cuando se aplica una fuerza a un elemento de longitud inicial  $dx$ , la deformación unitaria para deformaciones muy pequeñas  $\varepsilon_x$  está dada por ecuación (2.2)

Sustituyendo  $\varepsilon_x$  y la ley de Hooke (2.6) en la ecuación (2.6) tenemos:

$$\frac{\partial E}{\partial x} \frac{\partial u}{\partial x} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \rightarrow E \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \rightarrow \frac{E}{\rho} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.8)$$

Haciendo  $c = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$  se obtiene la ecuación de onda en una barra delgada.

$$\frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.9)$$

Donde  $c$  es la velocidad de la onda que se propaga y como puede observarse, esta depende solamente de las propiedades físicas del material  $E$  y  $\rho$ .

La velocidad ultrasónica sirve como parámetro para estimar propiedades y características de los materiales tales como microestructuras e incluso características de los elementos que la componen, usando estos parámetros incluso podemos determinar el tamaño de grano, y el módulo elástico. La velocidad ultrasónica es una propiedad específica de los materiales útil para su caracterización [27]. Al existir la presencia de defectos dentro de material, la interacción de la onda dentro del medio se verá afectada, este es la importancia de la determinación de la velocidad ultrasónica propia de los especímenes, debe ser consideradas de carácter elemental. Una determinación precisa de la velocidad ultrasónica es importante ya que influirá en la precisión de análisis, ya que los defectos presentes en el material pueden ser omitidos causando análisis erróneos. Las distancias de propagación y el tiempo empleado en recorrerlas deben de ser determinado con alta precisión, además en medios no homogéneos se deben de considerar la velocidad de fase y la velocidad de grupo, considerando el fenómeno de dispersión de onda [27].

### **2.12 Tipos de ondas**

Cuando una onda se propaga en un material, el movimiento de ésta puede definirse como movimiento armónico simple y su desplazamiento puede ser descrito como:

$$u(x, t) = A \cos(\omega t - kx) \quad (2.10)$$

Donde  $A$  es la amplitud de la onda,  $\omega = 2\pi f$  es la frecuencia angular en radianes,  $f$  es la frecuencia cíclica en Hz,  $k = 2\pi/\lambda$  es el número de onda en [1/mm], y  $\lambda$  es la longitud de onda en [mm].

La Figura 2.7 muestra la representación armónica de una onda que se propaga hacia la derecha con una velocidad  $c$ . Como puede verse en la Figura 2.7 y de acuerdo a la ecuación (2.10) la onda ocupa una posición en un tiempo  $t_1$  y se mueve hacia la derecha en un tiempo  $t_2$ .

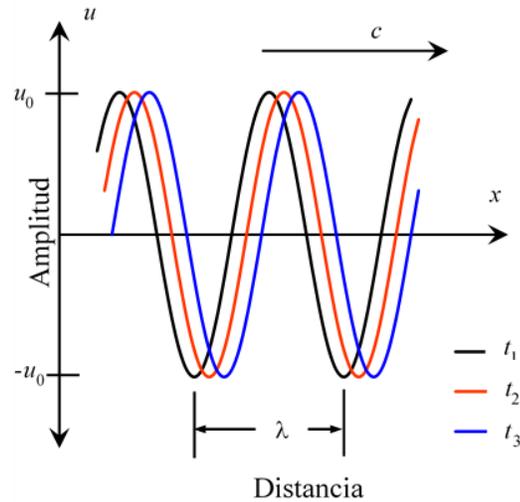


Figura 2. 7 Representación esquemática de una onda armónica propagándose hacia la derecha con una velocidad  $c$ .

### 2.12.1 Ondas longitudinales

El movimiento de las partículas en un cuerpo define la naturaleza de las ondas, en el caso de las ondas longitudinales, estas se propagan en la dirección paralela a la polarización (vibración) de las partículas del medio. Las ondas ultrasónicas longitudinales pueden propagarse en sólidos y líquidos.

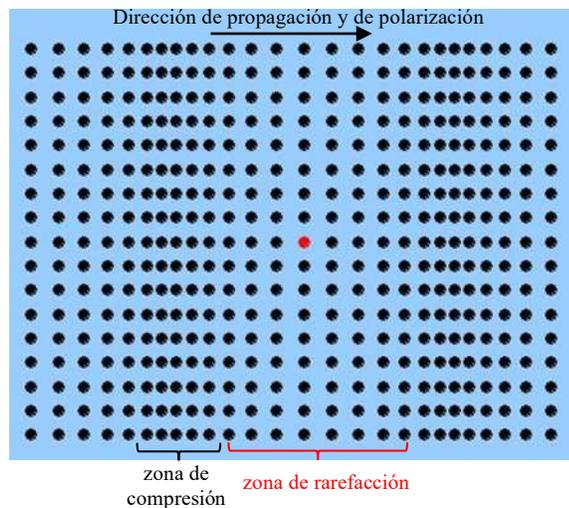


Figura 2. 8 Representación esquemática de una onda longitudinal y su efecto en las partículas del medio.

La Figura 2.8 muestra en forma esquemática la forma en que las partículas polarizan al paso de una onda longitudinal, en ella se aprecia zonas de compresión y zonas de rarefacción de las partículas.

### 2.12.2 Ondas de corte

En el caso de las ondas de corte, estas se propagan en la dirección perpendicular a la polarización (vibración) de las partículas del medio. Las ondas ultrasónicas de corte pueden propagarse en sólidos y líquidos. La Figura 2.9 muestra en forma esquemática la forma en que las partículas polarizan al paso de una onda de corte.

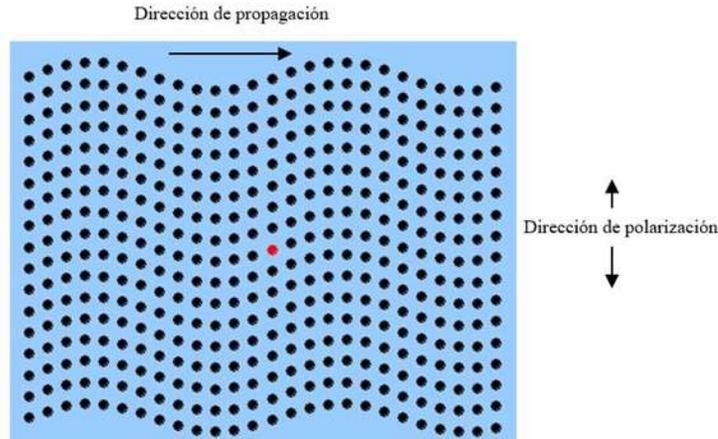


Figura 2. 9 Representación esquemática de una onda longitudinal y su efecto en las partículas del medio.

### 2.13 Teoría acustoelástica

Se ha reportado que el ultrasonido no lineal permite detección de daño por fatiga en etapas temprana y de deformación en comparación con técnicas lineales convencionales no destructivas (END), las cuales no tienen la sensibilidad suficiente a los cambios microestructurales que resultan del movimiento de dislocaciones. La teoría de deformación finita introduce tres constantes elásticas independientes conocidas como constantes elásticas de tercer orden (TOEC por sus siglas en inglés), las cuales describen las relaciones no lineales esfuerzo-deformación en materiales isotrópicos [28].

$$U = \frac{1}{2!} c_{ijkl} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl} + \frac{1}{3!} c_{ijklmn} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl} \varepsilon_{mn} + \dots,$$

Donde  $U$  denota la densidad de energía de deformación,  $c_{ijkl}$  y  $c_{ijklmn}$  las constantes elásticas de segundo y tercer orden y  $\varepsilon_{ij}$  la deformación de Lagrange (Lagrangian strain)

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i} + \frac{\partial u_i}{\partial X_i} \frac{\partial u_j}{\partial X_j} \right)$$

Aquí,  $u_i$  es el desplazamiento de la partícula y  $X_i$  es la coordenada de Lagrange. Diversos autores han propuesto diferentes juegos de TOEC entre las que se incluyen  $A$ ,  $B$  y  $C$  usadas por Landau y

Lifshitz [29]. La cuales son combinaciones lineales de las constantes de Murnaghan  $l$ ,  $m$  y  $n$ . Para materiales isotrópicos existen dos constantes elásticas independientes de segundo orden y tres constantes independientes de tercer orden. En términos de las llamadas constantes de Lamé  $\lambda$  y  $\mu$  y de los parámetros no lineales  $A$ ,  $B$  and  $C$  las constantes elásticas  $c_{ijkl}$ ,  $c_{ijklm}$  pueden ser expresadas como sigue

$$c_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + 2\mu I_{ijkl}$$

$$c_{ijklmn} = \frac{A}{2} (\delta_{ik} I_{ilmn} + \delta_{il} I_{jkmn} + \delta_{jk} I_{ilmn} + \delta_{jl} I_{ikmn}) + 2B (\delta_{ij} I_{klmn} + \delta_{kl} I_{mnij} + \delta_{mn} I_{ijkl}) + 2C \delta_{ij} \delta_{kl} \delta_{mn}$$

donde

$$I_{ijkl} = \frac{1}{2} (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk})$$

La acustoelásticidad en un material elástico al ser sometidos a campos de tracción/compresión estáticas, permite determinar la velocidad de propagación de las ondas superficiales, de corte y de longitudinales, el fenómeno tiene un comportamiento no lineal que relaciona las deformaciones y las tensiones del material [30, 31]. La teoría acustoelástica lineal propone un comportamiento lineal entre la deformación y las tensiones, esto considerando tensiones inferiores a los límites elásticos de material, es decir, en rangos elásticos del material.

Hughes y Kelly [32] derivaron las expresiones para determinar la velocidad de las ondas elásticas en sólidos sometidos a esfuerzos usando la teoría de deformaciones finitas de Murnaghan [33] y términos de tercer orden usando términos de energía de deformación.

Diversos autores han propuesto diferentes juegos de TOEC entre las que se incluyen  $A$ ,  $B$  y  $C$  usadas por Landau y Lifshitz [34]. Las cuales son combinaciones lineales de las constantes de Murnaghan [33]  $l$ ,  $m$  y  $n$ . Para materiales isotrópicos existen dos constantes elásticas independientes de segundo orden y tres constantes independientes de tercer orden. En términos de las llamadas constantes de Lamé  $\lambda$  y  $\mu$  y de los parámetros no lineales  $A$ ,  $B$  y  $C$ . Por lo que sí se puede medir la velocidad de ondas ultrasónicas con diferentes polarizaciones en materiales sometidos a esfuerzos remotos y sin esfuerzo remoto las TOECs pueden ser calculadas. Para obtener las constantes acustoelásticas, se pueden realizar tres mediciones experimentales independientes de velocidad de ondas ultrasónicas.

En un sólido isotrópico, la teoría predice que la diferencia de velocidades de dos ondas transversales ( $c_{t1}$  y  $c_{t2}$ ) que polarizan en dos direcciones ortogonales es proporcional a la diferencia de dos

esfuerzos principales  $\sigma_1$  y  $\sigma_2$ . La dependencia de la velocidad ultrasónica en el esfuerzo está dada por [10].

$$c(\sigma) = c_0 + K_1\sigma + K_2\sigma^2 \quad (2.1)$$

Donde  $c_0$  es la velocidad de onda en ausencia de esfuerzos,  $K_i$  es el  $i$ -avo coeficiente acustoelástico.

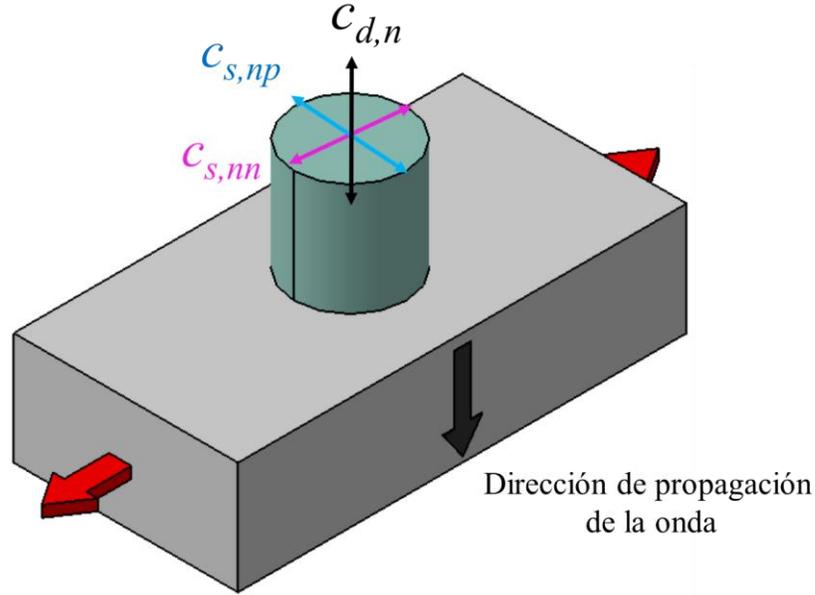


Figura 2. 10 Ilustración esquemática de las velocidades de ondas y campo de esfuerzo en un sistema ortogonal de ejes.

Como se muestra en la Figura 2.10, tres tipos de onda pueden ser propagadas en un sólido ellas son onda longitudinal, y dos ondas de corte con velocidades  $c_{d,n}$ ,  $c_{s,np}$  y  $c_{s,nn}$  donde los subíndices  $d$  y  $s$  indican onda longitudinal y de corte respectivamente y los subíndices indican la dirección de polarización normal y paralela con respecto a la aplicación del esfuerzo  $nn$  y  $np$  indican dependiendo de las direcciones de propagación, de polarización de las ondas y la aplicación de los esfuerzos, las velocidades de las ondas pueden ser determinadas en términos de la densidad  $\rho$  y de las constantes elásticas  $\lambda$ ,  $\mu$ ,  $l$ ,  $m$  y  $n$ :

$$\rho c_{d,n}^2 = \lambda + 2\mu + \frac{\sigma}{3\lambda + 2\mu} \left[ 2l - \frac{2\lambda}{\mu} (m + \lambda + 2\mu) \right] \quad (2.2)$$

$$\rho c_{s,np}^2 = \mu + \frac{\sigma}{3\lambda + 2\mu} \left[ m + \frac{\lambda n}{4\mu} + \lambda + 2\mu \right] \quad (2.3)$$

$$\rho c_{s,nn}^2 = \mu + \frac{\sigma}{3\lambda + 2\mu} \left[ m - \frac{\lambda + \mu}{2\mu} n - 2\lambda \right] \quad (2.4)$$

Gutiérrez y colaboradores [10], invirtieron las ecuaciones anteriores para obtener las constantes elásticas de Murnaghan ( $l$ ,  $m$  y  $n$ ):

$$l = (3\lambda + 2\mu)(\lambda + 2\mu)K_{d,n} + 4\lambda(\lambda + \mu)K_{s,np} + 2\lambda^2 K_{s,nn} + \frac{\lambda^2}{\mu} \quad (2.5)$$

$$m = \mu \left[ 4(\lambda + \mu)K_{s,np} + 2\lambda K_{s,nn} - 2 \right] \quad (2.6)$$

$$m = 4\mu \left[ 2\mu(K_{s,np} - K_{s,nn}) - 1 \right] \quad (2.7)$$

Donde  $K_{d,n}$  es la constante acustoelástica donde el subíndice ( $d$ ) representa al modo de onda longitudinal y el subíndice ( $n$ ) indica que se propaga en forma perpendicular (normal) al esfuerzo aplicado (Figura 2.10). Las constantes  $K_{s,np}$  y  $K_{s,nn}$  son las constantes acustoelásticas para los modos de onda de corte, hay dos ondas, en el caso de  $K_{s,np}$  el primer subíndice ( $s$ ) indica el modo de onda ( $s = \text{shear} = \text{corte}$ ), y de los dos subíndices ( $np$ ) el primero indica la dirección de propagación respecto de la carga ( $n = \text{normal}$ ), el segundo indica la dirección de polarización con respecto a la carga ( $p = \text{paralela}$ ). en el caso de  $K_{s,nn}$  el primer subíndice ( $s$ ) indica el modo de onda ( $s = \text{shear} = \text{corte}$ ), y de los dos subíndices ( $nn$ ) el primero indica la dirección de propagación respecto de la carga ( $n = \text{normal}$ ), el segundo indica la dirección de polarización con respecto a la carga ( $n = \text{normal}$ ) como se muestra también en la Figura 2.10, en forma perpendicular (normal) al esfuerzo aplicado con polarización paralela ( $p$ ) y perpendicular (normal) ( $n$ ) al esfuerzo aplicado. Si se usan las tres constantes elásticas de Landau y Lifshitz ( $A$ ,  $B$  y  $C$ ) junto con las constantes de Murnaghan como  $l = B + C$ ,  $m = (A + 2B)$  y  $n = A$ , la forma estándar de las constantes elásticas de tercer orden  $C_{111}$ ,  $C_{112}$ ,  $C_{144}$  y  $C_{166}$ , se pueden calcular como [10]:

$$C_{111} = 2A + 6B + 2C = 2(l + 2m) \quad (2.8)$$

$$C_{112} = 2B + 2C = 2l \quad (2.9)$$

$$C_{144} = B = \frac{2m - n}{2} \quad (2.10)$$

$$C_{166} = \frac{1}{2}A + B = m \quad (2.11)$$

Las constantes elásticas de segundo orden  $C_{11}$  y  $C_{44}$  se pueden calcular mediante mediciones experimentales de velocidades de ondas longitudinal y de corte. Finalmente, el parámetro de no linealidad ( $\beta_\sigma$ ) del material puede ser calculada a partir de los valores experimentales de las constantes elásticas de segundo y tercer orden mediante [35]

$$\beta_{\sigma} = 3 + \frac{C_{111}}{C_{11}} \quad (2.12)$$

### 2.14 Estado del arte de las aleaciones Ti-6Al-4V

En el presente estado del arte se muestran los artículos y recursos literarios disponibles, en este apartado se realizó una revisión exhaustiva relacionados a la no linealidad presente en los materiales, donde además se abarca investigaciones y estudios previos relacionadas a la determinación y caracterización mediante técnicas no destructivas lineales y no lineales para la determinación y efecto del parámetro de no linealidad en el comportamiento de los materiales.

Además, con el objetivo de evidenciar la cantidad de estudios relacionados al estudio de la no linealidad y la implementación de teoría acustoelástica en aleaciones de Ti-6Al-4V, sin embargo, la no linealidad ha sido estudiada en diferentes materiales y han sido determinados mediante distintas técnicas y teorías. También el estado del arte comprenderá estudios relacionados con el fenómeno de envejecido, técnicas de caracterización no destructiva y destructiva, principalmente de la aleación de Ti-6Al-4V.

Lee y col. [23] estudiaron el comportamiento dinámico de deformación y el desempeño balístico de las aleaciones Ti-6Al-4V, considerando las microestructuras equiaxial y bimodal con finas partículas precipitadas  $\alpha_2$  ( $Ti_3Al$ ). El estudio se centró en el mejoramiento de desempeño balístico (donde fue considerado la dureza) en función de los tiempos de permanencia del tratamiento de envejecido. se relacionó la correlación entre partículas precipitadas  $\alpha_2$  y la dureza obtenida. La Figura 2.11 muestra la micrografía de ambas estructuras sobre envejecidas, equiaxial Fig.2.11 (a) mientras que en la Fig.2.11 (b) se muestra la estructura bimodal con la presencia de martensita templada.

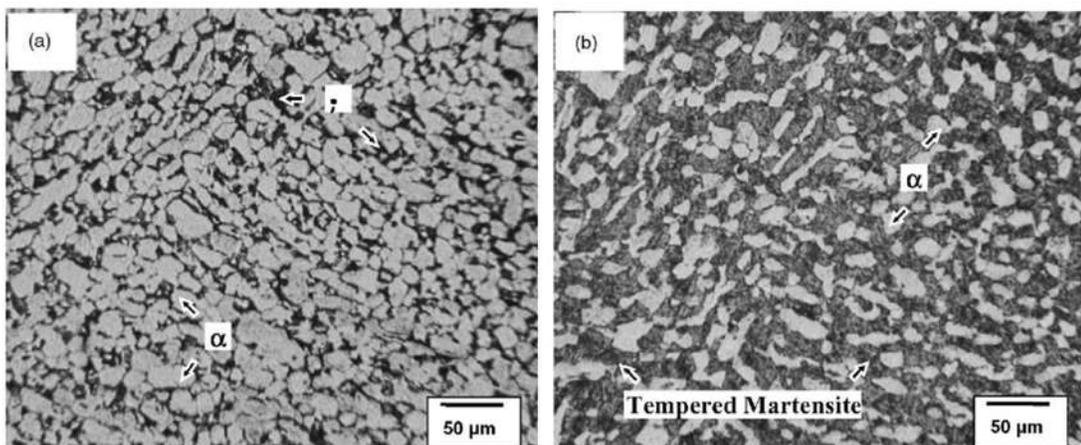


Figura 2. 11 Micrografías ópticas de muestras envejecidas de microestructuras (a) equiaxial y (b) bimodal. Atacadas con solución Kroll [23]

El tamaño de las partículas  $\alpha_2$  precipitadas son de escala nanométrica, se puede observar en la Figura 2.12, micrografías MEB de ambas estructuras con la presencia de partículas  $\alpha_2$  precipitadas.

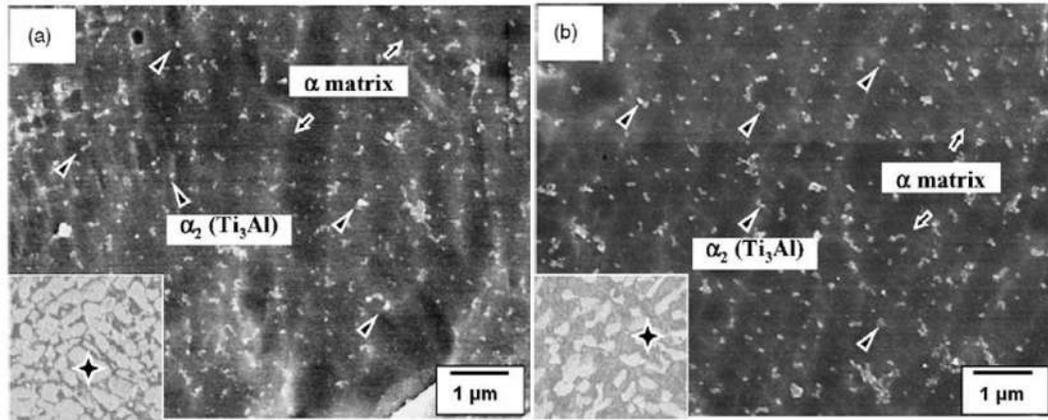


Figura 2. 12 Micrografías por MEB de muestras envejecidas de microestructuras (a) equiaxial y (b) bimodal. Se muestran partículas finas  $\alpha_2$  homogéneamente distribuidas en la fase  $\alpha$ . Atacadas con solución Kroll [23].

Durante el estudio, se observó un incremento en el tamaño y fracción volumétrica de la fase  $\alpha$  mientras que en el arreglo microestructural bimodal existe un decremento en la fracción de fase  $\beta$ , después del tratamiento de sobre envejecido. Ambas microestructuras presentan aumento en su dureza debido a la precipitación de partículas finas  $\alpha_2$  como se muestra en la Figura 2.13.

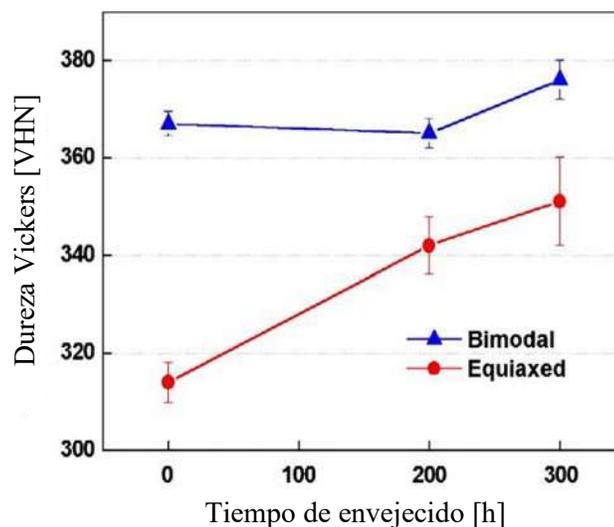


Figura 2. 13 Variación de dureza Vickers en función del tiempo de envejecido [23].

El comportamiento de ambas microestructuras, equiaxial y bimodal, sometidas a tratamiento de sobre envejecido en comparación las microestructuras carentes de tratamiento de sobre envejecido

presentan un incremento en el porcentaje de elongación son atribuido al incremento de tamaño y fracción volumétrica de fase  $\alpha$ .

Bai y col. [36] estudiaron cómo mejorar las propiedades mecánicas de la aleación Ti-6Al-4V con fases  $\alpha + \beta$  mediante la manipulación de tratamiento térmicos post procesamiento. Se estudiaron las microestructuras Widmanstätten y bimodales, sometieron la aleación a tratamientos de recocido menor a  $T_{\beta}$ , observaron que grosor de las láminas  $\alpha$  esta en relacionado con la temperatura de recocido cómo se muestra en la Figura 2.14 mediante micrografías por MEB.

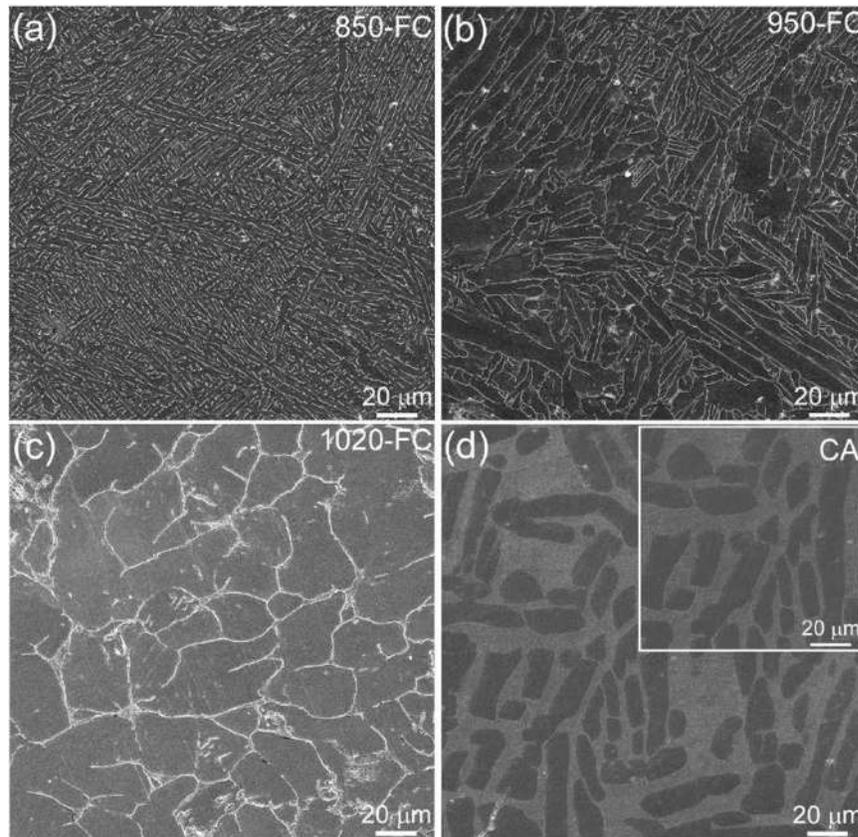


Figura 2. 14 Imágenes por MEB mostrando los especímenes Ti-6Al-4V tratados térmicamente a: (a) 850-FC (b) 950-FC (c) 1020-FC y (d) CA [36].

Según el estudio realizado, la aleación Ti-6Al-4V incrementa el porcentaje de elongación conforme aumenta a temperatura del tratamiento térmico como se muestra en la Figura 2.15.

Las propiedades mecánicas de la aleación están fuertemente relacionadas con la morfología, contenido y tamaño de la fase  $\alpha$  contenido, además el espesor de las láminas de fase  $\alpha$  están en función de las temperaturas de recocido y velocidades de enfriamiento en el horno.

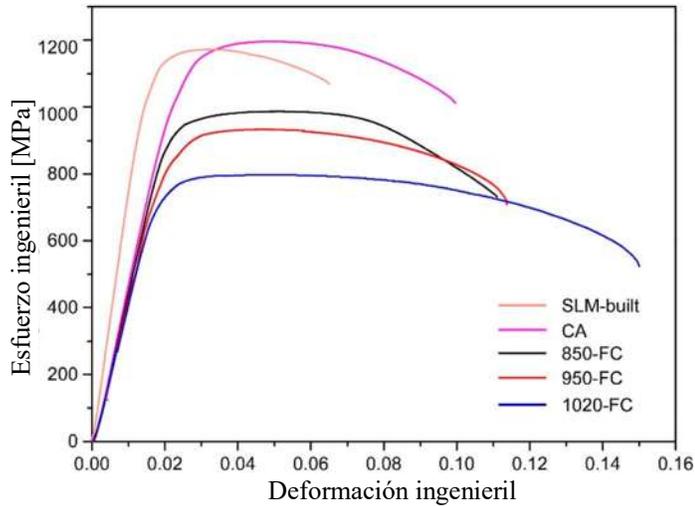


Figura 2. 15 Curva representativa esfuerzo ingenieril – deformación de aleación Ti-6Al-4V [36].

Nagy [37] uso mediciones del coeficiente acustoelástico de segundo orden para evaluar la no linealidad de materiales sometidos a flexión cíclica. El autor demostró que la no linealidad ultrasónica tiene una mayor sensibilidad a los cambios causados por la fatiga en comparación con parámetros lineales como la velocidad y atenuación ultrasónica como se muestra en la Figura 2.16.

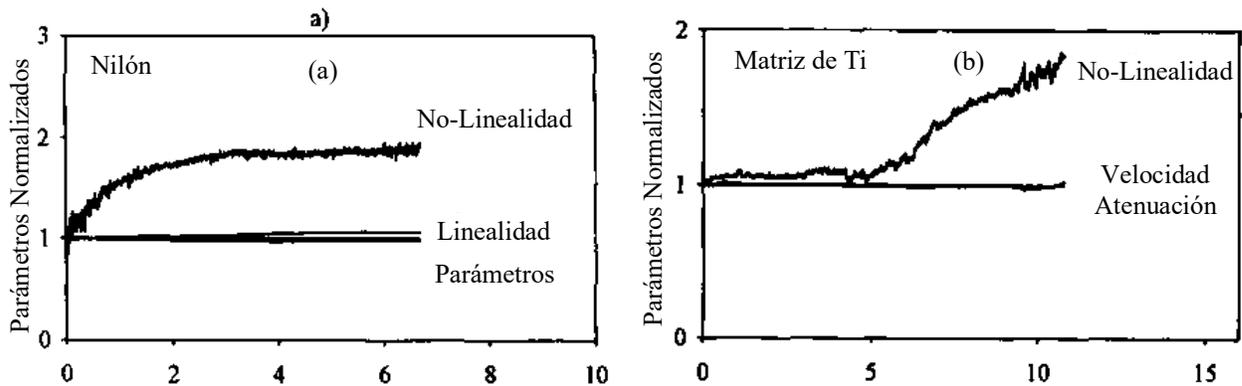


Figura 2. 16 Variación de los parámetros de no linealidad con la vida a la fatiga en (a) nilón y (b) en un compuesto de matriz de titanio [37].

En el estudio se concluyó que esta tecnología no destructiva puede ser implementada para la detección de daño por fatiga incluso a etapas tempranas y que su contraparte lineal no cuenta con la sensibilidad suficiente para este tipo de análisis.

Escobar-Ruiz y col. [38] realizaron mediciones de no linealidad ultrasónica usando el mezclado no colineal de ondas ultrasónicas para caracterizar interfaces de aleaciones de Ti-6Al-4V. Su investigación se realizó para desarrollar una tecnología que fuera lo suficientemente robusta para compensar los efectos de la anisotropía del Ti-6Al-4V, la alta anisotropía en esta aleación, es

causada principalmente por la presencia de una microestructura hexagonal compacta (HCP) que puede constituir la mayor parte de la estructura cristalina del material. Este tipo de estructura tiende a formar colonias grandes de hasta 1 mm en tamaño, lo cual la velocidad de propagación se vuelve dependiente de la orientación. La Figura 2.17 muestra micrografías de uniones por difusión de muestras de Ti-6Al-4V con diferente calidad de unión representada por el CBGG (Cross-Boundary Grain Growth) que mide la cantidad de granos que crecen en la interface.

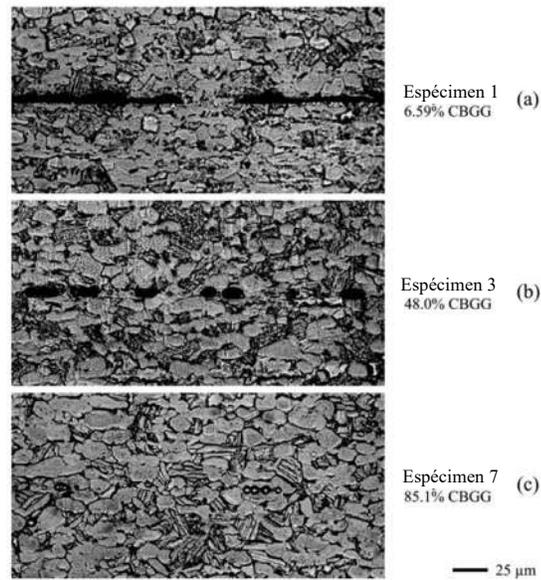


Figura 2. 17 Micrografías de las muestras 1 (a), 3 (b) y 7 (c) a 500 magnificaciones las cuales muestran en forma progresiva una mejor unión por difusión cuantificada por el CBGG [38].

El sistema desarrollado por los autores realiza imágenes de colores de la no linealidad del material como se muestra en la Figura 2.18.

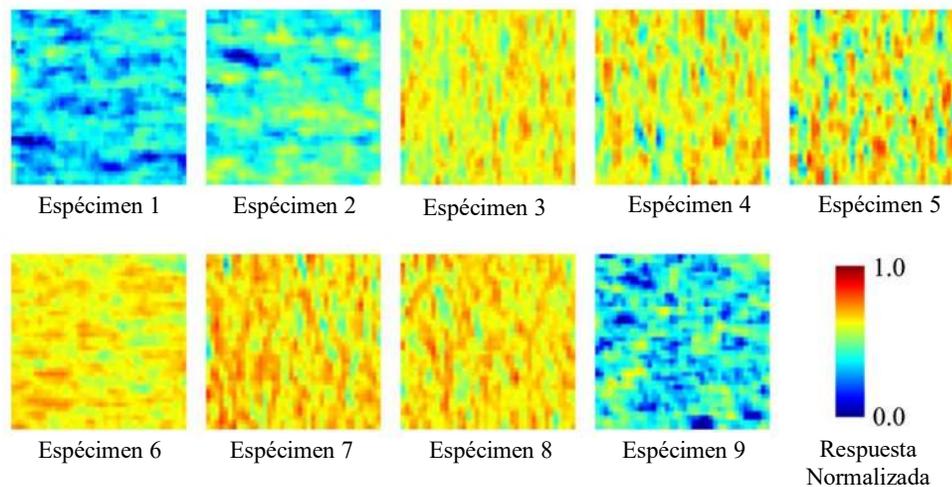


Figura 2. 18 Imágenes no lineales de interfaces de Ti-6Al-4V con diferentes calidades de unión representada por el CBGG [38].

Sasaki y col. [39] usaron el mediciones de acustoelásticidad en madera. Ellos realizaron mediciones de birrefringencia en espécimen de madera sometida a esfuerzo y encontraron que una onda ultrasónica que se propaga en madera sometida a esfuerzos se polariza a lo largo de los ejes anisotrópicos de la madera. El estudio fue centralizado en el efecto de la birrefringencia acústica para la madera que presenta un comportamiento anisotrópico como se muestra en la Figura 2.19.

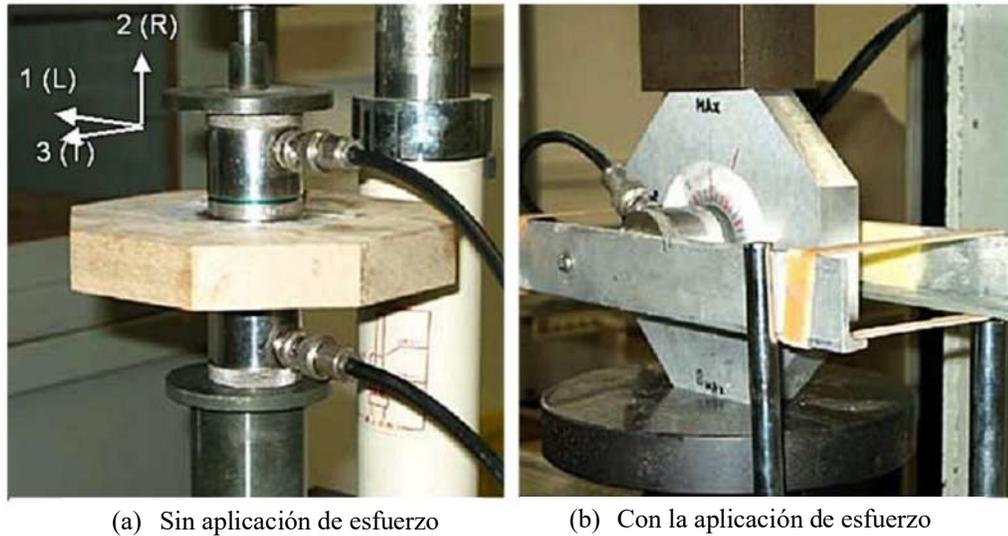


Figura 2. 19 Arreglo experimental para la medición de acustoelásticidad en madera (a) sin aplicación de esfuerzo y (b) con la aplicación de esfuerzo [39].

Barajas [40] mediante técnicas de ultrasonido lineal, realizo mediciones de velocidades ultrasónicas longitudinales y corte en una aleación de Ti-6Al-4V con microestructura bifásica, compuesta por una combinación entre microestructura equiaxial y láminas de martensita templada, sometidas a un tratamiento de envejecido para la precipitaciones partículas  $\alpha_2$ .

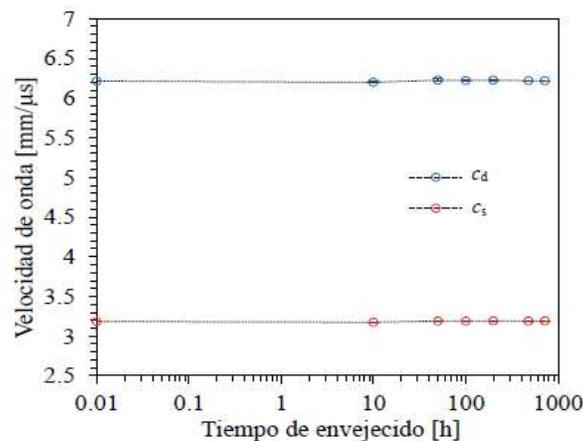


Figura 2. 20 Comportamiento de la velocidad ultrasónica de onda con respecto al tiempo de envejecido de una microestructura bifásica [40].

El autor no obtuvo variación en las velocidades entre las condiciones comprendidas por el periodo acotado por la condición sin envejecer y sometida a tratamiento de envejecido durante 720 horas, los resultados se muestran la Figura 2.20. También atribuyo la inexistencia de cambios debido a la dependencia de la velocidad de onda a las propiedades intrínsecas del material tales como modulo elástico, coeficiente de Poisson y densidad.

Celada y col. [41] estudiaron el mecanismo de endurecimiento por precipitación en un acero inoxidable con un tratamiento de envejecido a 450° C, relacionando propiedades mecánicas obtenidas mediante ensayos de tensión además de la microdureza Vickers (HV) y el potencial termoeléctrico en función del tiempo de envejecido. De acuerdo con los resultados reportados, el acero inoxidable presenta incrementa su endurecimiento en función del tiempo de envejecido hasta llegar a un valor máximo de 300 HV.

La Figura 2.21 muestran los resultados de la microdureza Vickers (HV) y el potencial termoeléctrico (PTE), técnicas sensibles a los cambios microestructurales producidos por el tratamiento térmico de envejecido. Observaron un incremento en los valores de microdureza y potencial termoeléctrico en función del tiempo de envejecido, estos incrementos asociados a la presencia de partículas precipitadas en la matriz del acero inoxidable.

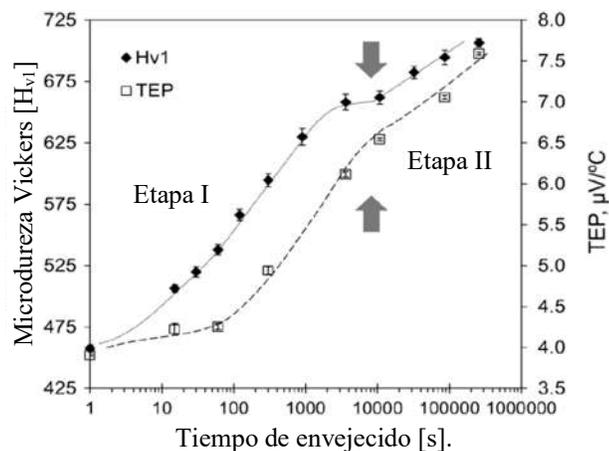


Figura 2. 21 Efecto del tiempo de envejecido en microdureza Vickers y PTE a una temperatura de envejecido de 450°C. Las flechas indican cambio de pendiente.

Celada y col. contribuyeron una mayor sensibilidad a etapas tempranas de envejecido de la microdureza Vickers, comparada con las mediciones de PTE. En contraste, el PTE presenta una mayor sensibilidad que la microdureza Vickers a etapas más avanzadas de envejecido, asociándolo a la detección de las partículas precipitadas y los átomos en solución sólida.

Croxford y col. [42] utilizó el mezclado no-colineal de dos ondas de corte con frecuencias centrales de 5 MHz las cuales son excitadas usando amplificadores de potencia a una frecuencia de 5.5 MHz,

las ondas interactúan en un volumen de la muestra para generar una tercera una onda ultrasónica longitudinal no lineal en carácter. En su experimento, los autores mezclaron ondas de corte de y se controló en ángulo el ángulo de incidencia que garantiza que las ondas se encontraran en un volumen de la muestra donde interactúan para la generación de la onda longitudinal resultante. Utilizando el arreglo experimental mostrado en la Figura 2.22, midieron la no linealidad ultrasónica para determinar el efecto causado por fatiga y plasticidad en una aleación de aluminio A12014-T4, demostrando que la técnica ultrasónica no lineal muestra ser efectiva y sensible a la degradación provocada por deformación plástica y ciclos bajos de fatiga.

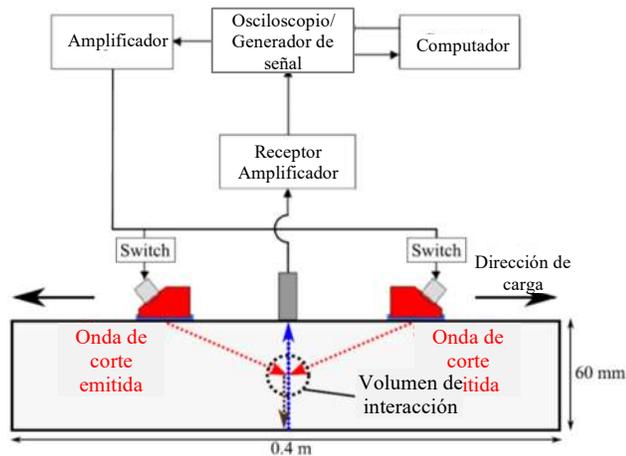


Figura 2. 22 Arreglo experimental [42].

Evaluaron la sensibilidad de la no-linealidad, esto mediante, el porcentaje normalizado de no linealidad en función de porcentaje de los esfuerzos residuales en producidos por el grado de plasticidad en la aleación de aluminio como se muestra en la Figura 2.23.

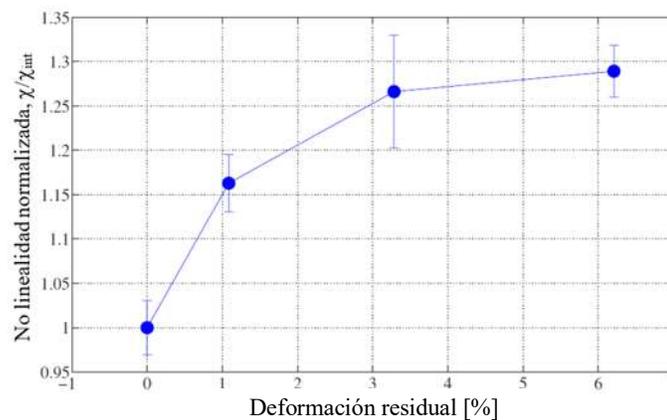


Figura 2. 23 Cambio en la medición del parámetro no-colineal  $\chi$  con el incremento de la deformación plástica [42].

Croxford y col. observaron que la no-linealidad presente en un material incrementa rápidamente a etapas tempranas de fatiga, es decir a bajos ciclos de fatiga, sin embargo, al incrementar el número

de ciclo esta tendencia cae debido al endurecimiento por trabajo, obtuvieron los resultados mostrados en la Figura 2.24.

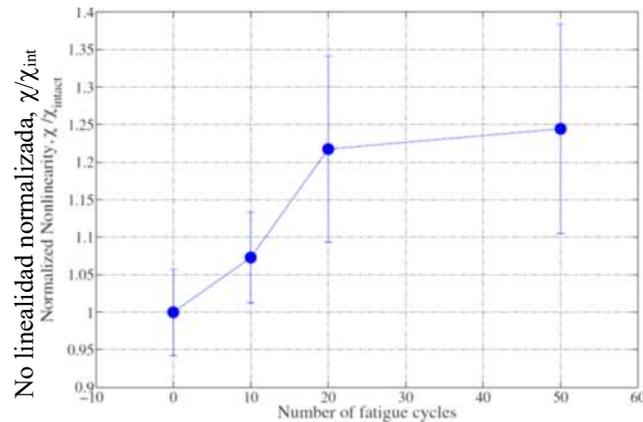


Figura 2. 24 Cambio en la medición del parámetro no-lineal  $\chi$  con el incremento del número de ciclos a la fatiga [42].

Gartsev y col. [43] usando técnicas ultrasónicas, específicamente mediante el uso de onda Rayleigh, evaluaron en el comportamiento mecánico de las súper aleaciones In718 y Ti6246 las cuales fueron sometidas a tratamientos térmicos, superficiales y deformación plástica esto, mediante el cálculo de constantes acusto elásticas.

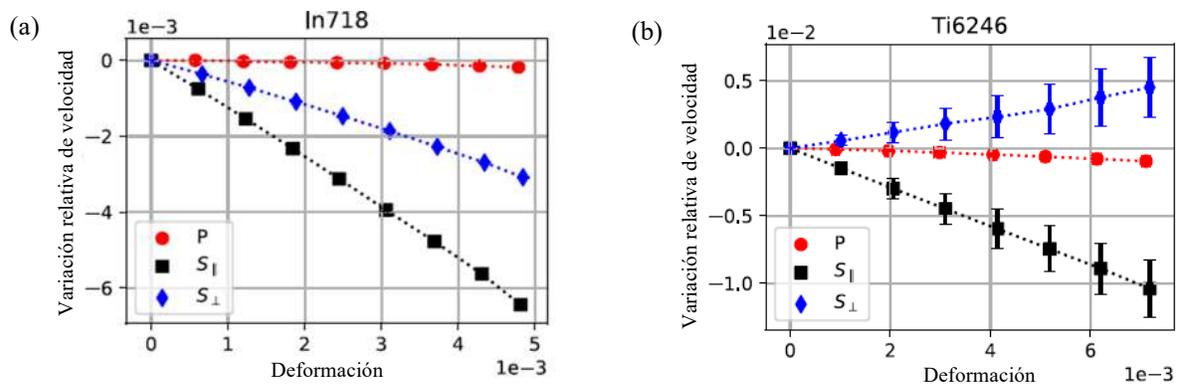


Figura 2. 25 Variación relativa de la velocidad de los modos de volumen debido a una carga uniaxial aplicada (valores promedio y desviación estándar de los 5 puntos medidos) para las aleaciones In718 y Ti6246 donde P – Onda longitudinal, S – en ambas polarizaciones) [43].

Además, compararon los resultados obtenidos mediante métodos directos e indirectos de medición en los diferentes estados de los materiales. Gratsev determino que las constantes acustoelásticas calculadas en la superficie son sensibles para la microestructura del material. Las constantes acustoelásticas fueron calculadas, considerando el fenómeno acustoelástico el cual fue medido en cada una de las 3 polarización posibles, en cinco puntos diferentes para las aleaciones In718 y Ti6246, los resultados se muestran en la Figura 2.25. Las constantes acustoelásticas mostraron

mayor sensibilidad a la intensidad del tratamiento y la profundidad de penetración de las ondas Rayleigh. Shui y col. [44] evaluaron el daño producido por deformación plástica en una placa de una aleación de magnesio-aluminio AZ31 a distintos niveles de esfuerzo aplicado, esto mediante el uso de técnicas de ultrasonido no lineal basados en generación de armónicos, en la Figura 2.26 se muestra resultados de la onda longitudinal obtenida.

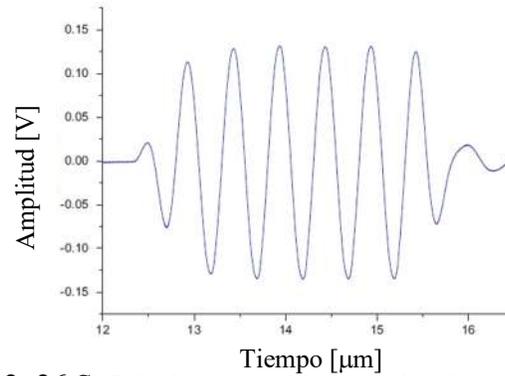


Figura 2. 26 Señal ultrasónica longitudinal recibida [44].

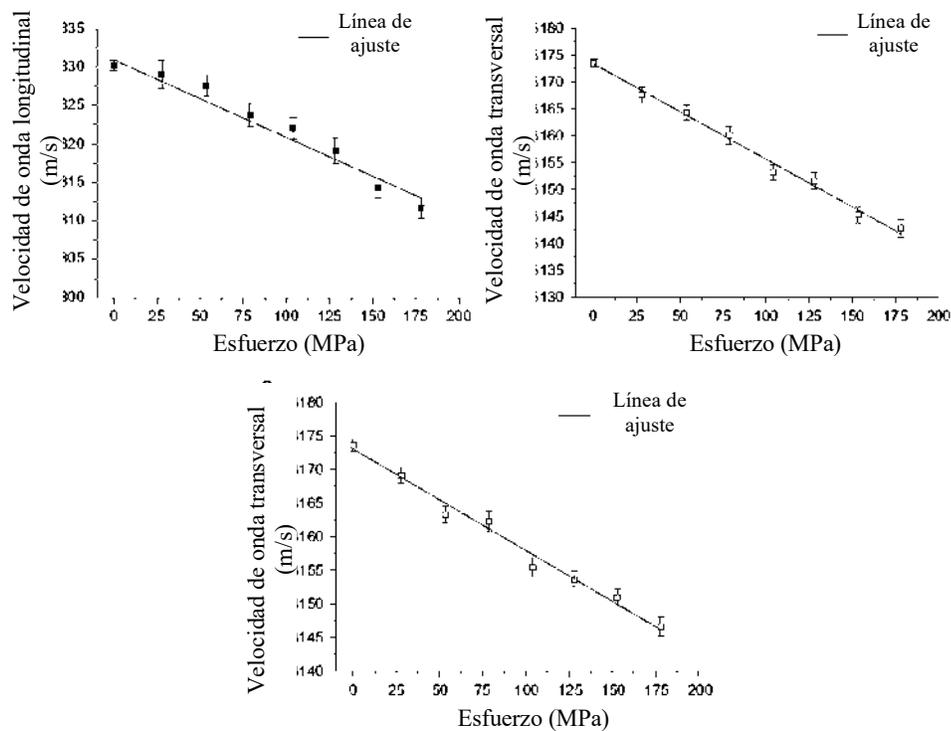


Figura 2. 27 Velocidades de onda medidas en función del esfuerzo aplicado para una aleación de magnesio-aluminio AZ31 [44].

Realizaron la medición de las velocidades de onda longitudinal, ambas de corte, y las graficaron en función del esfuerzo aplicado, calcular el parámetro de no linealidad mediante el modelo de Kelly y Hughes y las curvas de ajuste en obtenidas en la Figura 2.27.

## CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 3.1 Metodología de la investigación

En la Figura 3.1 se representa la metodología que se llevó a cabo durante la investigación.

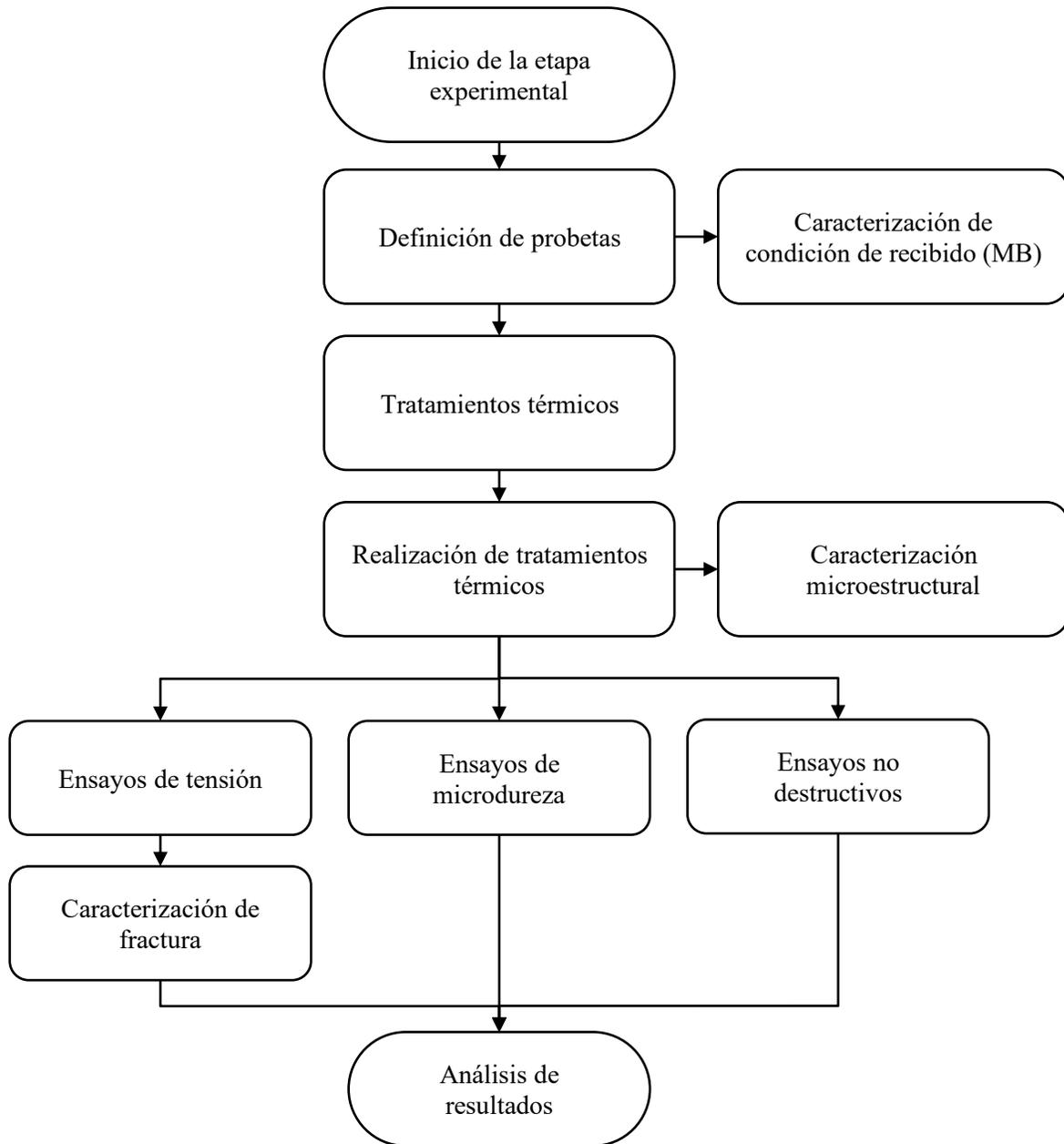


Figura 3. 1 Diagrama de flujo de la metodología que utilizada durante la investigación.

### 3.2 Material y composición química

Para las diferentes mediciones experimentales se obtuvieron muestras de una placa de la aleación Ti-6Al-4V con 13.3 mm de espesor. La composición química de la aleación de Ti-6Al-4V reportada por el fabricante se muestra en la Tabla 3.1:

**Tabla 3. 1** Composición química certificada por “VSMPO-AVISMA Corporation” de la aleación Ti-6Al-4V (% peso) que utilizada para la experimentación.

|   | Al   | V    | Fe   | H      | N     | O     | C     | Y      | Ti      |
|---|------|------|------|--------|-------|-------|-------|--------|---------|
| % | 6.41 | 4.14 | 0.19 | 0.0011 | 0.004 | 0.174 | 0.004 | <0.001 | Balance |

### 3.3 Tratamiento térmico

Se experimentó con la microestructura equiaxial, obtenida mediante el tratamiento térmico reportado en la literatura. De los diversos tratamientos térmicos disponible en la literatura se optó por aquel que presentó una mayor ductilidad para una microestructura equiaxial. Las distintas muestras obtenidas fueron sometidas a tratamientos térmicos de envejecido.

#### 3.3.1 Microestructura equiaxial

Se obtuvo la microestructura equiaxial calentando y manteniendo la aleación Ti-6Al-4V en el rango  $\alpha + \beta$ , a 788 °C durante 6 horas, para después ser enfriada lentamente en horno hasta temperatura ambiente [45]. En la Figura 3.2 se muestra el esquema representativo del tratamiento térmico que será utilizado en la experimentación para la obtención de la microestructura equiaxial.

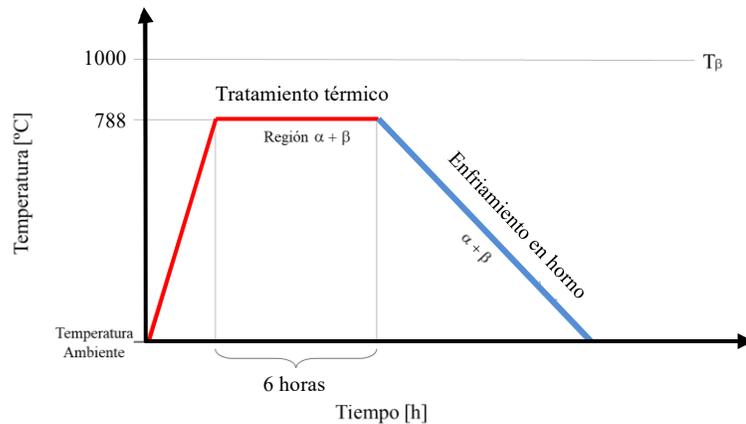


Figura 3. 2 Representación esquemática del tratamiento térmico para la obtención de microestructura equiaxial.

#### 3.3.2 Envejecido térmico

Se realizaron tratamientos térmicos con una temperatura de 545 °C de envejecido para la precipitación de partículas precipitadas  $\alpha_2$  contenidas en la fase  $\alpha$  considerando los siguientes tiempos de permanencia de 1, 50, 150, 220, 250, 275, 300 y 480 horas. Con el objetivo de comparar la afectación microestructural mediante mediciones de atenuación, velocidad ultrasónica y la

técnica de no linealidad de acustoelásticidad y relacionarlos a los cambios en las propiedades mecánicas. El diagrama representativo se muestra en la Figura 3.3.

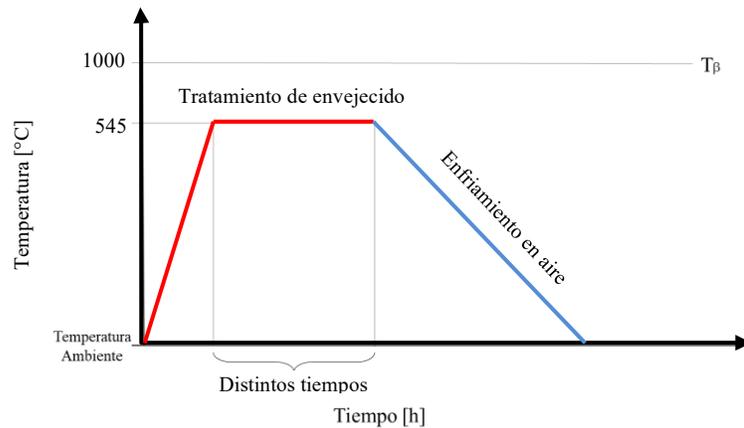


Figura 3. 3 Representación esquemática del tratamiento térmico de envejecido.

### **3.4 Caracterización no destructiva**

#### **3.4.1 Medición de potencial termoeléctrico (PTE)**

Las mediciones de PTE se realizaron mediante la técnica de punta caliente, con un electrodo de punta oro-cobre, con un equipo ATS-6044T marca Walker Scientific, Inc. La Figura 3.4 muestra el diagrama esquemático de la técnica utilizada, donde se emplean dos puntas metálicas; una fría aproximadamente a 25 °C y una a mayor temperatura, aproximadamente a 50 °C, esto provocando un gradiente de temperatura entre puntas de 25 °C. Las mediciones se realizaron colocando primeramente la punta fría y después la punta caliente, la medición fue tomada con un estimado de tiempo de 2 a 3 segundos con el objetivo de capturar los valores de micro voltaje generado al completar el circuito. Se realizaron 25 mediciones en las condiciones de metal base, microestructura equiaxial y envejecidos por 50, 220 y 400 horas. Los valores de microvoltaje fueron procesados para obtener el valor de PTE en cada una de las condiciones analizadas.

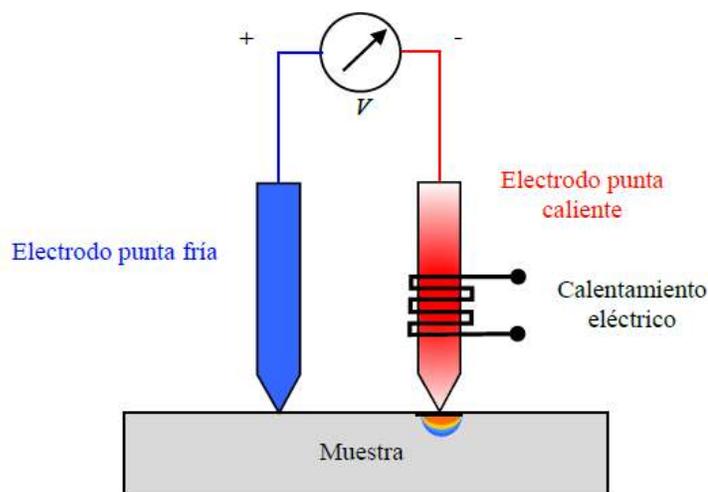


Figura 3. 4 Diagrama de potencial termoeléctrico (TEP), técnica de punta caliente.

### 3.4.1.1 Calibración del equipo

La calibración del equipo de PTE, primeramente, consisten en la toma de los valores de PTE de materiales ya identificados en la bibliografía; Alumel, Chromel, Cobre y Ti-6Al-4V, los valores son mostrados en la Tabla 3.2.

**Tabla 3. 2** Potencial termoeléctrico conocido de materiales.

| Material | Potencial termoeléctrico           |
|----------|------------------------------------|
|          | [ $\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$ ] |
| Alumel   | -18.2                              |
| Ti6Al-4V | 22.4                               |
| Cobre    | 2.25                               |
| Cromel   | -4.9                               |

Posterior, se realizaron las mediciones de micro voltaje con la técnica punta caliente, los valores obtenidos se muestran la Tabla 3.3.

**Tabla 3. 3** Mediciones de potencial termoeléctrico para calibración.

| Material | Potencial termoeléctrico           | Microvoltaje      |
|----------|------------------------------------|-------------------|
|          | [ $\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$ ] | [ $\mu\text{v}$ ] |
| Alumel   | -18.2                              | 192.29            |
| Ti6Al-4V | -4.9                               | 79.43             |
| Cobre    | 2.25                               | 19.43             |
| Cromel   | 22.4                               | -191.43           |

Mediante regresión línea utilizando software de computadora, se realiza el cálculo de PTE, el grafico obtenido se muestra en la Figura 3.5.

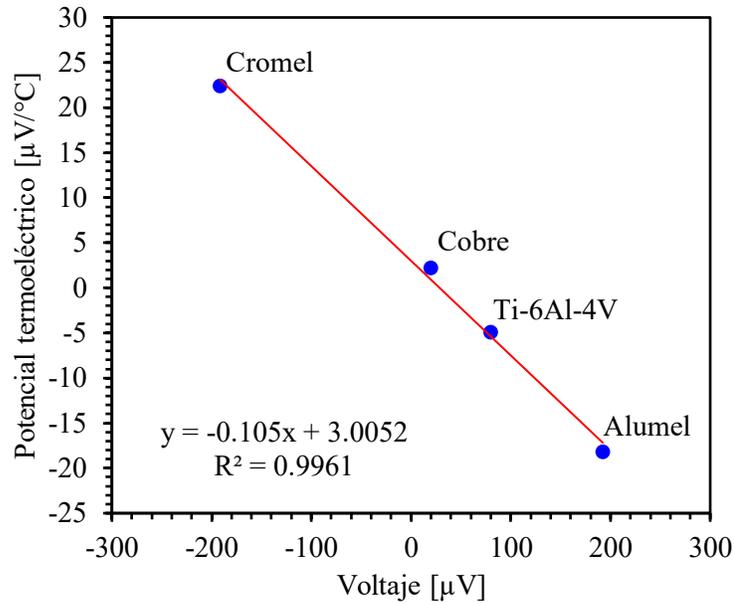


Figura 3. 5 Gráfico de calibración de la punta oro-cobre.

### 3.5 Medición de atenuación y velocidad ultrasónica

Se realizaron mediciones de ultrasonido de cada uno de los especímenes previamente preparados con un acabado semi-espejo (lijado mecánico hasta el numero 2000). Se usó un transductor de onda corte de incidencia normal de 5MHz excitado con un pulsador-receptor marca Panametrics modelo 5073PR. La señal ultrasónica fue digitalizada y promediada mediante un osciloscopio Lecroy® modelo HDO 4034. La atenuación fue medida utilizando la técnica pulso-eco de inmersión y las de velocidad fueron medidas usando la técnica pulso-eco de contacto. Ambas mediciones se realizaron en muestras con las dimensiones mostradas en la Figura 3.6.

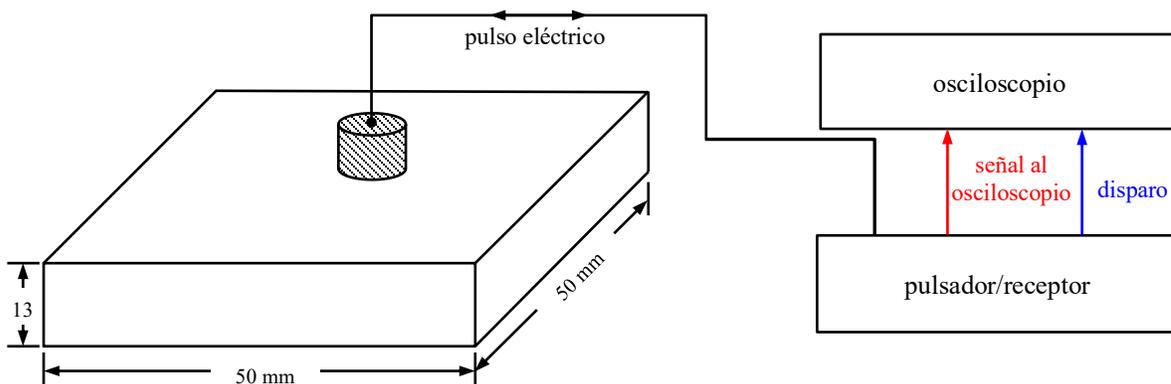


Figura 3. 6 Representación esquemática de las muestras que utilizadas en las mediciones de velocidad ultrasónica.

### 3.5.1 Velocidad de onda

Mediante la técnica de contacto, se realizaron la medición de las velocidades de onda con un osciloscopio Wavejet 332 marca Teledyne Lecroy en conjunto con un pulsador-receptor 5073PR marca Olympus, mediante el uso de los transductores A110-S y V15, las velocidades ultrasónicas longitudinal y de corte, respectivamente. Con el uso de miel como medio de acople en ambos transductores como se muestra en la Figura 3.7.

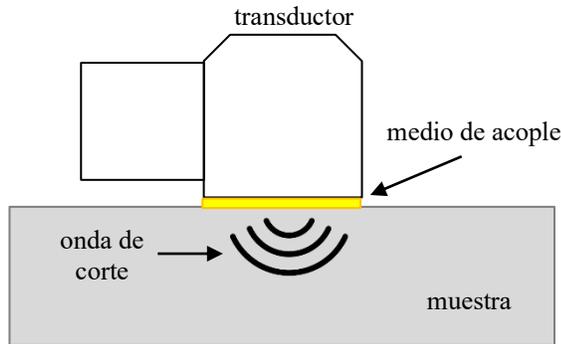


Figura 3. 7 Representación esquemática de la técnica de contacto.

Mediante la técnica se permitió conocer el tiempo de vuelo de la onda a través del espesor de las distintas condiciones, para el cálculo de la velocidad de onda se utilizó la siguiente ecuación (3.1), se consideró cada tiempo y espesor correspondiente a la probeta analizada.

$$c = \frac{2d}{t} \quad (3.1)$$

Donde  $c$  es la velocidad de onda,  $d$  espesor de la probeta y  $t$  es el tiempo de vuelo de la onda a través del material. Además, por medio de las siguientes ecuaciones (3.2) y (3.3), se calculó el módulo elástico ( $E$ ) y módulo de Poisson ( $\nu$ ) mediante ultrasonido lineal.

$$E = \frac{c_s^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad (3.2)$$

$$\nu = \frac{1 - 2 \left( \frac{c_s}{c_d} \right)}{2 - 2 \left( \frac{c_s}{c_d} \right)^2} \quad (3.3)$$

### 3.6 Análisis microestructural

Para la caracterización microestructural, los especímenes fueron preparados mediante métodos convencionales de metalografía, comenzando con un desbaste mecánico mediante lijas del número

80 hasta el número 2000, continuando con pulido con solución de alúmina para un acabado espejo. Para la revelación de la microestructura las probetas metalográficas fueron atacadas con solución Kroll (92 ml H<sub>2</sub>O destilada, 3 ml HF y 5 ml HNO<sub>3</sub>), el ataque químico tuvo una duración de 40 segundos. La obtención de imágenes de la microestructura se utilizó el microscopio óptico (MO) y microscopio electrónico de barrido (MEB) además de caracterización mediante técnicas de difracción de rayos-X (DRX). Se realizarán ensayos de mecánicos de tensión en los especímenes en condición de recibido y las muestras envejecidas, además se realizará la caracterización de la zona de fractura en cada una de las probetas de tensión.

### ***3.6.1 Difracción de rayos-X (DRX)***

Se analizó la totalidad de las muestras tratadas (HT) y en condición de recibido (MB) para la detección de fases presentes y precipitados, la prueba de difracción de rayos-X se realizó en el rango  $2\theta$  de 35 a 80° y 33 a 43°. La presencia de precipitados  $\alpha_2$  (Ti<sub>3</sub>Al) en ángulos de 26. 9° y 63.8°. El equipo de difracción de rayos XD8 ADVANCE DA VINCI de la marca BRUKER.

### ***3.6.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)***

Para la caracterización microestructural de la totalidad de las muestras HT y MB, se utilizó un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-6400 de la marca JEOL.

### ***3.7 Caracterización mecánica***

Se realizaron los ensayos tensión de los especímenes HT y MB. Para la realización de los ensayos de tensión se utilizaron probetas de acuerdo a la norma ASTM E8/E8M-21 [46], las dimensiones se muestran en la Figura 3.8. El equipo usado para realizar las mediciones es una máquina universal servo hidráulica modelo Landmark marca MTS en conjunto con el software *Test Suite Elite*® con las condiciones de operación de velocidad de ensayo de 0.005 mm/s con una frecuencia de muestreo de 1 Hz.

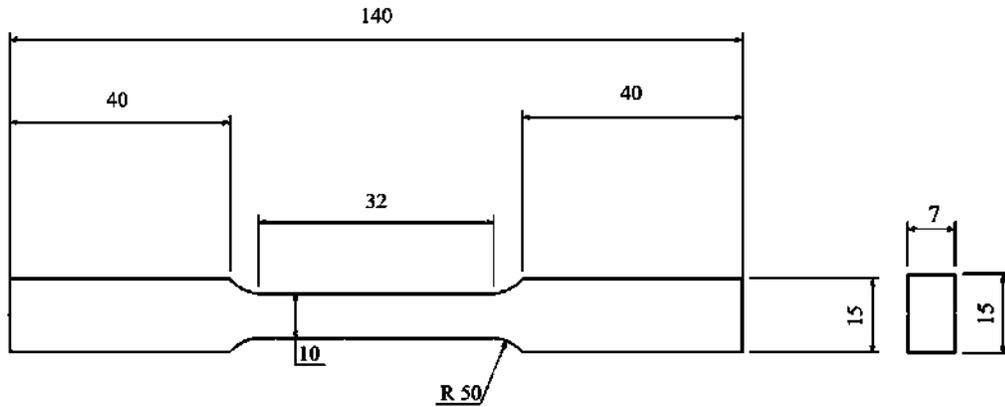


Figura 3. 8 Dimensiones de probeta de tensión de acuerdo con la norma ASTM E8/E8M-21, dimensiones en mm.

### 3.7.1 Microdureza Vickers

Se realizaron ensayos de microdureza a todos los especímenes; considerando todos los tratamientos térmicos y los tiempos de envejecido mencionados anteriormente, al igual que al espécimen con condición de recibido. Para la realización de pruebas de microdureza se utilizó un microdurómetro marca Mitutoyo modelo HM200; para la indentación de los especímenes se utilizó carga 500 gramos durante 15 segundos. Las condiciones de mediciones se realizaron con una separación de 50  $\mu\text{m}$  entre indentaciones.

### 3.8 Determinación de constantes acustoelásticas

Previo a las mediciones, las superficies de los diferentes especímenes del tipo hueso de perro envejecidos térmicamente fueron preparadas mediante lijado mecánico hasta acabado semi espejo. Las mediciones de acustoelasticidad se realizaron usando un arreglo experimental como el mostrado en forma esquemática en la Figura 3.9, donde un pulsador/receptor marca Panametrics modelo 5073PR se usa para mandar pulsos eléctricos ya sea a un transductor de ondas longitudinales y un transductor de corte, los transductores tienen un diámetro de 6.36 mm y una frecuencia ultrasónica de 5 MHz.

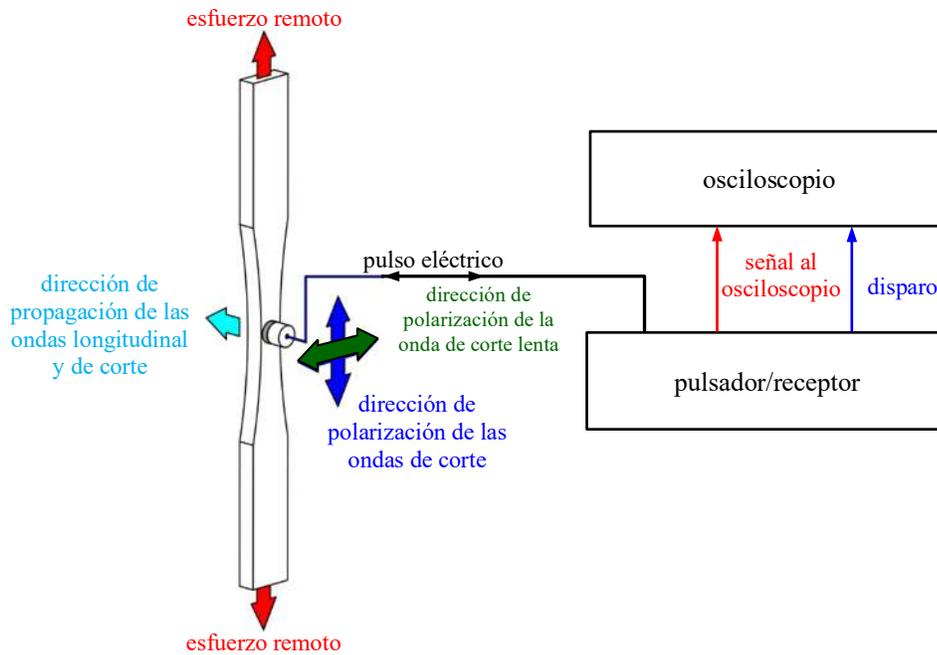


Figura 3. 9 Diagrama esquemático de la medición de constantes acustoelásticas.

En el experimento de mediciones de las constantes acustoelásticas, las probetas son montadas en la máquina universal en una configuración mostrada en la Figura 3.9. La Tabla 3.4 muestra las diferentes fuerzas de tensión que se aplicaron a las probetas, para el cálculo se usó el límite superior el esfuerzo de fluencia de cada probeta.

**Tabla 3. 4** Esfuerzos y fuerzas utilizadas en los ensayos de acustoelasticidad.

| $\sigma$<br>[MPa] | $F_{MB}$<br>[kN] | $F_{sin\ envejecer}$<br>[kN] | $F_{100h}$<br>[kN] | $F_{220h}$<br>[kN] | $F_{400h}$<br>[kN] |
|-------------------|------------------|------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 0                 | 0                | 0                            | 0                  | 0                  | 0                  |
| 150               | 23.4             | 24.2                         | 23.9               | 23.9               | 23.1               |
| 250               | 39.0             | 40.4                         | 39.8               | 39.9               | 38.5               |
| 350               | 54.7             | 56.5                         | 55.7               | 55.8               | 53.9               |
| 450               | 70.3             | 72.7                         | 71.6               | 71.8               | 69.3               |

Como se muestra en la Figura 3.9, para cada esfuerzo, se midió la velocidad  $c$  ( $\sigma$ ) de cada una de las ondas: onda longitudinal  $c_d$ , la de la onda de corte que se propaga a través del espesor y polariza en la dirección paralela a la dirección de aplicación del esfuerzo  $c_{sf}$  (onda rápida), la de la onda de corte que se propaga a través del espesor y polariza en la dirección normal a la dirección de aplicación del esfuerzo  $c_{ss}$  (onda lenta). Para medir el tiempo de vuelo ( $\Delta t = t_2 - t_1$ ) de la primera y segunda reflexión de la pared posterior, se usó la técnica de cruce en cero propuestas por Ruiz y colaboradores [47] mostrada en la Figura 3.10. El  $\Delta t$  para cada esfuerzo de tensión uni-axial se

determinó para cada esfuerzo. Para ello, se eligió el cruce de cero correspondiente al primer eco de la pared posterior (punto P1) y el segundo eco de la pared posterior del espécimen (P2) [47]. Para la determinación precisa de los tiempos en los puntos P1 y P2, se utilizó un osciloscopio de alta resolución marca Lecroy® modelo HDO 4034 que trabaja a 350 MHz y 2.5 Gmuestras/s.

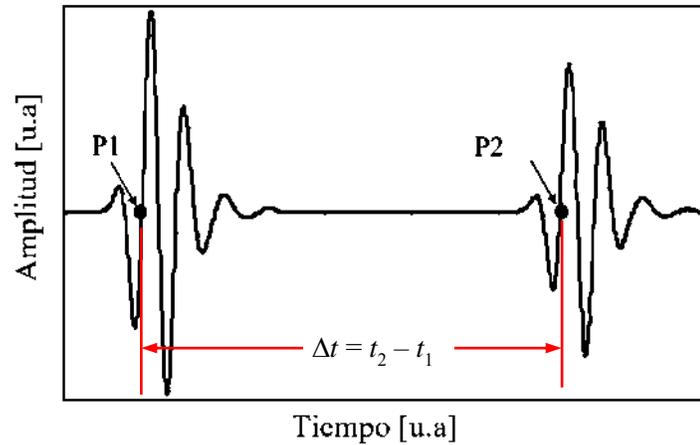


Figura 3. 10 Explicación del cruce positivo en cero usado para la medición del tiempo [47].

Una vez determinado  $\Delta t$  para cada esfuerzo se procedió a determinar la velocidad de cada modo de onda mediante la ecuación  $c = 2d/\Delta t$ .

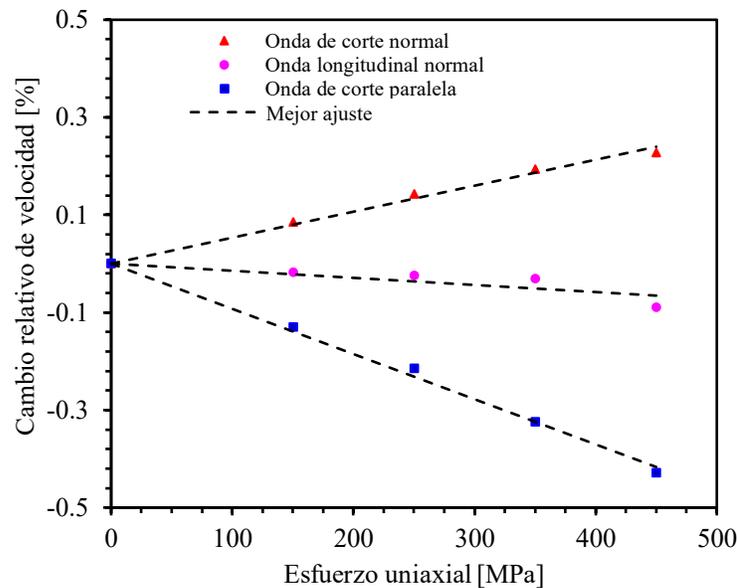


Figura 3. 11 Porcentaje de cambio relativo de velocidad de onda en función del esfuerzo uniaxial aplicado, se muestran los resultados de onda longitudinal, y ambas de corte.

Posteriormente, se procedió a calcular el cambio relativo de la velocidad de cada uno de los modos de onda en función del esfuerzo aplicado a la probeta. La Figura 3.11, muestra las tres curvas de cambio relativo de velocidad en función del esfuerzo axial para cada uno de los modos de onda.

La pendiente de cada una de las gráficas representa la constantes acustoelásticas de cada modo de onda.

Los cambios relativos de la velocidad en función del esfuerzo aplicado serán graficados una vez que se haga la corrección para el efecto de Poisson. Las constantes acustoelásticas ( $K_1$ ) de la ecuación (2.1) a partir de regresiones lineales de los datos experimentales de cada modo de onda, la cual se muestra nuevamente por cuestiones de simplicidad.

$$c(\sigma) = c_0 + K_1\sigma + K_2\sigma^2 \quad (2.1)$$

## CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIONES

### 4.1 Microscopía óptica (MO)

Se realizó la caracterización metalográfica de la aleación en condición de recibido (MB), se obtuvieron las imágenes de microscopía óptica.

#### 4.1.1 Condición de recibido (Metal base)

La aleación Ti-6Al-4V en condición de recibido como se muestra en la Figura 4.1 presenta una composición de una mezcla de fases  $\alpha$  y  $\beta$ , las cuales son representadas con tonalidades de color gris claro y oscuro, respectivamente. La aleación en condición de recibido mostró una morfología de granos equiaxiados de  $\alpha$  con fase  $\beta$  segregada en los bordes, se realizó el cálculo de porcentajes mediante el uso de software “ImageJ”, obteniendo con un porcentaje de composición estimado de fase  $\alpha$  de 71.8% y fase  $\beta$  de 28.2%, los cuales fueron calculados conforme a las normas ASTM E-112 y ASTM E-562-08, respectivamente.

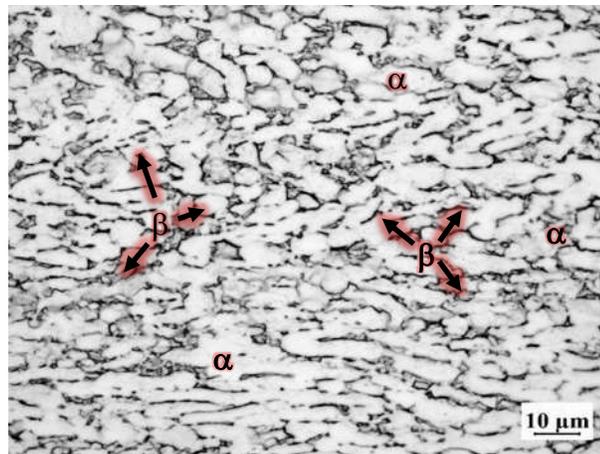


Figura 4. 1 Micrografía de la aleación Ti-6Al-4V utilizada durante la experimentación en condición de recibido (Metal base).

De acuerdo con la hoja técnica proporcionado por el fabricante, la información correspondiente a los procesos a los cuales ha sido sometido el material es desconocida, y por lo tanto se desconoce el procedimiento la obtención de la microestructura mostrada.

### 4.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X

#### 4.2.1 Condición de recibido (MB)

La microestructura de la aleación muestra una mezcla de fases  $\alpha$  y  $\beta$  como se observa en la Figura 4.2.a: la fase  $\alpha$  está representada de color gris oscuro mientras que la fase  $\beta$  se representa con

color gris claro. La aleación presenta una microestructura compuesta por granos equiaxiales de  $\alpha$  con fase  $\beta$  segregada en los límites de grano mostrada en la Figura 4.2. En la Figura 4.2.b se observan pequeñas partículas de  $\beta$  dispersas en los granos de la matriz  $\alpha$ , con una tendencia de concentración hacia los límites de grano donde se encuentra segregada la fase  $\beta$ , formando grandes colonias de  $\beta$ .

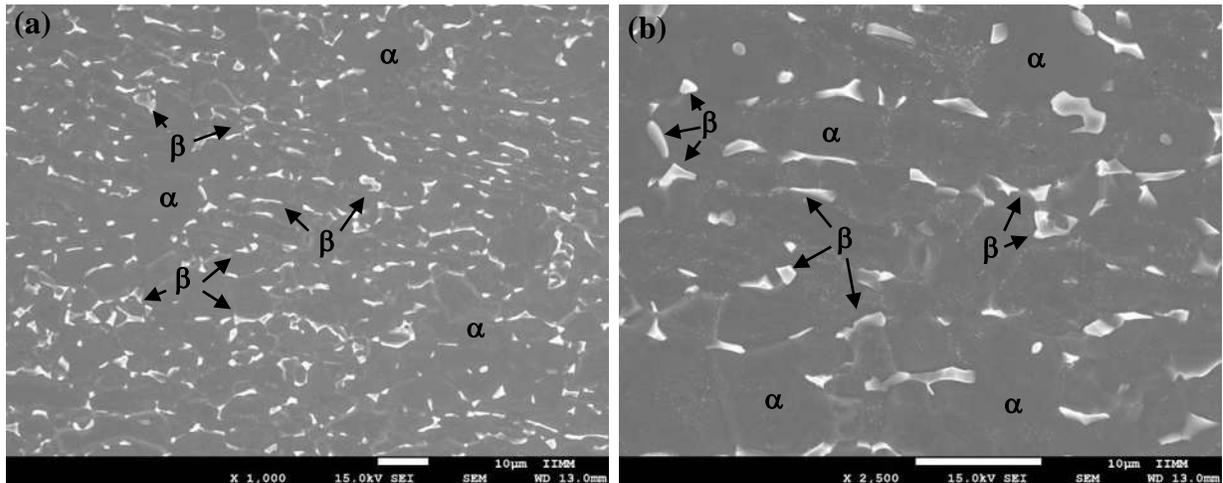


Figura 4. 2 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial en condición de recibido con amplificación de: (a)1 000x y (b)2 500x.

En la Figura 4.3(a), se muestra una larga colonia de fase  $\beta$ , con pequeñas partículas  $\beta$  intergranulares dispersas al interior del grano  $\alpha$ , además se presentan los microanálisis puntuales en las zonas representativas (Figura 4.3(b)), en las cuales dio como resultado la presencia de partículas dispersas de fase  $\beta$ . La Figura 4.3(c) muestra el EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1. La Figura 4.3(d) indica la presencia rica de elementos de aluminio y vanadio, correspondientes a las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , respectivamente. Al analizar los puntos 1, 2 y 3 se espera la presencia de vanadio, ya que estabiliza la fase  $\beta$  además en las imágenes obtenidas mediante MEB tienen un contraste claro mientras que el punto identificado con el número 4 se espera la presencia de aluminio como estabilizador de la fase  $\alpha$ , en MEB presentan un color gris oscuro.

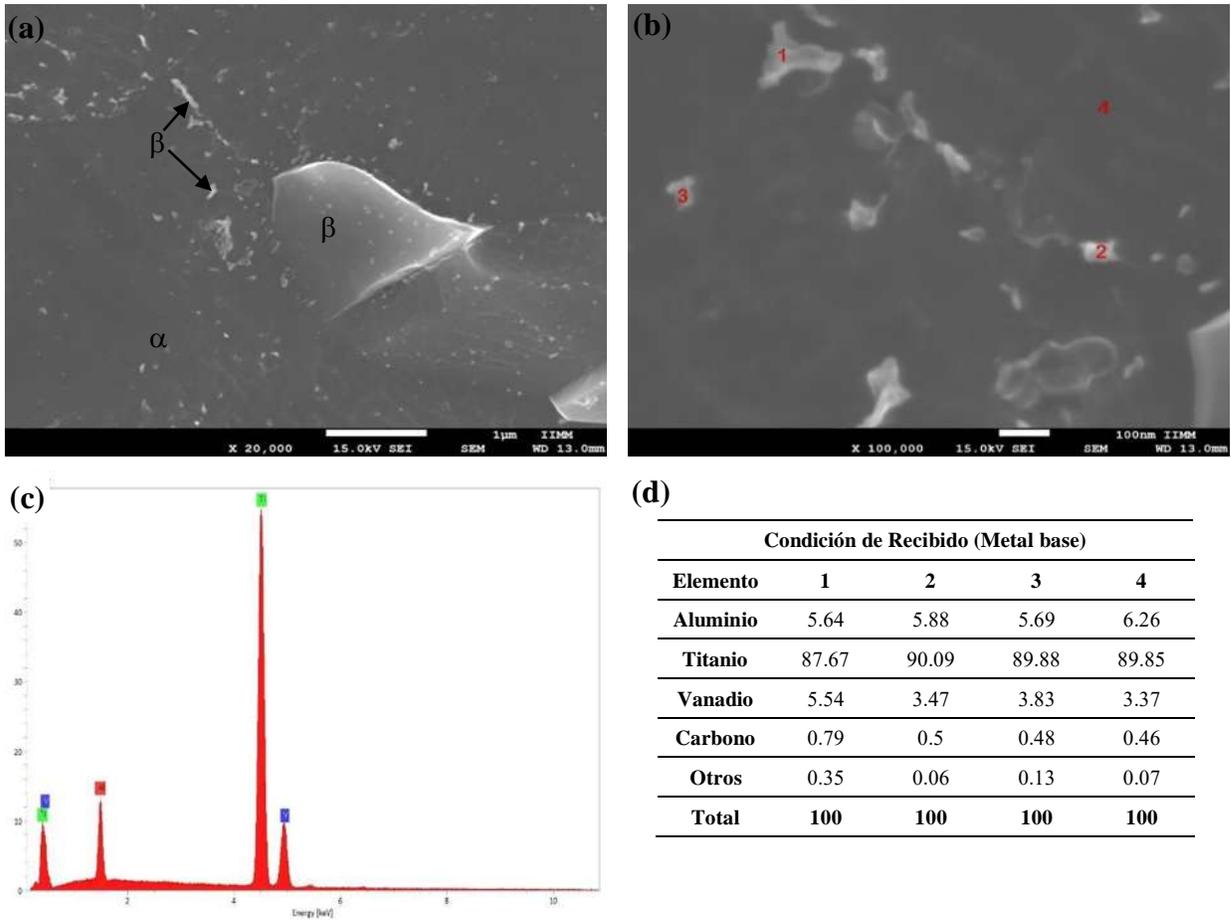


Figura 4. 3 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos en probeta en condición de recibido.

La Figura 4.4, presenta el mapeo realizado, la cual muestra la presencia de titanio, aluminio y vanadio como principales elementos como es de esperarse. La fase  $\alpha$  (gris oscuro) son ricas en aluminio y titanio, mientras que la fase  $\beta$  (gris claro) presenta es abundante en titanio y vanadio. El aluminio funciona como elemento alfégeno estabilizando la fase  $\alpha$ , mientras que el vanadio tiene la función de estabilizador betágeno, brindándole estabilizada a la fase  $\beta$  [11].

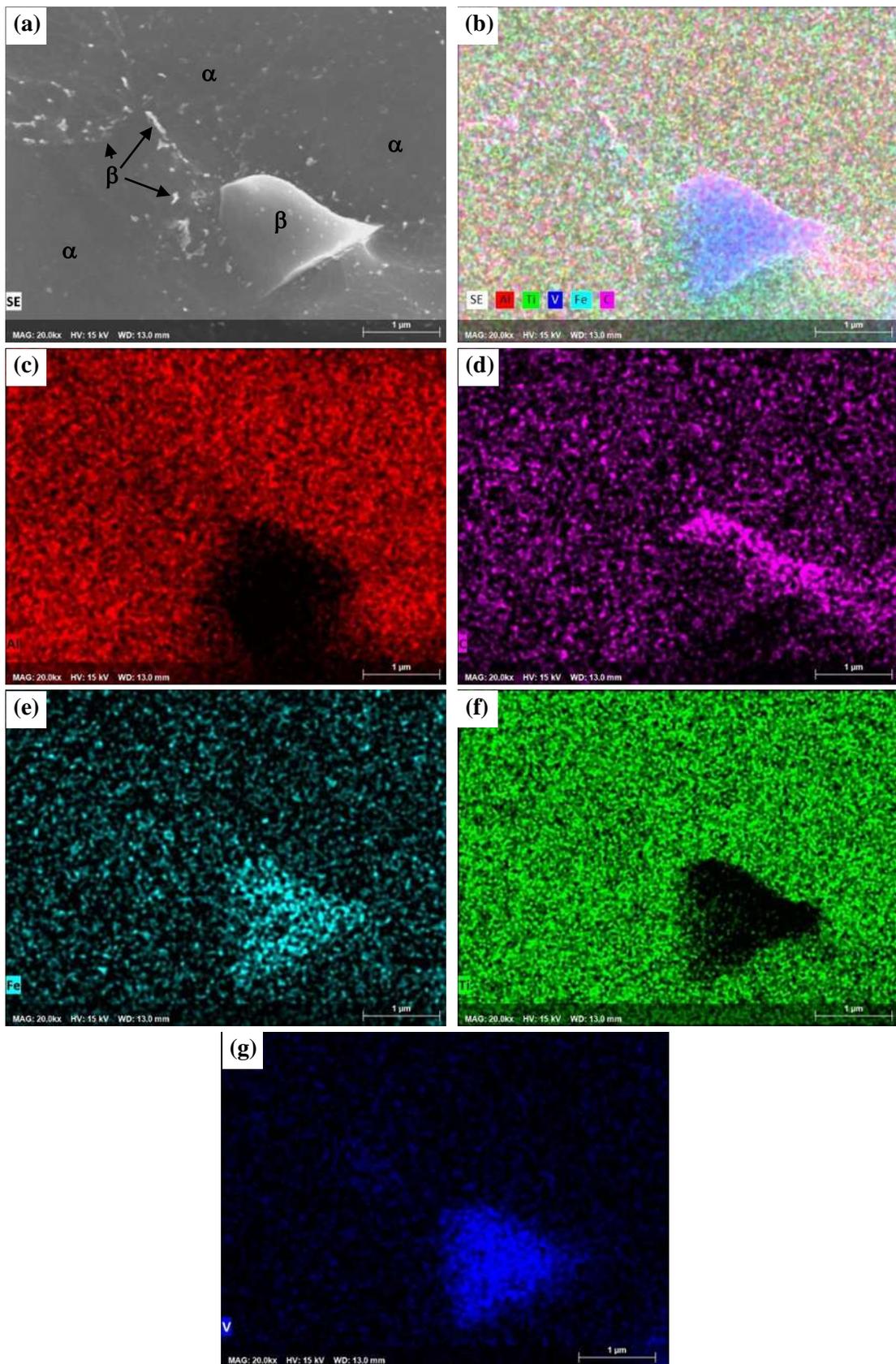


Figura 4. 4 Mapeo elemental de la microestructura en condición de recibido; (a) imagen SEI, (b) mapeo general, (c) Al, (d) C, (e) Fe, (f) Ti y (g) V.

#### 4.2.2 Microestructura Equiaxial

Se obtuvo una microestructura equiaxial compuesta de fases  $\alpha$  y  $\beta$  tal y como se muestra en la Figura 4.5(a). La fase  $\beta$  se encuentra segregada en los límites de grano y distribuida en pequeñas partículas dentro de los granos de fase  $\alpha$ .

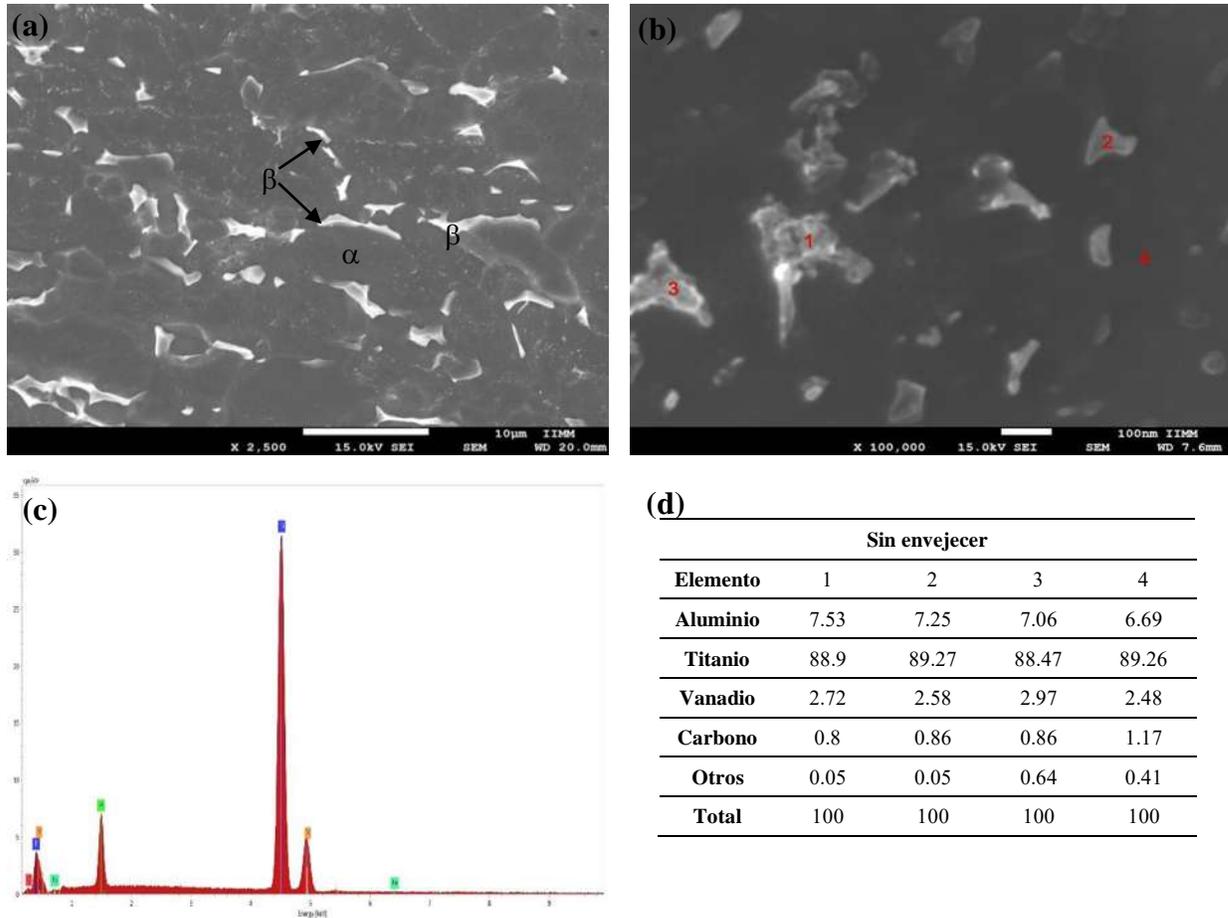


Figura 4. 5 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos en probeta sin envejecer.

A magnificaciones superiores se pueden observar pequeñas partículas similares al contraste de la fase  $\beta$ , lo cual se relaciona con la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$ , estas tienen un tamaño nanométrico del orden 20 a 50 nanómetros [13], lo que resulta de gran complejidad para ser observadas mediante técnicas de barrido, por lo cual no se puede confirmar en la Figura 4.5(a) que esta sean partículas precipitadas  $\alpha_2$ .

Sin embargo, al realizar microanálisis químico de composición en la probeta metalográfica con microestructura equiaxial sin envejecer de acuerdo a los puntos señalados en la Figura 4.5.(b) mostraron la presencia de vanadio, el cual es un elemento estabilizador de la fase  $\beta$ . La figura 4.5(c)

muestra el EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1. Las partículas precipitadas  $\alpha_2$  tiene una estequiometría  $Ti_3Al$ , por lo tanto, la composición de los puntos marcados en rojo (1, 2 y 3) para considerarse como partículas  $\alpha_2$  deberían carecer o tener una muy baja presencia de vanadio como elemento químico [11, 12, 48]. En la Figura 4.5(d) se muestran los resultados obtenidos del análisis químico realizado en la probeta con estructura equiaxial previa al envejecido.

De acuerdo con estudios previos, Lee y colaboradores [2, 23, 49] realizaron estudios con la aleación Ti-6Al-4V, los cuales reportaron microestructuras de características similares a la obtenida durante la experimentación, realizaron tratamientos térmicos, sin embargo, no reportan la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$ . Durante la experimentación, se replicaron los tratamientos térmicos para la obtención del arreglo microestructural equiaxial, considerando los parámetros y condiciones efectuadas por Lee y colaboradores, durante la experimentación se observó la presencia de partículas finas [23, 49], estas pueden ser fácilmente confundidas con partículas precipitadas, sin embargo, microanálisis puntuales las descartan como tales.

La Figura 4.6 muestra la imagen obtenida por microscopía electrónica de barrido de una probeta envejecida a 545 °C por 1 hora, se observan colonias de fase  $\beta$  concentradas en los límites de grano de la matriz  $\alpha$ , además se observan pequeñas partículas  $\beta$  distribuidas en la matriz y se confirman con los resultados de microanálisis puntuales. De la misma manera se observan granos de la matriz donde la concentración y distribución de estas pequeñas partículas  $\beta$  es muy baja.

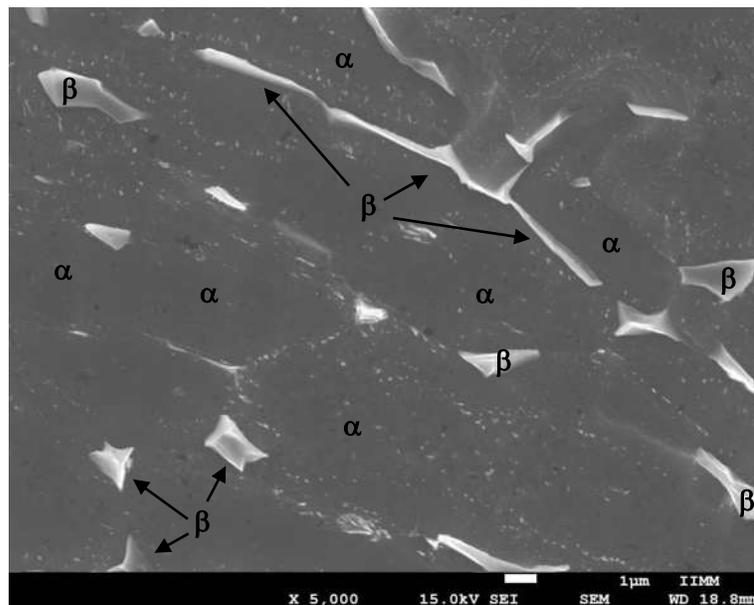


Figura 4. 6 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 1 hora.

La probeta envejecida por 50 horas a 545 °C no presenta gran diferencia en cuanto a la morfología y distribución de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  como se muestra en la Figura 4.7(a), sin embargo, la distribución de las partículas  $\beta$  tienden a tomar una distribución uniforme en el interior de lo fase matriz y las zonas que previamente carecían de estas partículas tienden a segregarlas de manera similar. Se realizaron microanálisis puntuales (Figura 4.7(b)) analizando la composición de las partículas segregadas al interior de los granos de la matriz  $\alpha$  además La Figura 4.7(c) muestra el EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.7(d).

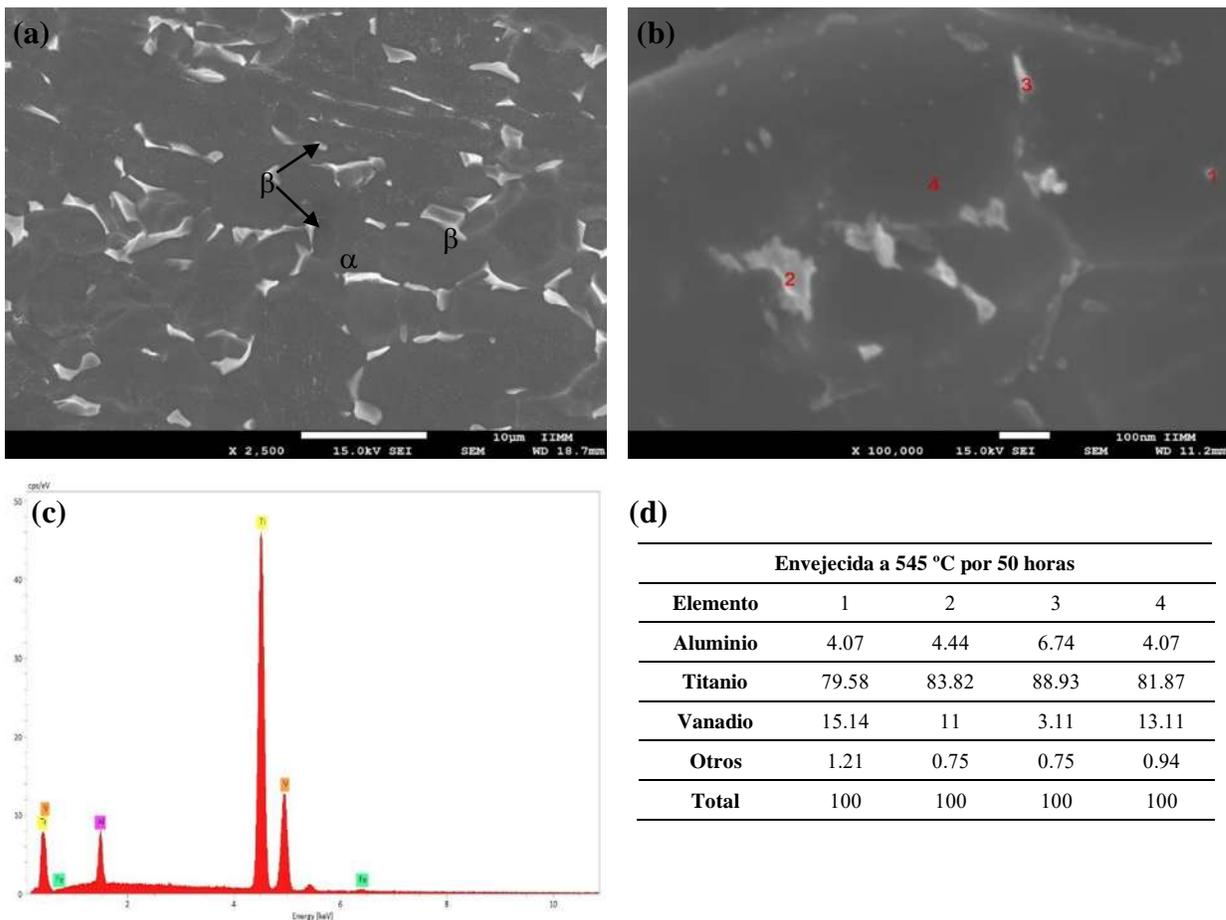


Figura 4. 7 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 50 horas.

Los resultados mostrados en la Figura 4.7(d), muestran concentración de vanadio en la fase  $\beta$ . Por lo tanto, no es posible confirmar que las partículas analizadas sean puramente precipitados  $\alpha_2$ . La Figura 4.8 muestra la imagen obtenida con un envejecido a 545 °C durante 150 horas, se aprecia la segregación de las partículas  $\beta$  hacia los límites de grano de la matriz  $\alpha$ .

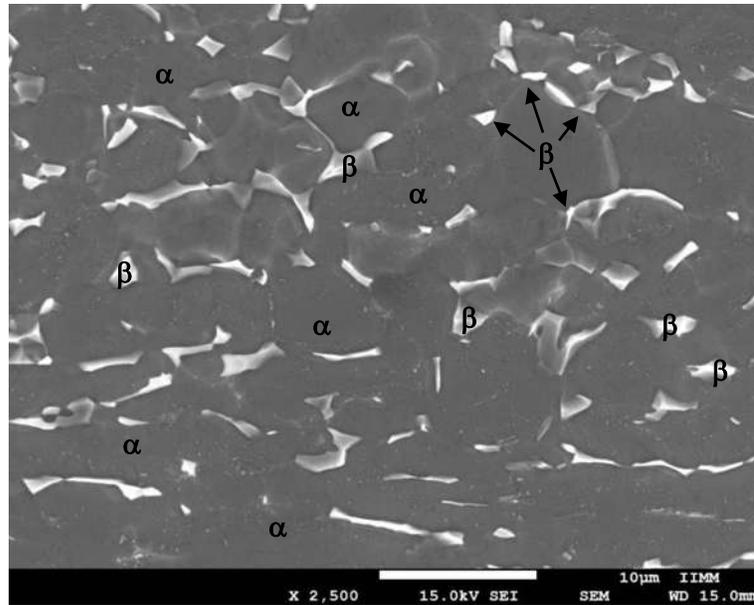


Figura 4. 8 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 150 horas.

La Figura 4.9 muestra la probeta se envejeció a 545 °C durante 220 horas, la morfología en comparación con tiempo de permanencia previos, no muestra variación significativa en cuanto a la distribución general de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ . Se observa una saturación mayor en cuanto a la cantidad partículas segregadas al interior de la matriz  $\alpha$ . Las partículas muestran una distribución homogénea a través de la microestructura, a estos tiempos de envejecido ya existe una precipitación de partículas  $\alpha_2$ , las cuales se segregan y distribuyen a interior de la matriz  $\alpha$ , sin embargo, el tamaño nanométrico de los mismo impide un análisis químico puntual sea preciso.

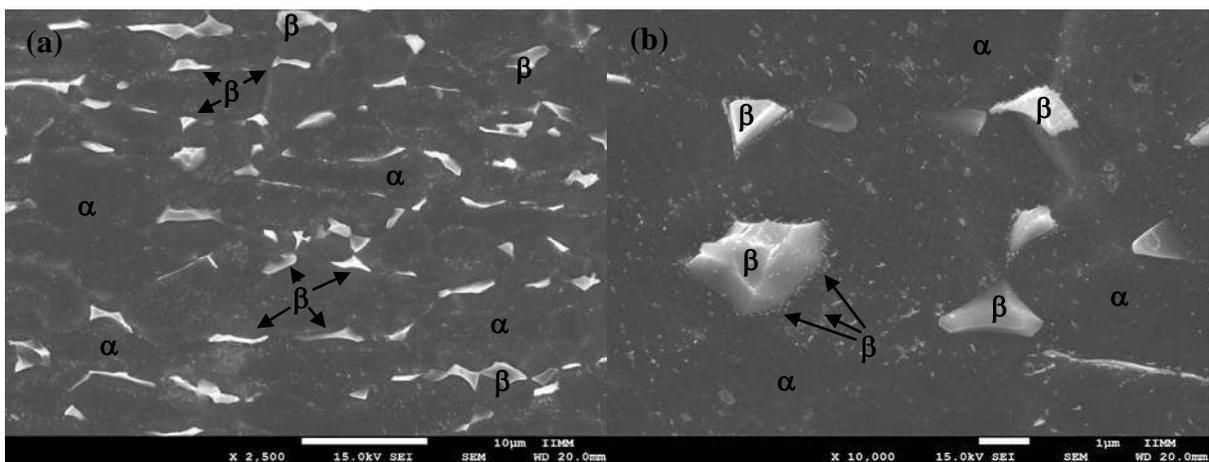


Figura 4. 9 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 220 horas (a)2 500x y (b)10 000x.

A mayores magnificaciones se observa la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$  y las partículas de  $\beta$  tienden a segregarse hacia los límites de grano  $\alpha$  y concentrarse donde además se observan colonias de fase  $\beta$  como se muestra en la Figura 4.9 (b). Es destacable mencionar que las partículas  $\alpha_2$  tiende a distribuirse en el interior del grano de la matriz, de manera contraria las partículas compuestas por fase  $\beta$  tienden a segregarse hacia los límites de grano o a concentrarse y formar colonias [11, 12, 16]. Además, se observan pequeñas partículas  $\beta$  formando colonias y otras segregándose hacia los límites de granos, sin embargo, las partículas de  $\alpha_2$  se distribuyeron en la matriz  $\alpha$ .

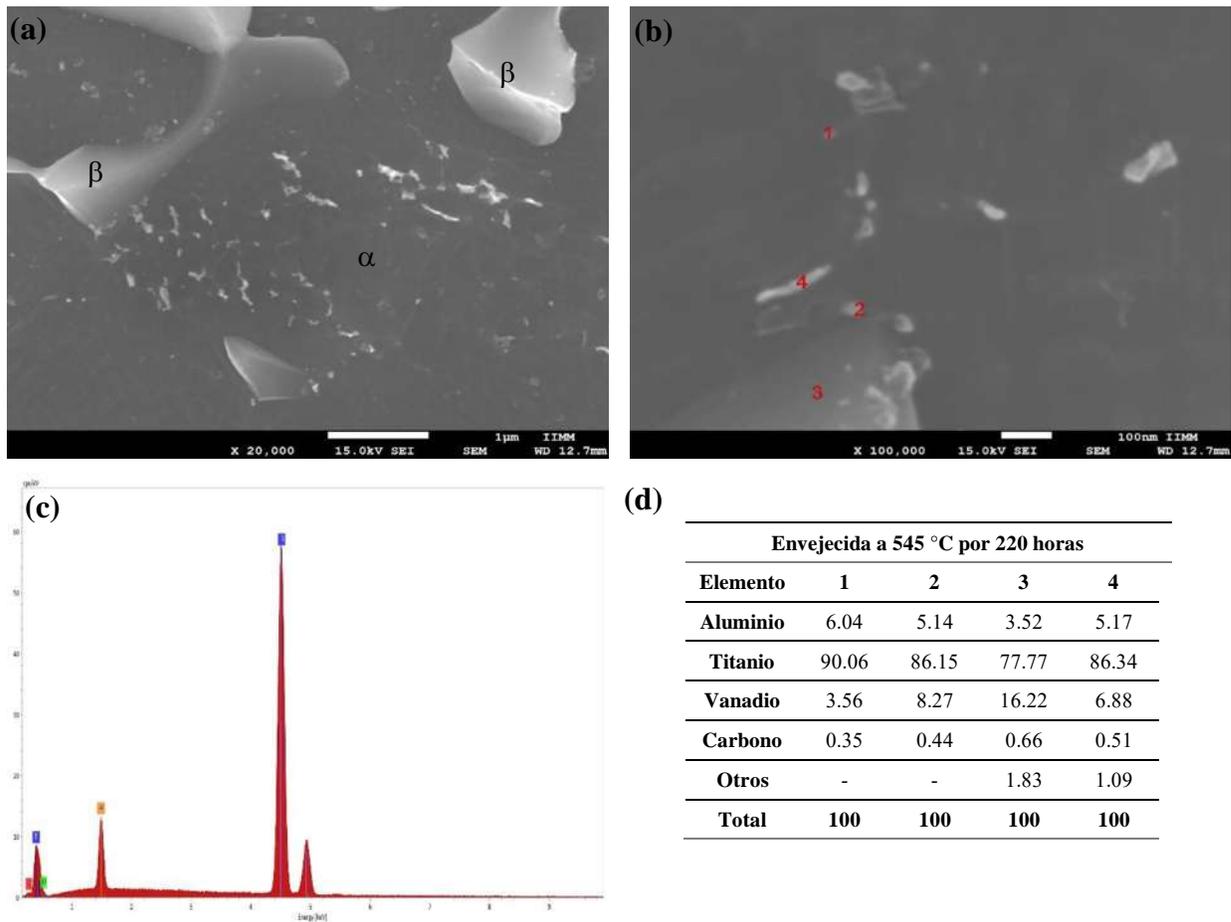


Figura 4. 10 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 220 horas.

La Figura 4.10(a) muestra una imagen MEB donde podemos observar fase  $\beta$  segregada en una matriz de fase  $\alpha$  mientras que la Figura 4.10(b) muestra las zonas analizadas en la probeta envejecida a 220 horas, además la Figura 4.10(c) se muestra el EDS correspondiente al punto

señalado con 1, la Figura 4.10(d) se muestran los resultados obtenidos en zonas representativas de la microestructura obtenida.

A pesar de que los resultados obtenidos y mostrados en la Figura 4.10(d), muestran la concentración de vanadio en todos los puntos señalados. Sin embargo, los ensayos de microdureza realizados muestran un incremento en el valor de microdureza, este efecto de endurecimiento de la aleación por un proceso de envejecido este asociado a la precipitación de partículas  $\alpha_2$  nanométricas [13].

Por lo tanto, la presencia de vanadio en los puntos analizados está asociado a la dificultad de analizar de manera precisa las zonas donde se visualizan las partículas  $\alpha_2$ .

Las probetas envejecidas a 545 °C por 300 horas (Figura 4.11(a)) y 400 horas (Figura 4.11(b)) se observa la segregación y concentración de las partículas que se aloja cerca de los límites de granos donde se observa un incremento en el tamaño de las colonias de la fase  $\beta$ .

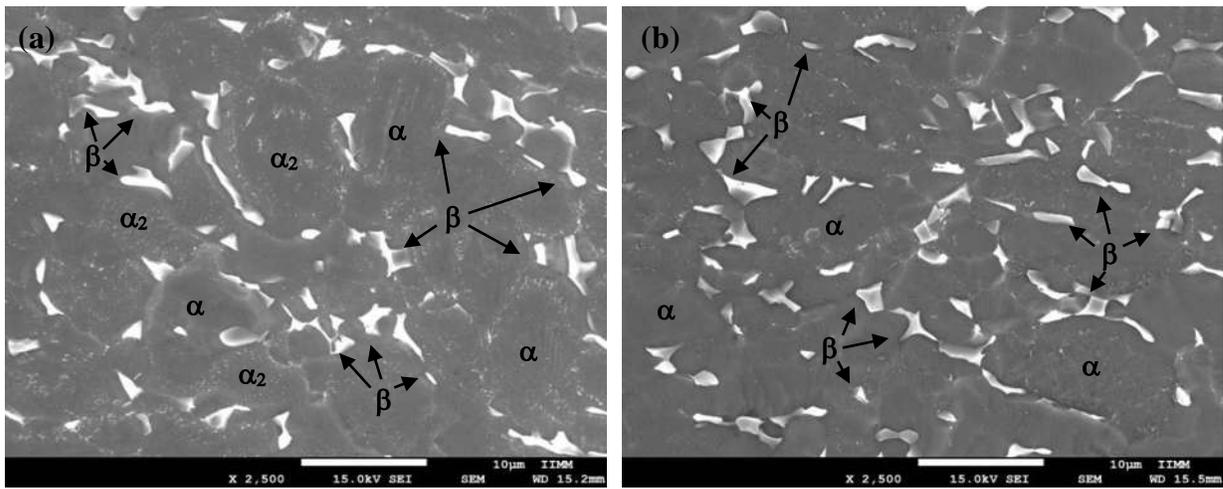


Figura 4. 11 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante (a) 300 y (b) 400 horas

A magnificaciones mayores se observa el cómo segregan hacia los límites de grano formando pequeñas colonias alargadas, y a tiempos mayores se aprecia una menor cantidad de partículas y un aumento en la fracción volumétrica de la fase  $\beta$  como se muestra en la Figura 4.12. En el interior de los granos de la matriz  $\alpha$  se nota una disminución en la cantidad de partículas dispersas.

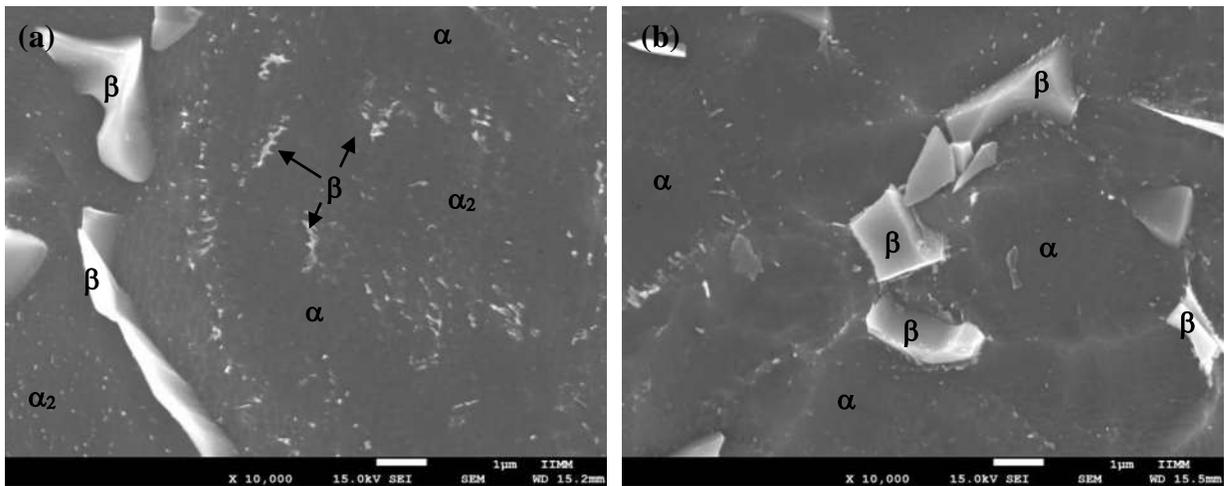


Figura 4. 12 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante (a) 300 y (b) 400 horas.

La Figura 4.13(a) muestra una imagen MEB a gran magnificación donde se observan pequeñas partículas  $\beta$  intergranulares segregadas hacia los límites de grano  $\alpha$  donde se acumulan la fase  $\beta$ .

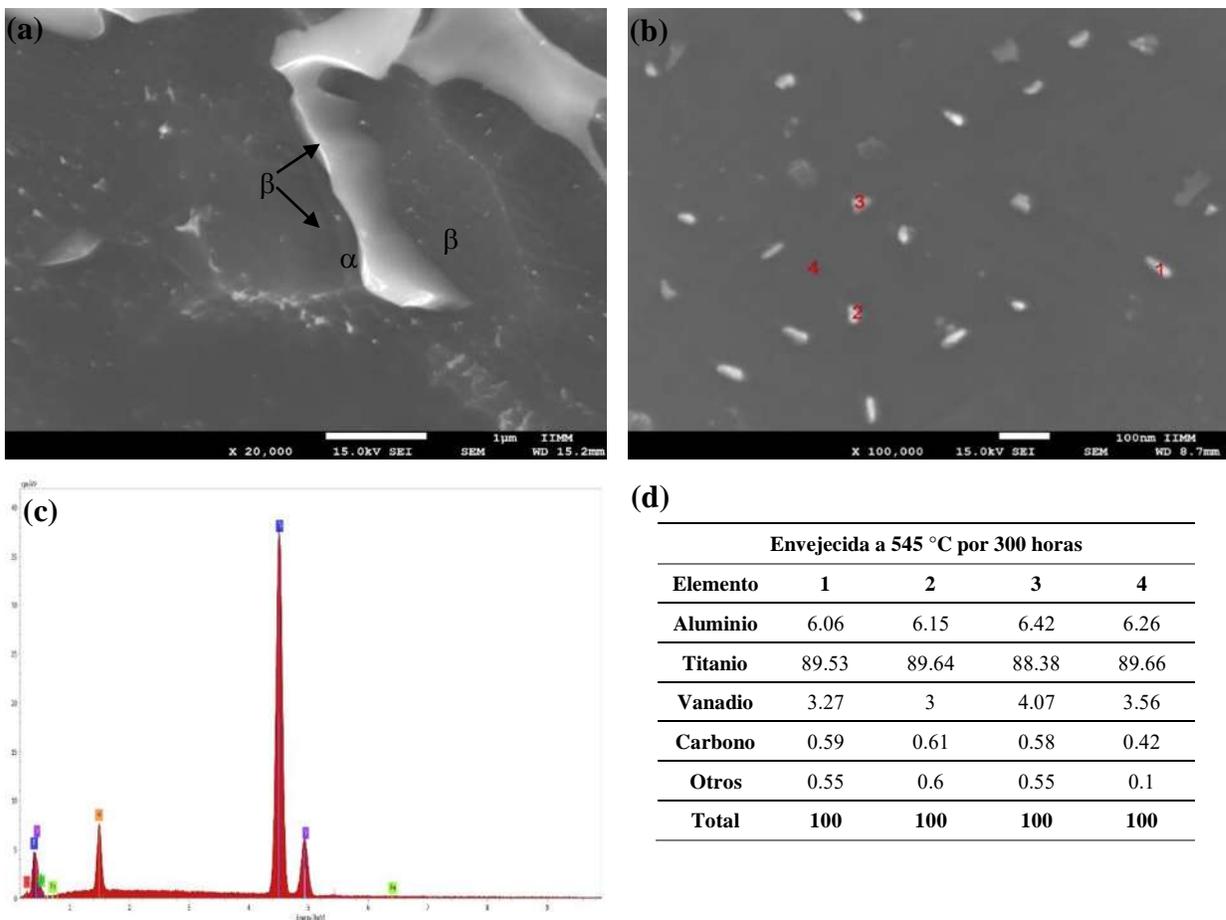


Figura 4. 13 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 545 °C durante 300 horas.

Se realizaron microanálisis puntuales en la probeta envejecida durante 300 horas (Figura 4.13(b)) a 545 °C, se analizaron puntos representativos observados en la probeta señalados con los números 1,2 y 3, los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.13(d) además la Figura 4.13(c) se muestra el EDS correspondiente al punto señalado con 1.

Los resultados muestran la presencia de vanadio los puntos analizados en la probeta de 300 horas, sin embargo, los ensayos de microdureza muestran una disminución en el valor de microdureza en comparación con la probeta envejecida a 220 horas donde se alcanza la mayor saturación y distribución de partículas precipitadas, este fenómeno de disminución en la dureza debido a un proceso de sobre envejecido, aumentando el tamaño y disminuyendo la cantidad de partículas precipitadas  $\alpha_2$  [50].

En la Figura 4.14 se muestra la evolución de la microestructura en función del tiempo de envejecido a 545 °C. A etapas tempranas de envejecido, en una 1 hora se observa que la microestructura presenta la formación de pequeñas partículas constituidas por la fase  $\beta$  distribuidas en el interior del grano de la matriz  $\alpha$ , al incrementar el tiempo de envejecido a tiempos inferiores a 220 horas se observa una disminución en la cantidad estas pequeñas partículas  $\beta$  dentro del grano de la matriz  $\alpha$  pero se nota en aumentos de la fracción volumétrica de  $\beta$ , lo que indica que algunas de estas partículas distribuidas en el interior se segregan hacia los límites de grano donde se encuentra segregada y concentrada la fase  $\beta$ , además se observa que las partículas que se mantiene en el interior del grano de la matriz  $\alpha$  tienden a tomar una distribución homogénea, mientras que a 220 horas de envejecido podemos observar un refinamiento en la distribución de las pequeñas partículas  $\beta$  además se pueden presentar zonas donde las partículas crecen y comienzan a concentrarse en la zona central de los granos de la matriz fase  $\alpha$ , mientras que a tiempos superiores de envejecido a 220 horas, como en la probeta sostenida a 400 horas podemos observar un aumento en el tamaño y concentración de partículas en la zona central de los granos de la matriz  $\alpha$  [51, 52]. De manera similar en la Figura 4.15 se muestra la evolución de la microestructura sometida a una temperatura de envejecido de 600 °C, presenta un compartimiento similar a la microestructura envejecida a 545 °C, sin embargo, la fracción volumétrica de  $\beta$ , presenta un mayor porcentaje, además a tiempos superiores a 220 horas, las partículas  $\alpha_2$  y  $\beta$  tienden a crecer y concentrarse en las zonas centrales de los granos de la matriz  $\alpha$ .

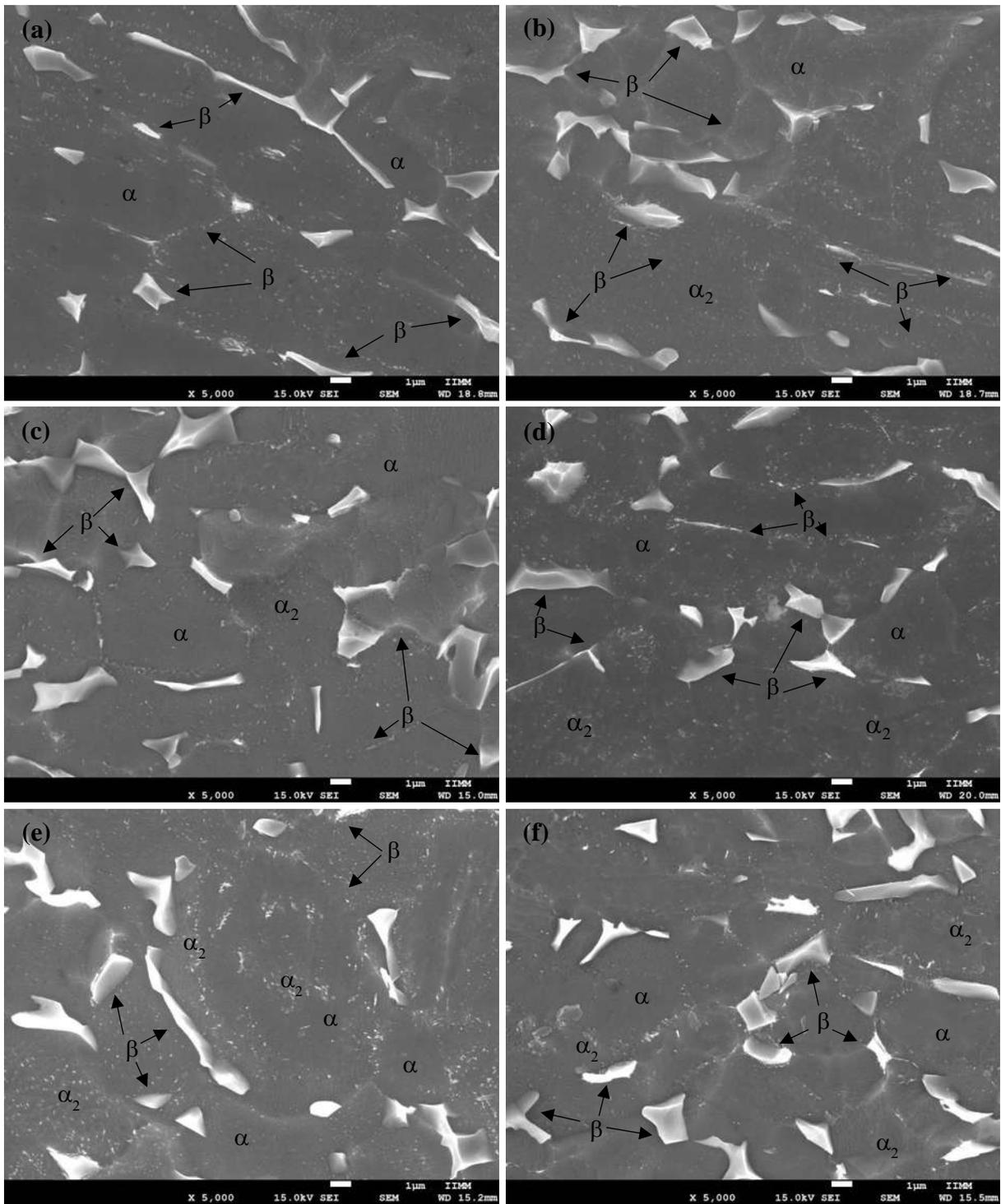


Figura 4. 14 Imágenes de MEB de la microestructura equiaxial con tratamiento térmico de envejecido a una temperatura de 545 °C a (a) 1 hora, (b) 50, (c) 150, (d) 220, (e) 300 y (f) 400 horas.

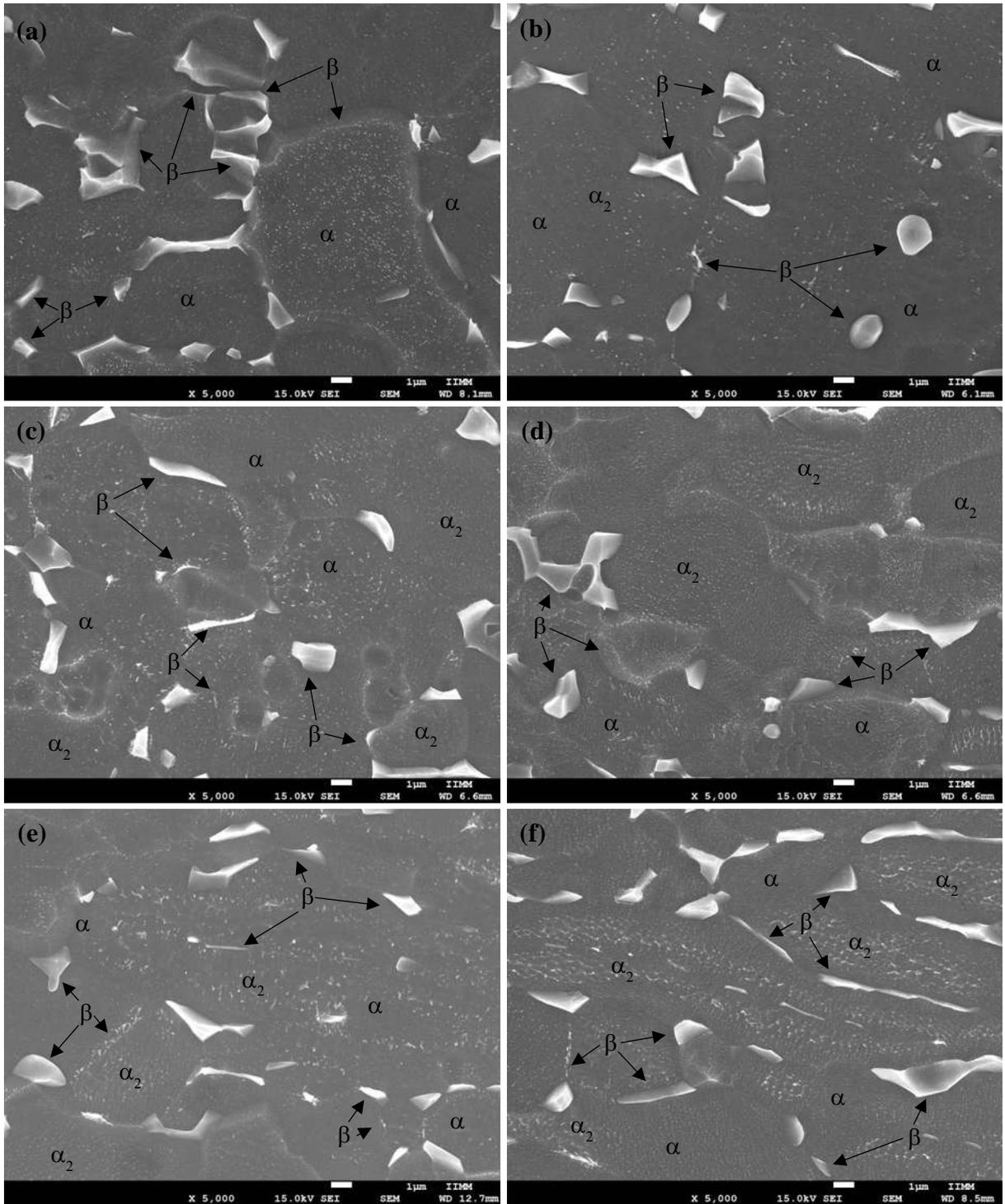


Figura 4. 15 Imágenes de MEB de la microestructura equiaxial con tratamiento térmico de envejecido a una temperatura de 600 °C a (a) 1 hora, (b) 50, (c) 150, (d) 220, (e)300 y (f) 400 horas.

La probeta envejecida a 600 °C por 1 hora no muestra variación significativa en comparación con la condición sin envejecer como se muestra en la Figura 4.16(a), sin embargo, con el caso similar la probeta sin tratamiento de envejecido pareciese existir la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$

dentro de los granos de  $\alpha$ , los resultados de microanálisis puntuales de acuerdo con la Figura 4.16(b) son mostrados en la Figura 4.16(d) y la Figura 4.16(c) muestra el EDS de la zona señalada con 1, las descartan como partículas precipitadas  $\alpha_2$ .

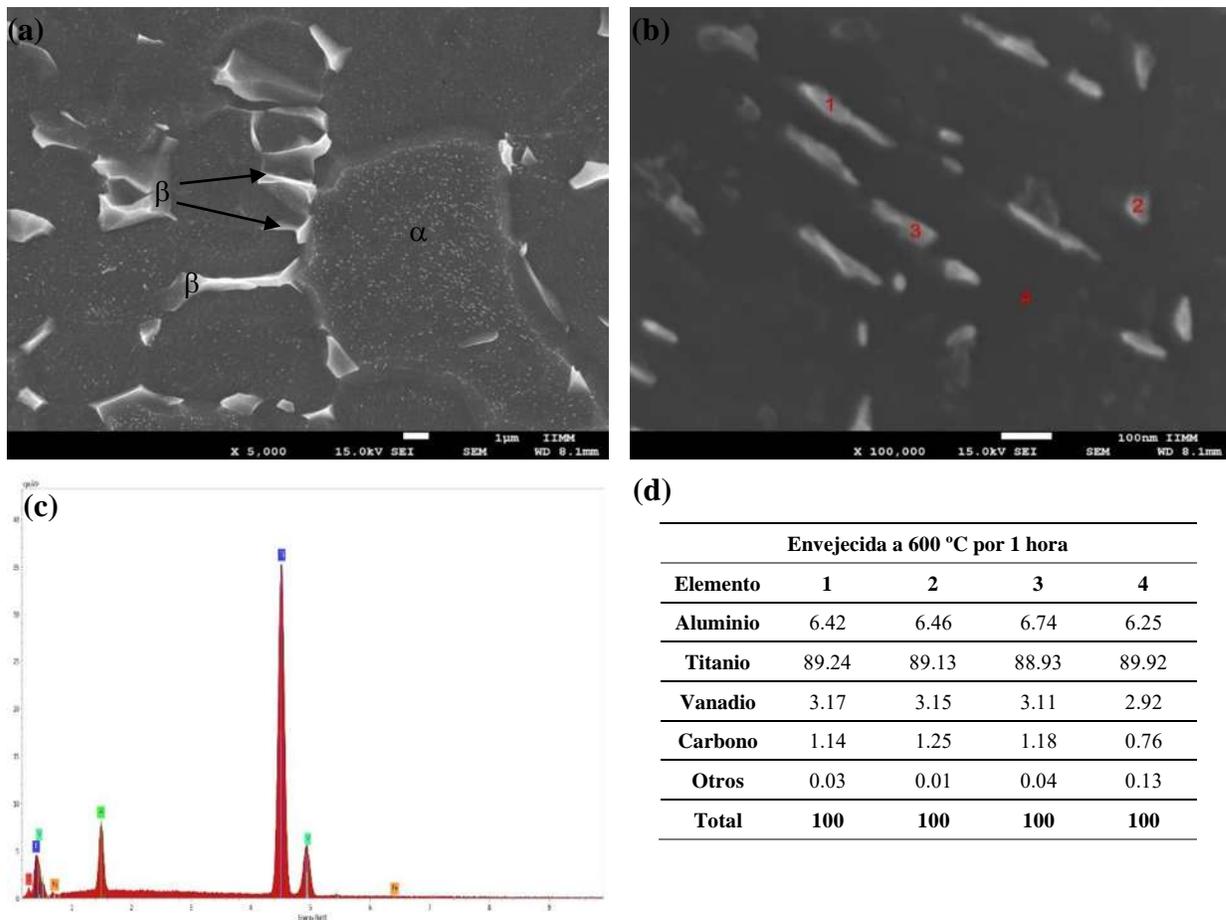


Figura 4. 16 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C por 1 hora.

La probeta envejecida a 600 °C durante 50 horas presenta la microestructura mostrada en la Figura 4.17(a), de manera similar, se observaron pequeñas partículas  $\beta$  dispersas dentro de la fase  $\alpha$ , microanálisis puntuales descartan que sean partículas precipitadas  $\alpha_2$ .

Los resultados obtenidos de los microanálisis puntuales realizados acorde a la Figura 4.17(b) se muestran en la Figura 4.17(d), la concentración de vanadio y aluminio en los puntos analizados presentan una muy ligera variación, por lo que no se puede confirmar que sean partículas precipitadas  $\alpha_2$ . La Figura 4.16(c) muestra el EDS de la zona señalada con 1.

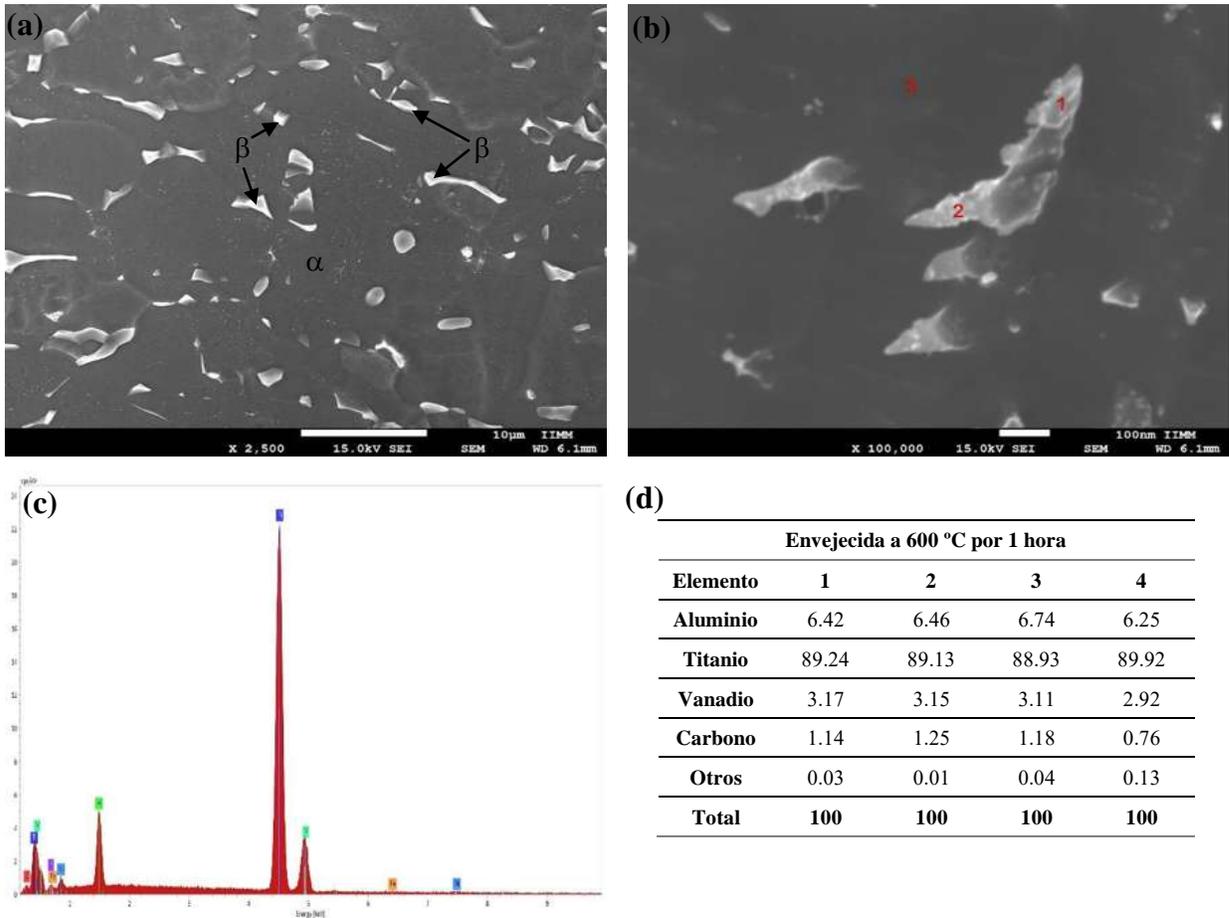


Figura 4. 17 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 50 horas.

La probeta envejecida por 150 horas a una temperatura de 600 °C se muestra en la Figura 4.18(a), se aprecia que las pequeñas partículas  $\beta$  comienzan a aumentar de tamaño y, además, estas empiezan a concentrarse en el centro de los granos de fase  $\alpha$ .

Se realizaron microanálisis puntuales en distintas zonas del material, en la Figura 4.18(c) se muestran los puntos donde se realizaron los microanálisis puntuales, los 1 y 2 son representativos de las pequeñas partículas distribuidas dentro de la fase  $\alpha$ , además la Figura 4.18(c) muestra el EDS de la zona señalada con 1, los resultados se muestran en la Figura 4.18(d).

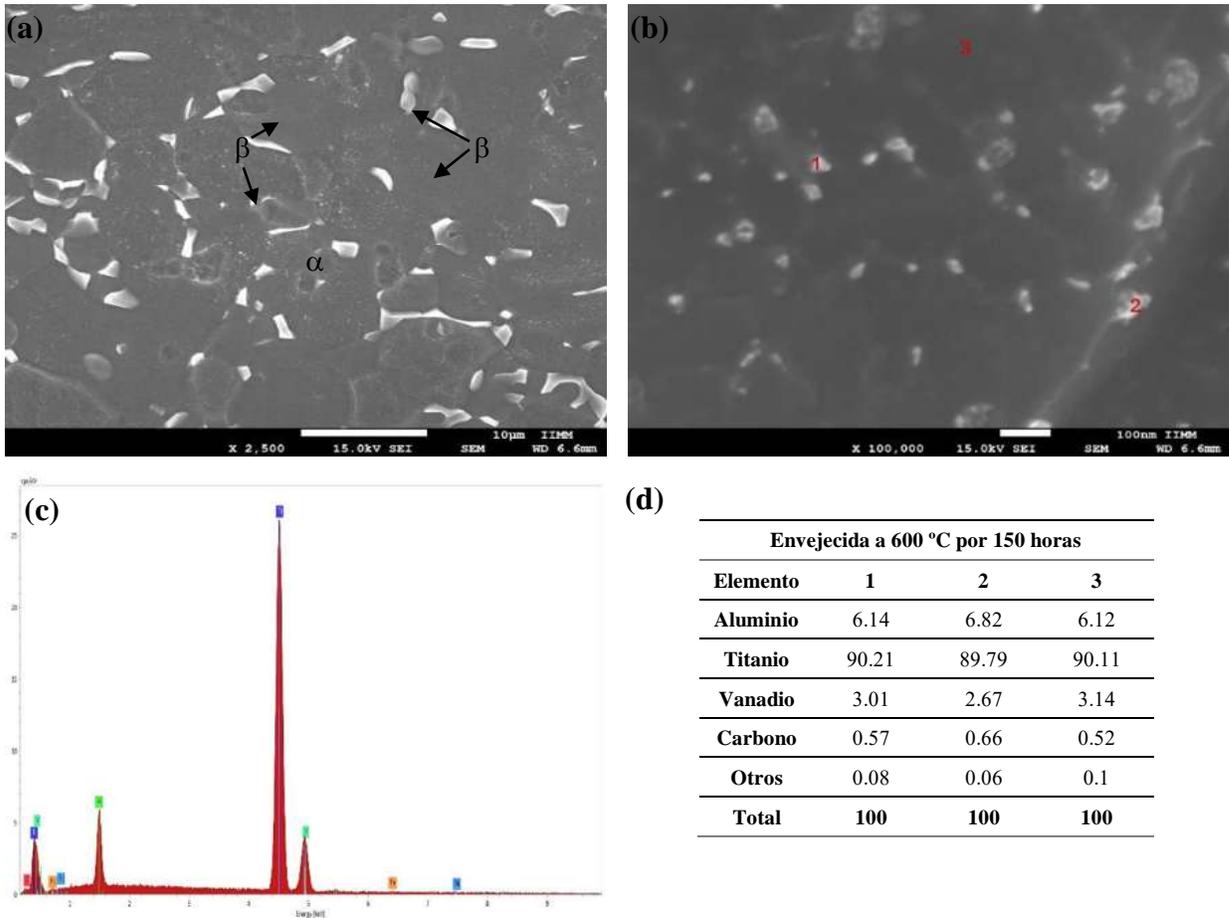


Figura 4. 18 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 150 horas.

La Figura 4.19 muestra la microestructura obtenida al envejecer durante 220 horas, observa una distribución homogénea de las pequeñas partículas  $\beta$  dentro de los granos de  $\alpha$ , además se puede observar que hay zonas en las cuales comienzan a concentrarse partículas con mayor tamaño hacia el centro de los granos de fase  $\alpha$ , y estas presentan un mayor tamaño a las partículas dispersas homogéneamente. Cuando las partículas se concentran en el centro de los granos de fase  $\alpha$  puede apreciarse que en las regiones cercanas a los límites de grano una notable disminución en la cantidad y tamaño de estas partículas, dando lugar a la formación de colonias masivas de  $\beta$ , en el centro o estas se segregan hacia los límites de grano [51].

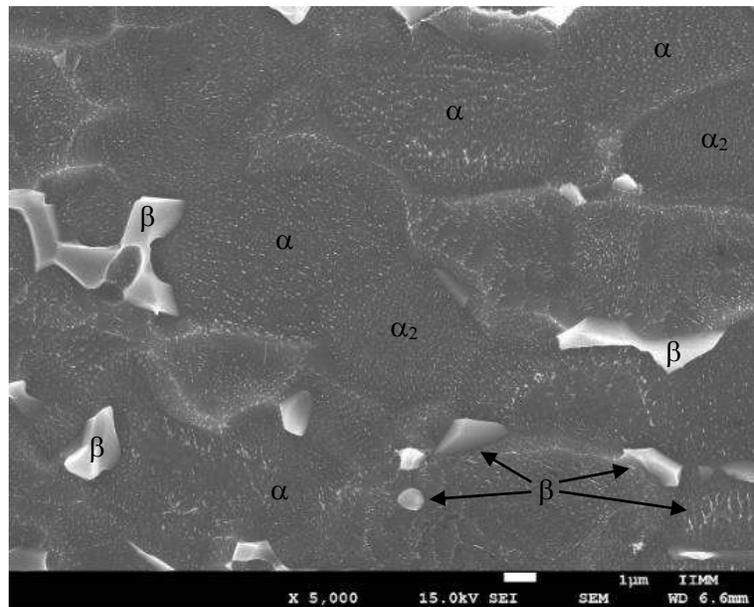


Figura 4. 19 Imagen de MEB de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 220 horas.

La Figura 4.20(a) se pueden observar zonas donde comienzan a concentrarse en el centro de los granos de la matriz  $\alpha$  y puede apreciarse que estas articulas tienen un tamaño más grande en comparación con las que se encuentran distribuidas de manera uniforme.

La Figura 4.20(d) muestra los resultados obtenidos de los microanálisis puntuales correspondientes a los puntos 1,2,3 señalados en la Figura 4.20(b), es importante destacar que las pequeñas partículas (gris claro) presentan una distribución uniforme a mayores magnificaciones. Los puntos identificados como 1 y 2 son representativos de las pequeñas partículas dispersas dentro los granos de la matriz  $\alpha$ , estos muestran una concentración ligeramente a mayor al punto identificado como 3, el cual corresponde a la matriz  $\alpha$ , sin embargo, los microanálisis puntuales realizados a los 3 punto presentan concentraciones similares de vanadio, por lo que no se puede confirmar por microanálisis puntuales que alguno de los puntos analizados sean partículas precipitadas  $\alpha_2$ . además, la Figura 4.20(c) muestra el EDS de la zona señalada con 1.

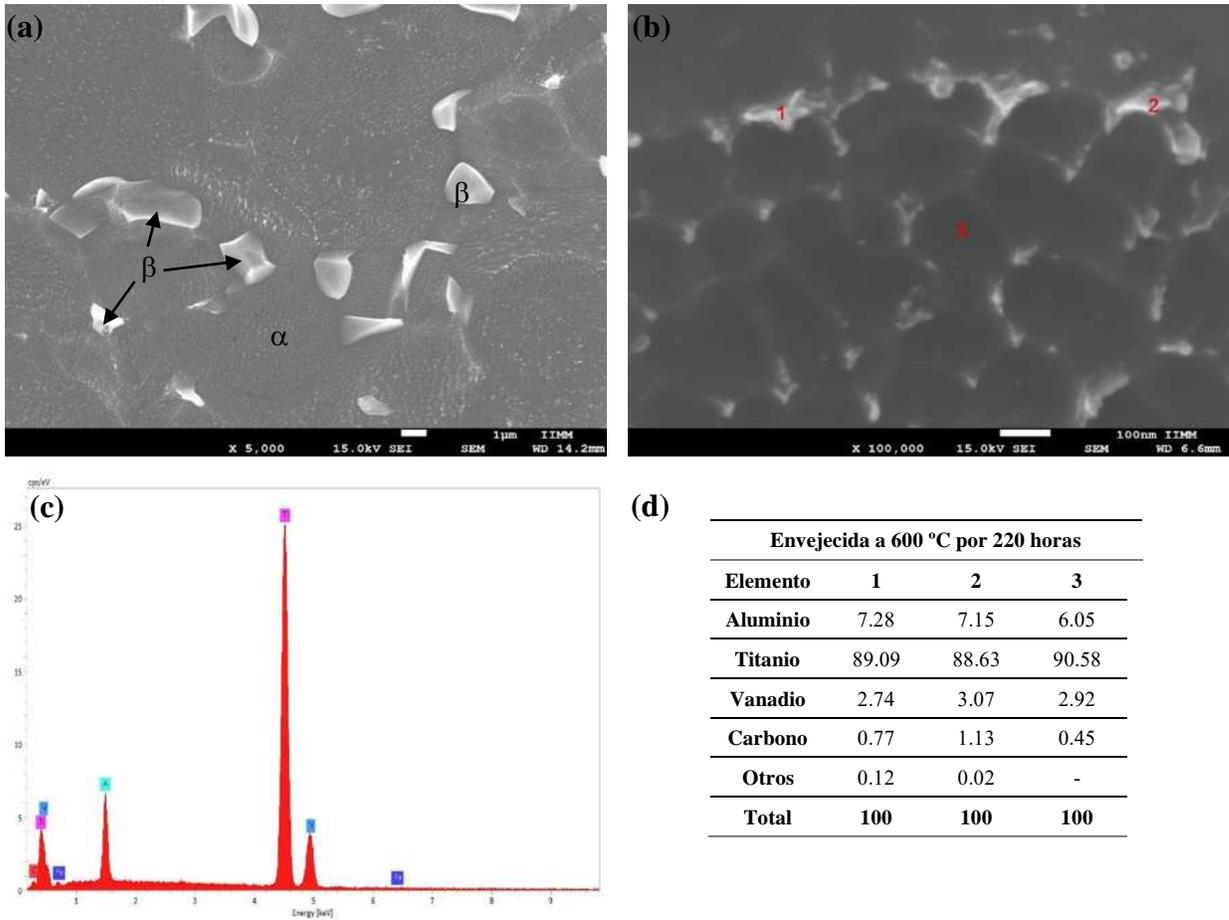


Figura 4. 20 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 220 horas.

Los precipitados  $\alpha_2$  son de carácter benéfico para el comportamiento mecánico [2, 11, 23, 48, 51], estas tienen un efecto endurecedor en la aleación Ti-6Al-4V por lo que aumento en la microdureza de la probeta muestra la presencia de estos precipitados, sin embargo el tamaño nanométrico de estas partículas  $\alpha_2$  hace complejo y complicado la observación mediante técnicas de barrido y por lo tanto, los microanálisis de los puntos deseados es afectado por la zona de estudio, ya que, debido al tamaño nanométrico de la partícula  $\alpha_2$  son afectados por el área circundante al precipitado  $\alpha_2$  (granos de matriz  $\alpha$ ). La probeta envejecida a 600 °C por 400 horas provoco una notable concentración en la zona céntrica de los granos de la matriz  $\alpha$ . Además, como se muestra en la Figura 4.21(a) las pequeñas partículas incrementaron su tamaño en comparación con tiempo inferiores de envejecido, además hay una notoria concentración en zonas centrales de los granos de la matriz  $\alpha$ . El aumento de fracción volumétrica de fase  $\beta$ , el aumento de tamaño y disminución en la cantidad de partículas precipitadas  $\alpha_2$  debido a un proceso de sobre-envejecido tiene un efecto

adverso en las propiedades mecánicas observado durante el presente estudio [11, 53]. Al realizar ensayos de microdureza a la probeta envejecida durante 400 horas se obtuvo un valor de microdureza inferior a la obtenida a 220 horas de envejecido donde se alcanzó el valor máximo de microdureza en el presente estudio.

La fase  $\beta$  presenta mayor estabilidad a altas temperaturas, lo que promueve su formación, de acuerdo a la Figura 4.21(b) se realizaron microanálisis en los puntos señalados y los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.21(d) y la Figura 4.21(c) muestra el EDS de la zona identificada con 1, como se puede observar, similar a los microanálisis puntuales realizados en los tiempos de envejecidos anteriores, no se puede confirmar la que los puntos 1 y 2 sean partículas precipitadas  $\alpha_2$  debido a la presencia de vanadio, característico por estabilizar la fase  $\beta$  en la aleación como elemento betageno.

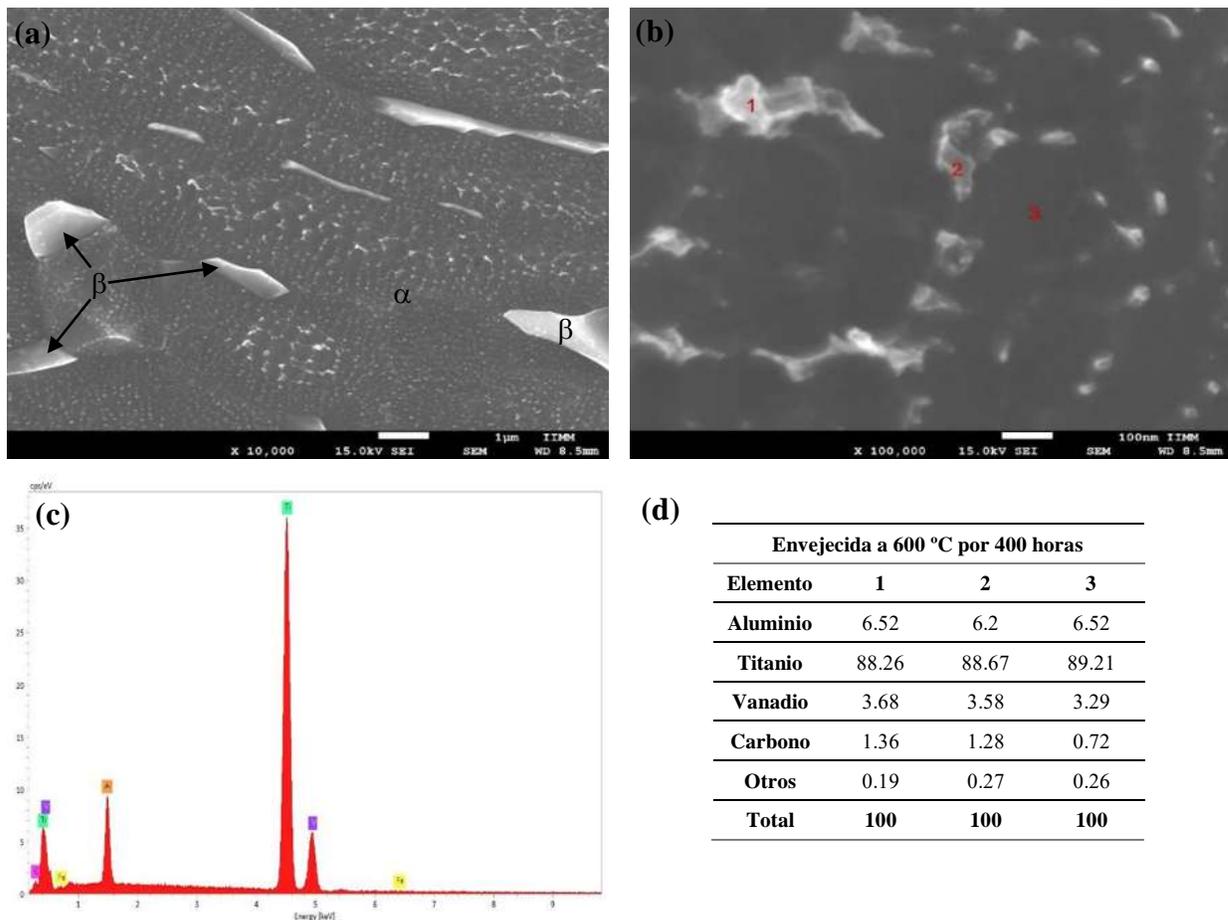


Figura 4. 21 (a)Imagen de MEB, (b)microanálisis puntuales, (c)EDS correspondiente a la zona señalada con el número 1 y (d) Resultados de microanálisis puntuales (% atómico) obtenidos de la microestructura equiaxial envejecida a 600 °C durante 400 horas.

El incremento de la fracción volumétrica de  $\beta$  además del incremento del tamaño, disminución de la cantidad y la distribución de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  impacta en las propiedades mecánicas de la aleación, lo cual conlleva un decremento en la microdureza, esto debido a un proceso de sobre-envejecido de la aleación estudiada [11, 53]. El tratamiento térmico de envejecido sometido a 600 °C a la microestructura equiaxial, dio origen a la precipitación de partículas  $\alpha_2$ , teniendo una clara influencia en la microdureza de las probetas, en tiempos inferiores a 220 horas se presenta un incremento en la dureza, al sobrepasar las 220 horas se produce el efecto de sobre envejecido impactando de manera negativa en comportamiento mecánico de la aleación [12, 51]. El tamaño nanométrico de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  complican su visualización en técnicas de MO y MEB [13, 49]. En cuando a las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , las mayores componentes de la aleación sufren ligeros cambios en función del tiempo de envejecido como se muestra en la Figura 4.22, se observa una leve tendencia en el incremento de la fracción volumétrica de  $\beta$ , por lo tanto, habrá un ligero decremento en la fracción volumétrica de la fase  $\alpha$ . Sin embargo en cuanto a morfología no existen cambios destacables, pero es importante mencionar que a etapas tempranas debido al método de enfriamiento lento en horno, se presenta una difusión de vanadio, elemento estabilizador de la fase  $\beta$ , por lo tanto pequeñas partículas son retenidas de manera dispersa al interior de los granos de la fase matriz  $\alpha$ , la cuales con el aumento en tiempo de envejecido se segrega hacia los límites de grano  $\alpha$  donde se acumula la fase  $\beta$  en microestructuras equiaxial [12, 48, 54].

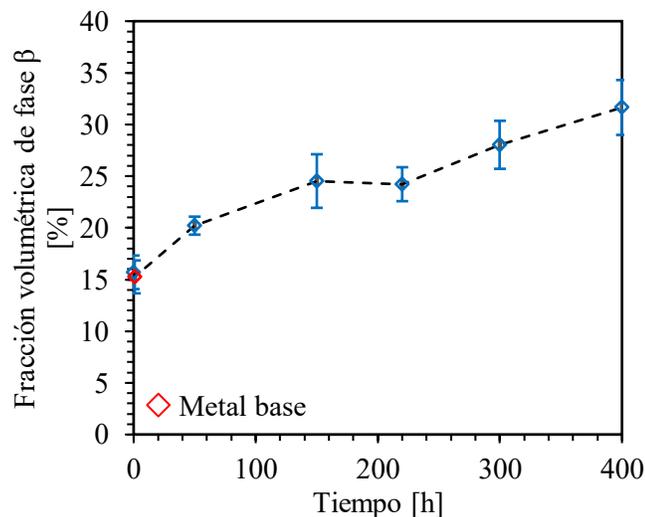


Figura 4. 22 Comportamiento de la fracción volumétrica de la fase  $\beta$  en función del tiempo de envejecido a 600 °C.

Como se muestra en la Tabla 4.1 donde se muestran los resultados de los análisis semicuantitativos aplicados a las distintas probetas envejecidas a 600 °C, se tiene un incremento en la fase  $\beta$ , pero al

llegar a 220 horas se estabiliza la fracción volumétrica de  $\beta$  y después de este punto la tendencia continúa incrementando. La condición sin envejecer presenta un porcentaje de 15.7% incrementando hasta 24.5% a 150 horas donde se mantiene hasta después de 220 horas, y continúa incrementando hasta un 31.65% de fracción volumétrica de  $\beta$ .

**Tabla 4. 1** Porcentaje de fracción volumétrica de fase  $\beta$  en los distintos tiempos de envejecido a 600 °C.

| Condición                        | Sin envejecer |           |           | Envejecidos |           |         |           |
|----------------------------------|---------------|-----------|-----------|-------------|-----------|---------|-----------|
| Tiempo de envejecido [h]         | 0             | 1         | 50        | 150         | 220       | 300     | 400       |
| Fracción volumétrica $\beta$ [%] | 15.7±1.62     | 15.3±1.59 | 20.2±0.87 | 24.5±2.59   | 24.2±1.64 | 28±2.32 | 31.6±2.66 |

En tiempos superiores a 220 horas, se notó un incremento en la concentración y tamaño de las colonias ubicadas en los límites de grano de la matriz.

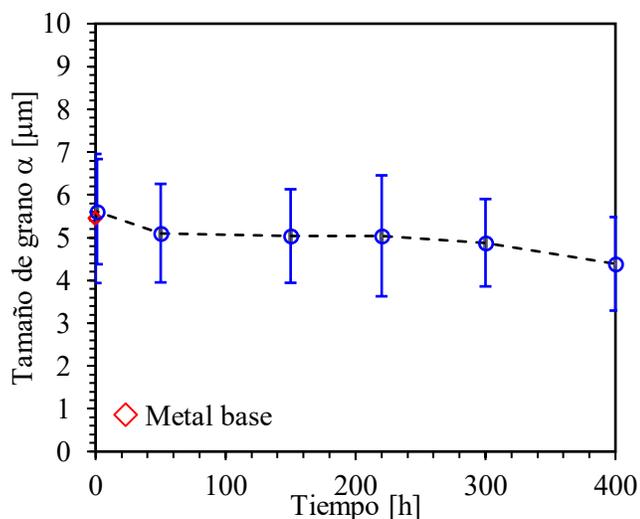


Figura 4. 23 Comportamiento del tamaño de grano de la fase  $\alpha$  en función del tiempo de envejecido a 600 °C.

Además se midió el tamaño de grano a través de los distintos de tiempo de envejecido, en la Figura 4.23 se puede observar un tendencia la disminución del tanto del grano de  $\alpha$  con el incremento de tiempo de envejecido, es importante mencionar que el tamaño de grano considera la fase  $\beta$  que se concentra en los límites de grano, por lo tanto, con el incremento de la fase  $\beta$ , es lógico que el tamaño de grano  $\alpha$  disminuya, es decir, la fracción volumétrica  $\beta$  y el tamaño de grano  $\alpha$  tenga un

comportamiento inverso, sin embargo la reducción en el tamaño de grano  $\alpha$  no es proporcional incremento de fase  $\beta$  [55].

La condición sin envejecer tiene un tamaño de grano promedio de 5.5  $\mu\text{m}$  y fracción volumétrica de 15.7%, con el aumento del tiempo de envejecido este se reduce hasta 5.04  $\mu\text{m}$  y se mantienen así, de manera similar como la fracción volumétrica de  $\beta$ , y continúa disminuyendo después de 220 horas hasta alcanzar el valor mínimo medido de 4.4  $\mu\text{m}$  y la mayor fracción volumétrica  $\beta$  de 31.65%. La reducción del tamaño de grano no es tan significativa en comparación con el incremento de la fracción volumétrica, ya que cuando el grano apenas presenta una variación de 1  $\mu\text{m}$ , la fracción volumétrica de un 15% total [13, 49, 56, 57]. El tamaño de grano  $\alpha$  se ve reducido en función del tiempo de envejecido ya que la fracción volumétrica de  $\beta$  aumenta, esta segrega y se acumula en los límites de grano  $\alpha$ , por lo tanto, con el incremento de la fracción volumétrica  $\beta$  se obtiene una aparente reducción en el tamaño de grano  $\alpha$ .

En cuanto al tratamiento de envejecido con una temperatura de 545 °C, se precipitaron partículas  $\alpha_2$ , influyendo en la microdureza de las probetas en sus distintas condiciones, de manera similar al tratamiento a 600 °C, en tiempos inferiores a 220 horas se tiene una tendencia de incremento en la dureza, pero al sobrepasar las 220 horas la aleación cambio su tendencia, y esta decreta la microdureza en función del tiempo de envejecido, esto debido al efecto de sobre envejecido, por lo tanto, el comportamiento de la dureza es similar en ambas temperaturas de sobre-envejecido como ha sido reportado por Gutiérrez-Vargas y Gheysarian [10, 53].

En la Figura 4.24 se observa en comportamiento al envejecer la aleación a 545 °C, se tiene un comportamiento estable en cuanto a las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , después de 150 horas existe un incremento en el porcentaje de fase  $\beta$ , al llegar a 220 horas obtenemos una alta concentración de fase  $\beta$  como se observa, obteniendo un porcentaje de 28.13%, después de este tiempo, se mantiene el porcentaje de fracción volumétrica de  $\beta$  en un 28% aproximado hasta 300 horas, tiempos posteriores se tiene un incremento de la fracción volumétrica de fase  $\beta$ , donde la pendiente de incremento es muy poco pronunciada, de manera similar, el porcentaje de  $\alpha$  es inversamente proporcional al de la fase  $\beta$ . La morfología se mantiene similar en todos los tiempos de envejecido además debido al método de enfriamiento, se presenta el fenómeno de dispersión de pequeñas partículas de  $\beta$  asociadas a la difusión del vanadio las cuales segregan hacia los límites de grano [11, 12].

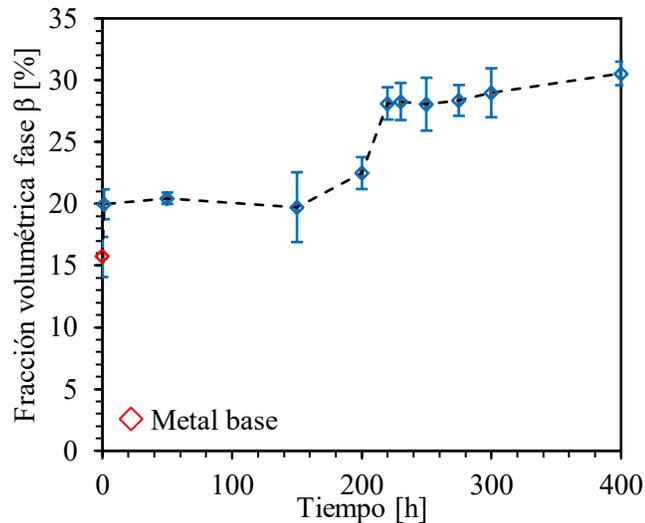


Figura 4. 24 Comportamiento de la fracción volumétrica de fase  $\beta$  en función del tiempo de envejecido a 545 °C.

La Tabla 4.2 muestra los resultados semicuantitativos de las probetas en sus distintas condiciones envejecidas a 545 °C, se tiene un comportamiento estable en la fracción volumétrica fase  $\beta$  hasta llegar a 200 horas cuando incrementa hasta 22.48%.

**Tabla 4. 2** Porcentaje de fracción volumétrica de fase  $\beta$  en los distintos tiempos de envejecido a 545 °C.

| Condición     | Tiempo de envejecido [h] | Fracción volumétrica $\beta$ [%] |
|---------------|--------------------------|----------------------------------|
| Sin envejecer | 0                        | 15.70 ± 1.62                     |
|               | 1                        | 19.96 ± 1.21                     |
|               | 50                       | 20.45 ± 0.46                     |
|               | 150                      | 19.73 ± 2.83                     |
|               | 200                      | 22.48 ± 1.29                     |
| Envejecido    | 220                      | 28.13 ± 1.31                     |
|               | 230                      | 28.28 ± 1.50                     |
|               | 250                      | 28.06 ± 2.14                     |
|               | 275                      | 28.37 ± 1.25                     |
|               | 300                      | 28.98 ± 1.98                     |
|               | 400                      | 30.55 ± 0.95                     |

pero al llegar a 220 horas se obtiene un rápido incremento hasta llegar a 28.13% y manteniéndose casi constante hasta las 300 horas con un porcentaje de 28.98%, en tiempos posteriores se tiene una leve tendencia de incremento, obteniendo un máximo de porcentaje de fase  $\beta$  de 30.25% en un tiempo de envejecido de 400 horas, tiempo máximo de envejecido analizado en el presente trabajo de investigación.

De manera similar, en tiempos superiores a 220 horas, el incremento en la concentración y tamaño de las colonias ubicadas en los límites de grano de la matriz  $\alpha$  es notable.

En la Figura 4.25, se muestra el tamaño de grano en función del tiempo de envejecido, se observa una tendencia de disminución en el tamaño de grano  $\alpha$  de manera general, el tamaño de grano  $\alpha$  considera la fase  $\beta$  como el límite de grano, por lo tanto, al incrementar la fase  $\beta$  se tienen una disminución en el tamaño de grano  $\alpha$ . La fracción volumétrica  $\beta$  y el tamaño de grano  $\alpha$  presentan un comportamiento inverso a cuanto porcentaje y tamaño de grano, respectivamente. Además, se observa un comportamiento irregular en la zona comprendida por los tiempos de 150 y 275 horas, donde en conjunto con las mediciones de fracción volumétrica de  $\beta$ , se tiene incremento de 150 hasta 200 horas y disminuye en tiempos superiores a 220 e inferior a 300 horas de la fracción volumétrica, observando un comportamiento inverso en la medición del tamaño de grano  $\alpha$  [49, 55, 57].

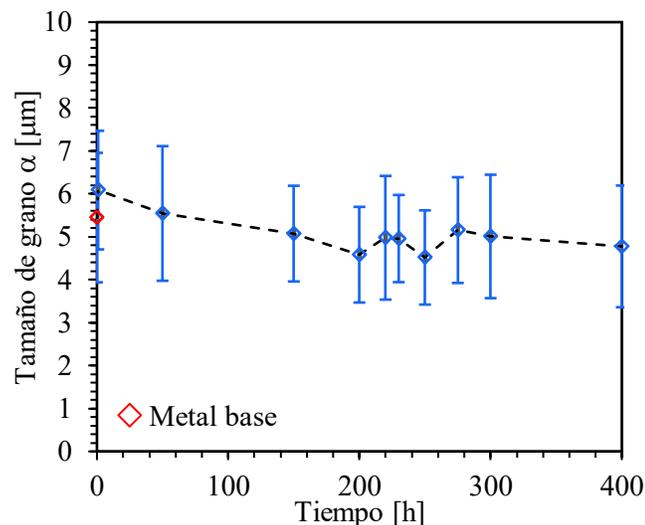


Figura 4. 25 Comportamiento del tamaño de grano de la fase  $\alpha$  en función del tiempo de envejecido a 545 °C.

Como se mencionó anteriormente, la microestructura equiaxial sin envejecer presenta las siguientes características con un tamaño de grano promedio de 5.5  $\mu\text{m}$  y fracción volumétrica de 15.7%, a una temperatura de envejecido de 545 °C, inmediatamente después de 1 hora de envejecido el tamaño de grano aumenta en comparación con el tamaño de grano obtenido en la condición sin envejecer, se registró el valor máximo de 6.09  $\mu\text{m}$ , el cual disminuye su tamaño en función de tiempo de envejecido el cual se reduce hasta un mínimo de 4.78  $\mu\text{m}$  obtenido al envejecer durante 400 horas, mientras que la fracción volumétrica incrementa hasta llegar a un máximo de 30.55%. En general, la tendencia del tamaño de grano  $\alpha$  disminuye mientras que la fracción volumétrica  $\beta$  incrementa

en función del tiempo de envejecido [57], consistente con los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación.

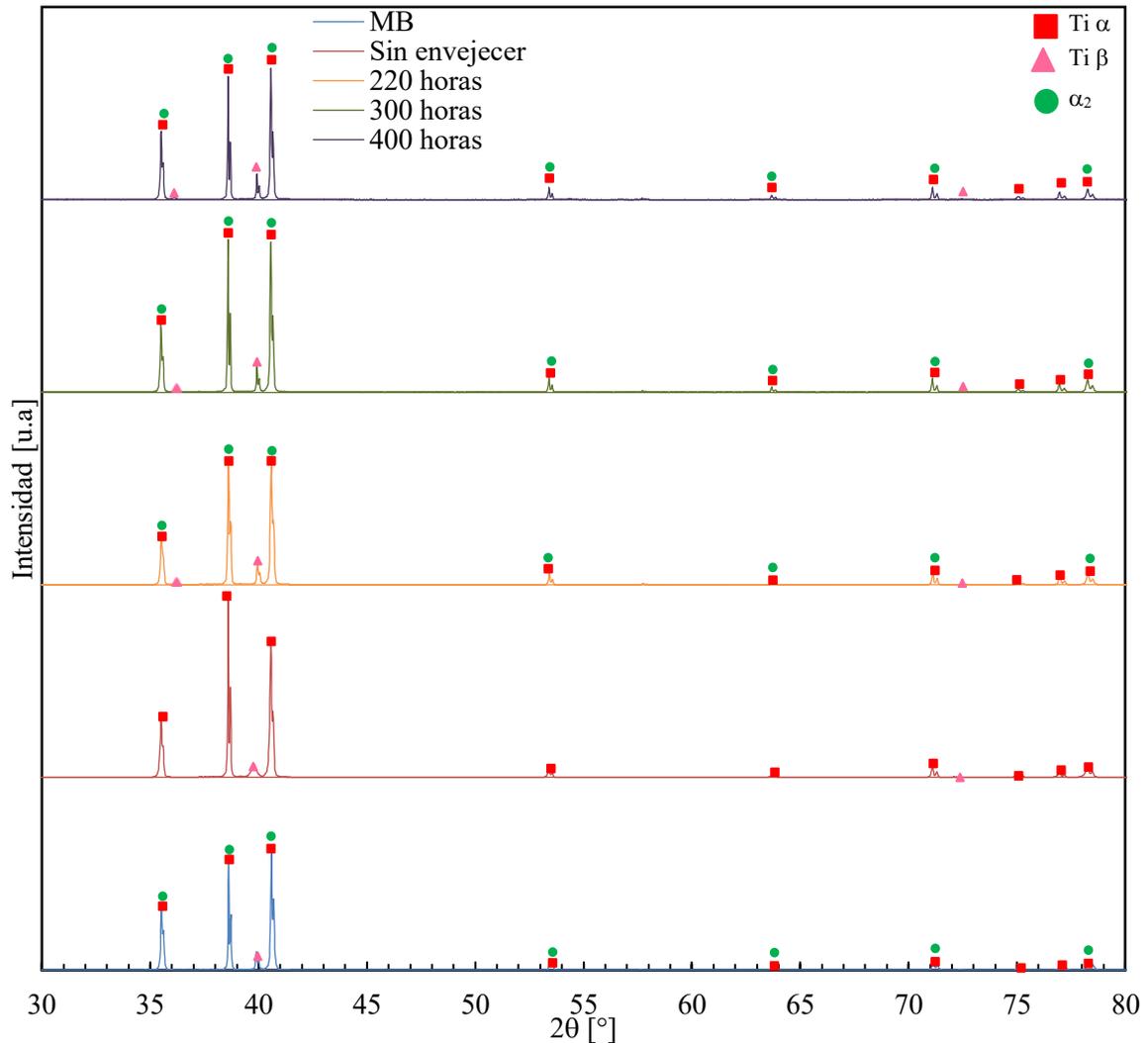


Figura 4. 26 Difractograma de la aleación Ti-6Al-4V en distintas condiciones obtenidas en una configuración de  $2\theta$  de 30 a 80°.

De acuerdo con los estudios realizados por Carreón y col. [13, 55] y Lee y col [23, 45] reportaron que la microestructura de granos equiaxiados sometidas a tratamientos de envejecido no presentan un cambio relevante en cuanto a la fracción volumétrica y tamaño de grano, manteniéndose dentro del rango de entre 90% y 91% de fracción volumétrica de la fase  $\alpha$  y un 10% y 9% de la fase  $\beta$ , mientras que el grano reportado presentaba un tamaño de 19  $\mu\text{m}$  promedio. En la presente investigación no se obtuvieron resultados similares en cuanto a tamaño de grano  $\alpha$  y fracción volumétrica  $\beta$ . Por lo tanto, el tamaño y fracción volumétricas de  $\alpha$  y  $\beta$  dependen de los procesos de fabricación, específicamente de la velocidad y modo de enfriamiento [12, 57].

La Figura 4.26 muestra los resultados de difracción de rayos X muestran los picos de difracción, los cuales, están bien definidos para cada una de las fases características de la aleación, la cual está compuesta primordialmente por las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , estas para de las probetas con las siguientes condiciones: metal base, sin envejecer, envejecidos a 220, 300 y 400 horas a 545 °C [58-60]. Se utilizaron las tarjetas JCPDS cards #44-1294 y JCPDS cards #44-1288, para la indexación de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , respectivamente.

Como se muestra en las Figuras 4.27 y 4.28, la fase  $\alpha$  predomina en la aleación, y esto concuerda con su composición, siendo la fase a la matriz. Además, se observa como con el aumento del tiempo de envejecido existe un incremento en la intensidad de los picos correspondientes a la fase  $\beta$ , esto es congruente con los análisis MEB donde se observó un incremento en la fracción volumétrica.

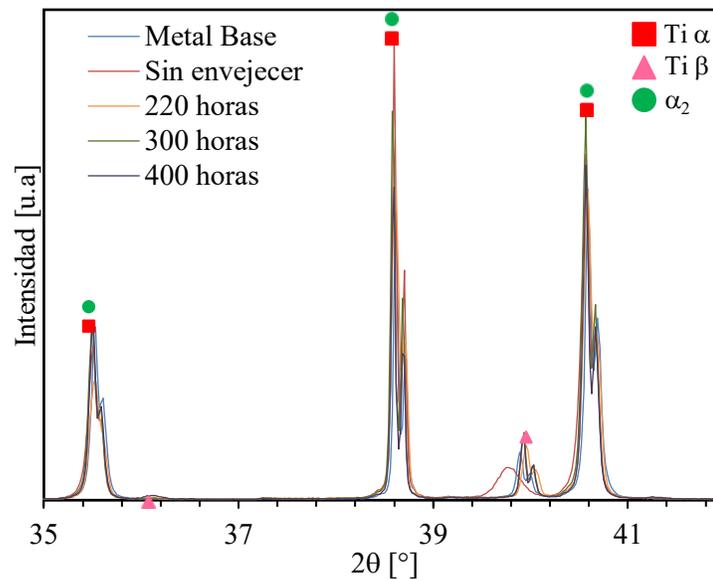


Figura 4. 27 Comparación de los difractograma en distintas condiciones con configuración de  $2\theta$  de 35 a 42°.

Como se observa en la zona  $2\theta$  comprendida entre 39.2 y 40.2° se observa la formación y definición del pico correspondiente a la fase  $\beta$ , el pico correspondiente incrementa y se desplaza hacia la derecha con el incremento del tiempo de envejecido en comparación con las condiciones de metal base y la condición sin envejecer, el corrimiento de picos está asociado a la afectación de la estructura cristalina, esta se ve afectada por el cambio en los parámetros de red, los cuales están asociados a la expansión de las partículas que conforman la red, y también a la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$ , al inicio del proceso de precipitación forman parte de la estructura

cristalina de manera coherente y al crecer generan distorsión en la red original, por lo tanto, las partículas precipitadas  $\alpha_2$  forman parte de la red de manera incoherente [61, 62].

En la Figura 4.28 se muestran los resultados de difracción del rango  $2\theta$ , de la zona característica donde existe la presencia de precipitados  $\alpha_2$  reportados en la literatura por diversos autores [63, 64]. Las partículas precipitadas  $\alpha_2$  presentan el mismo tipo de celda cristalina que la fase  $\alpha$ , fase matriz con celda unitaria tipo HCP, esto produce un efecto de traslape de picos [59, 62].

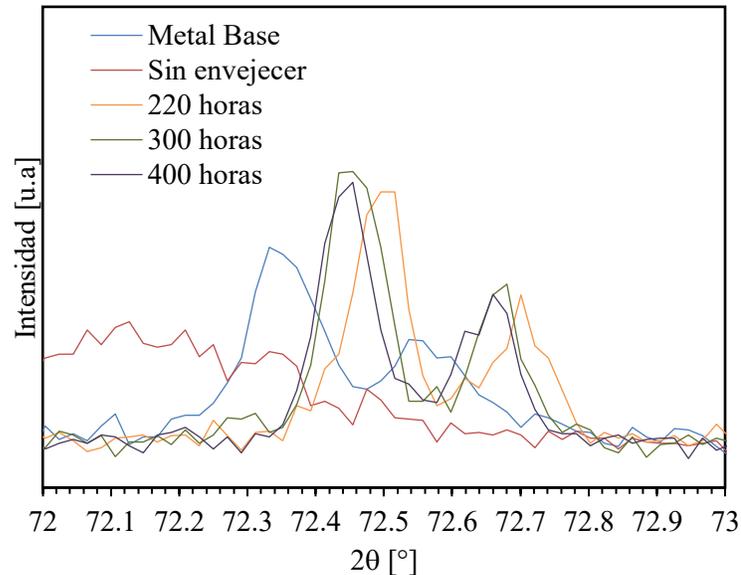


Figura 4. 28 Detalle de los picos de difracción representativos para las partículas precipitadas  $\alpha_2$ .

Como se muestra en la Figura 4.28, la condición de sin envejecer carece de partículas precipitadas  $\alpha_2$  mientras que las condiciones envejecidas a tiempos superiores a 220 horas cuentan con los picos característicos correspondientes a  $\alpha_2$  [59]. Es importante destacar que la condición de recibido (MB) cuenta con una microestructura compuesta por las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , asemejando a un arreglo equiaxial, sin embargo, se desconoce el procesamiento termo mecánico previo de la misma, pero sugiere la presencia de partículas  $\alpha_2$  de acuerdo con los resultados de difracción mostrados.

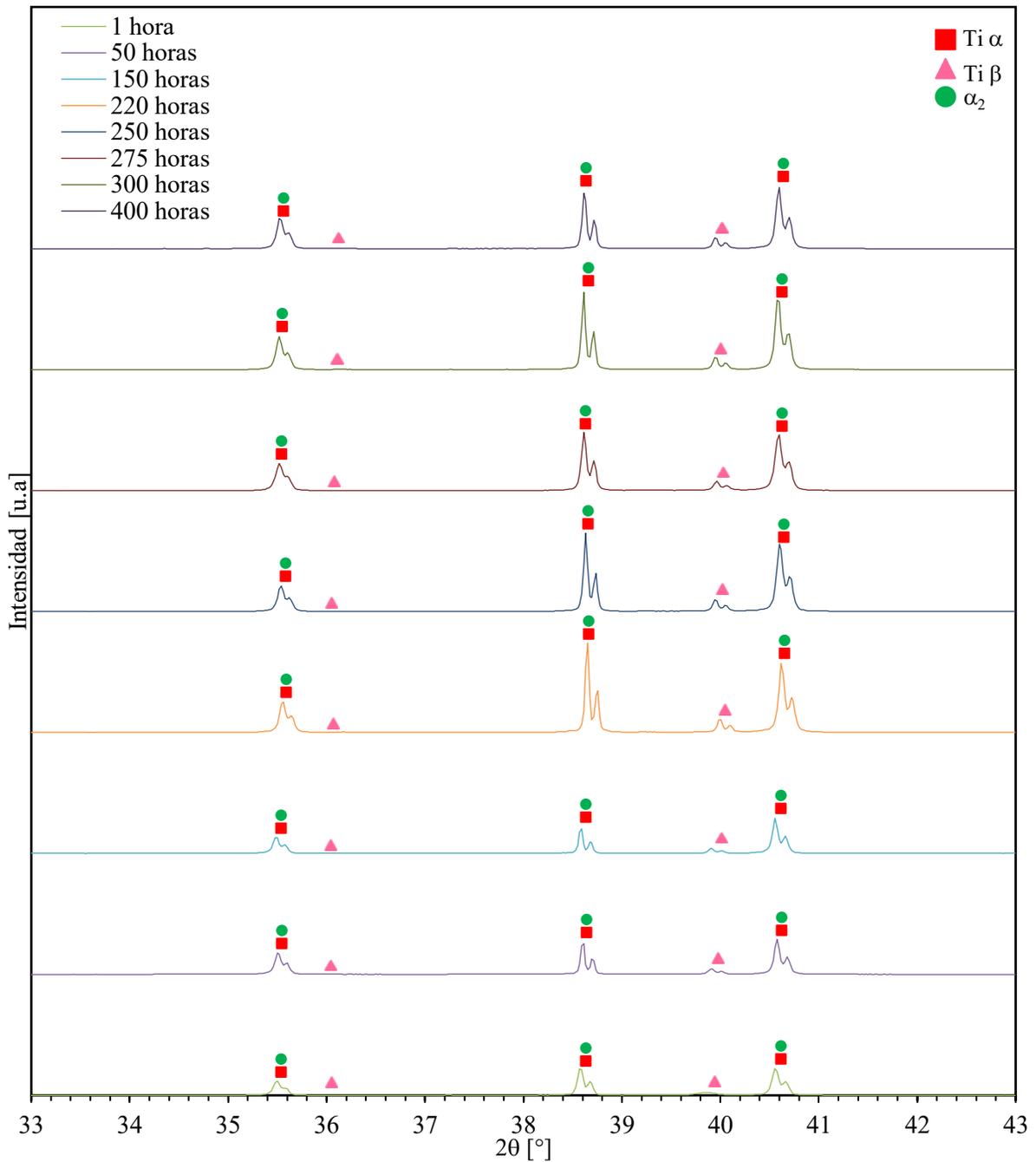


Figura 4. 29 Detalle de los patrones más representativos de difracción correspondientes a los diferentes tiempos de envejecido a 545°C.

Callegeri y col.[65] estudiaron el efecto de tratamiento de envejecido donde se enfatizó en la precipitación de partículas  $\alpha_2$  en la aleación Ti-6Al-4V con una microestructura compuesta por granos equiaxiados y martensita templada, al realizar análisis de difracción de rayos x observaron que los picos difractaban en las zonas de ángulos comprendidos por los picos característicos de la fase  $\alpha$ , dificultando su observación, estos fueron observados con pequeñas “curvas” en el inicio de

los picos, además observaron el incremento de la intensidad de los picos correspondientes a las partículas  $\alpha_2$  en función del tiempo de envejecido, efecto similar al actual, donde se observa también un incremento en la intensidad de los picos con el aumento del tiempo de envejecido.

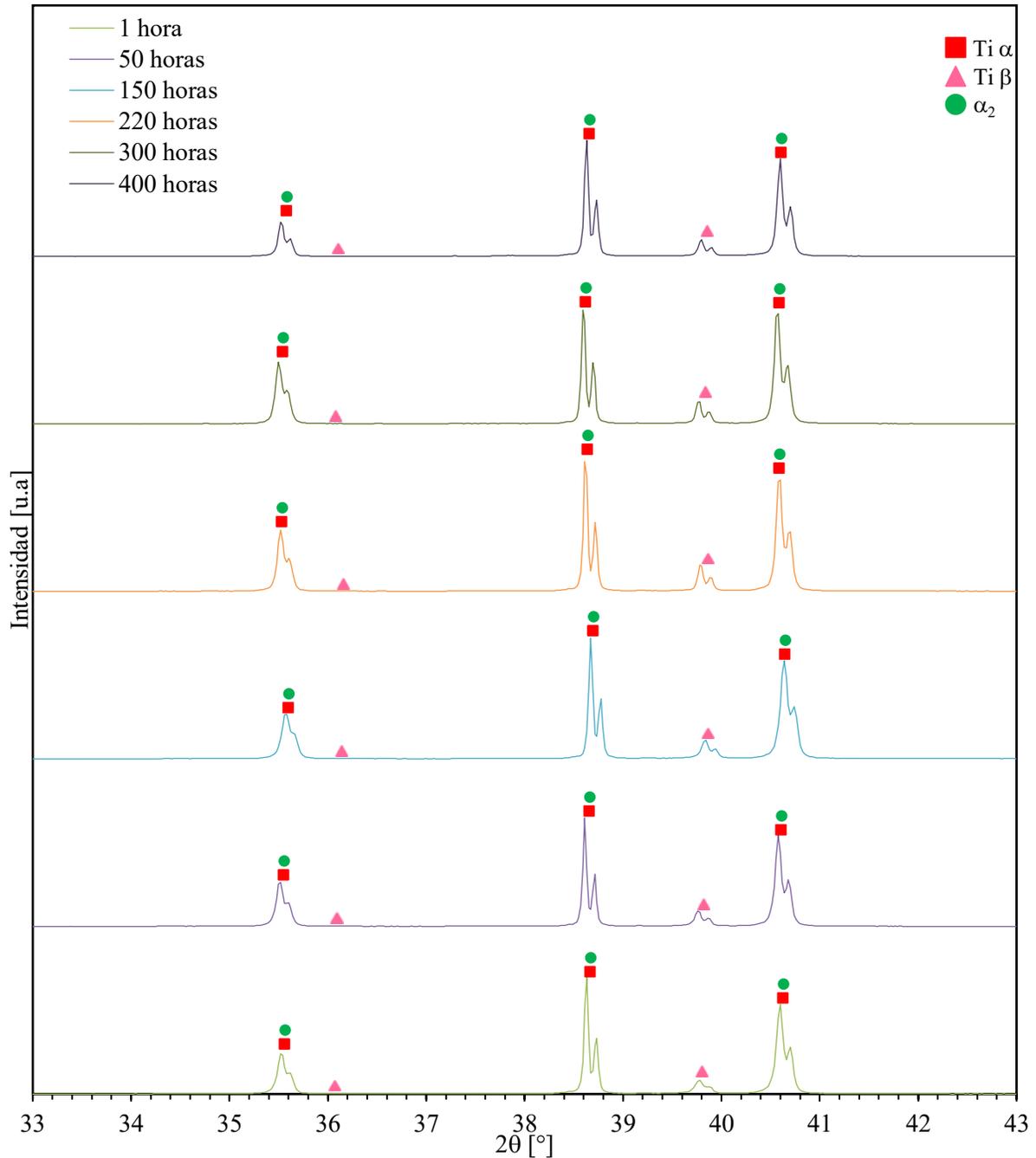


Figura 4. 30 Detalle de los patrones más representativos de difracción correspondientes a los diferentes tiempos de envejecido a 600°C.

Sin embargo, Callegari y col. no reportaron desplazamiento de los picos en función del tiempo de envejecido, efecto observado en el presente trabajo de investigación, esto puede ser atribuido a los

cortos tiempos de permanencia comparados con los utilizados en el presente trabajo de investigación. En la Figura 4.29 se muestran los resultados de difracción realizados con una configuración de  $2\theta$  de  $33$  a  $43^\circ$  para las probetas envejecidas a  $545^\circ\text{C}$  mientras que la Figura 4.30 corresponde al envejecido a  $600^\circ\text{C}$ , de acuerdo con la literatura, se observan picos correspondientes a las partículas precipitadas  $\alpha_2$  traslapados en cada uno de los picos principales observados [62]. La zona comprendida entre  $33.8$  y  $34.6^\circ$  se observan picos característicos de las partículas precipitadas  $\alpha_2$ , como se muestra en la Figura 4.31, para tratamientos de envejecido a  $545$  y  $600^\circ\text{C}$ .

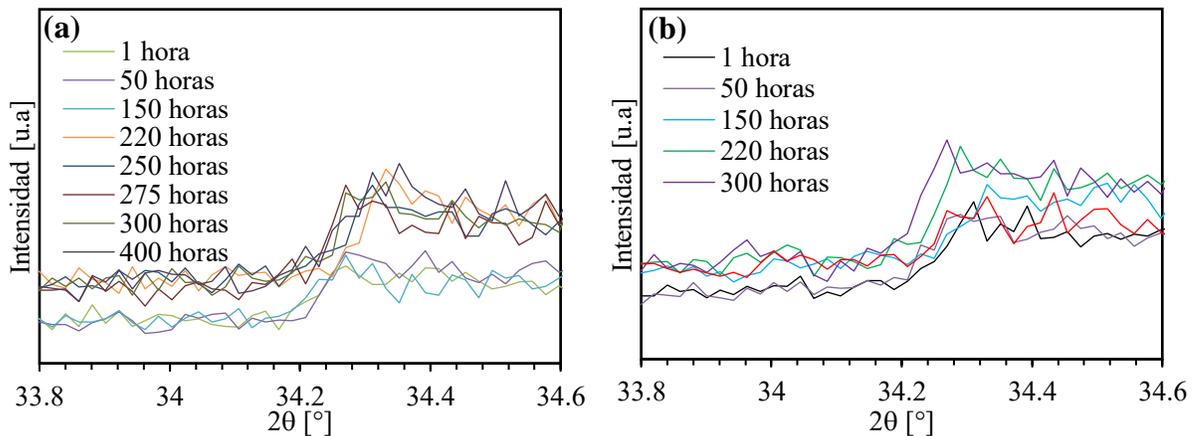


Figura 4. 31 Detalle de los picos de difracción representativos para las partículas precipitadas  $\alpha_2$  de los tratamientos de envejecido (a)  $545^\circ\text{C}$  y (b)  $600^\circ\text{C}$ .

#### 4.4 Ensayos mecánicos

##### 4.4.1 Microdureza

La Figura 4.32 muestran los datos de microdureza Vickers obtenidos en los distintos periodos de envejecido para los tratamientos a  $545^\circ\text{C}$  en las probetas con microestructura equiaxial, se realizaron mediciones 10 mediciones para obtener el promedio de microdureza en cada probeta con una carga de 500 gramos, donde podemos identificar 4 regiones características en cuanto al comportamiento de la microdureza obtenida [40]:

- Región I: La microdureza presenta una muy leve pendiente desde la condición sin envejecer hasta de 50, microestructuralmente no hay gran variación entre las condiciones de envejecido. En esta región, los porcentajes de fases  $\alpha$  y  $\beta$  se mantienen similares y la precipitación de fase  $\alpha_2$  no presenta influencia en la dureza, sin embargo, la fase  $\beta$  que se encuentra dispersas en el interior de la matriz  $\alpha$ .
- Región II: Esta conformado por el periodo comprendido entre 50 y 220 horas de envejecido donde tenemos una estabilización en la dureza seguido de un incremento en la pendiente de

dureza hasta llegar al valor mayor de microdureza obtenida a 220 horas. Debido a que la aleación, aún se encuentra en la etapa temprana de envejecido térmico, las partículas precipitadas  $\alpha_2$  comienza a tomar importancia tiene la tendencia de endurecimiento, los cuales por su tamaño son coherentes con la matriz, pero se compensan con el incremento de fase  $\beta$ , por esto la tendencia de endurecimiento tiende a tomar un comportamiento estable y al llegar al tamaño y distribución optima se obtiene un rápido incremento en la microdureza hasta alcanzar su valor máximo, La precipitación de partículas  $\alpha_2$  dispersas continúan creciendo en la matriz hasta alcanzar su saturación optima, por lo tanto, la máxima microdureza.

- Región III: La microdureza parte del valor máximo de microdureza, sin embargo, tiempos posteriores la microdureza decae debido al efecto de sobre envejecido. La región III está comprendida del periodo de 220 hasta 300 horas de envejecido. En esta región, ocurre el fenómeno de sobre envejecido, en esta región el crecimiento de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  provocan una caída en la microdureza del material.
- Región IV: Finalmente la región es característica por la tendencia de estabilización en cuanto el comportamiento de la microdureza, sin embargo, las partículas precipitadas  $\alpha_2$  continúan creciendo provocando distorsión y provocan la fragilización de la aleación.

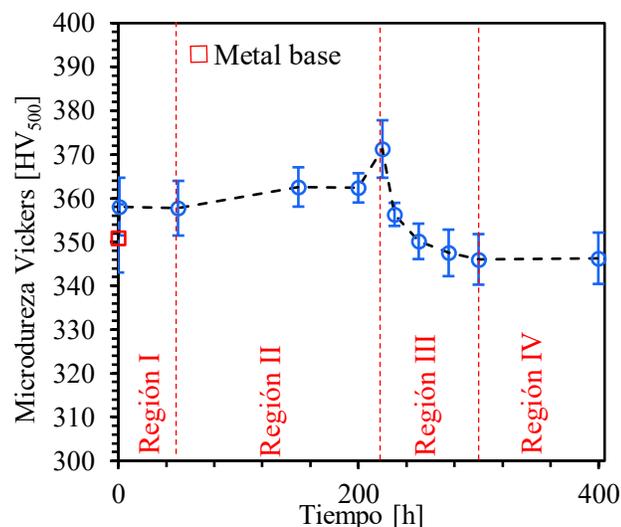


Figura 4. 32 Comportamiento de la microdureza Vickers en función del tiempo de envejecido de la microestructura equiaxial.

La dureza de la aleación esta atribuida principalmente a dos mecanismos de endurecimiento [12, 66], el primero, por precipitación, específicamente por la precipitación de las partículas intermetálicas  $\alpha_2$ , donde la dureza está directamente influida por las características de estas partículas, las cuales se precipitan al interior de la matriz  $\alpha$  y afectaran en función de su

distribución, tamaño, la coherencia de precipitación al igual que su fracción volumétrica. Al incrementar el tamaño de las partículas precipitadas, la matriz comienza a perder su coherencia, lo que conlleva a la pérdida de dureza en la aleación, generando un fenómeno de fragilización [10, 67]. En la región I, analizada con microscopía electrónica de barrido, como se muestra en la Figura 4.33, donde podemos observar la probeta sin envejecer (Figura 4.33(a)) y la envejecida por 50 horas (Figura 4.33(b)). Se observan pequeñas partículas  $\beta$  distribuidas de manera uniforme en el interior de la matriz  $\alpha$ , y con el incremento de tiempo de envejecido el cómo estas segregan hacia los límites de grano, además se nota un incremento en la intensidad de contraste de las colonias de fase  $\beta$  ubicadas en los límites de la fase  $\alpha$ .

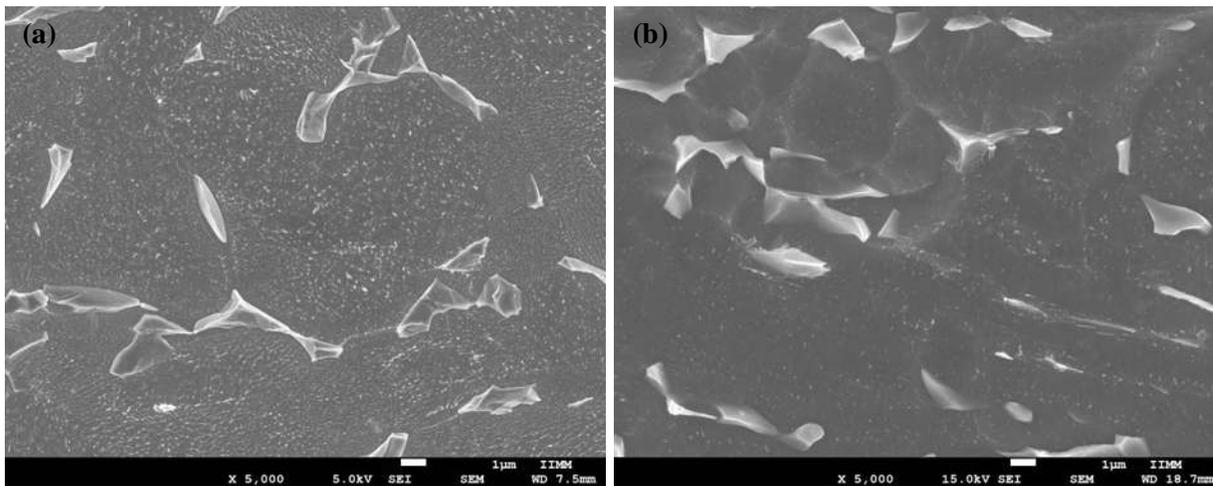


Figura 4. 33 Micrografías de MEB en las condiciones; (a) sin envejecer y (b) envejecida por 50 horas.

En la región II, las partículas precipitadas comienzan a tener influencia sobre la microdureza de la aleación, en la Figura 4.34 se muestra la probeta envejecida durante 150 horas a distintas magnificaciones, después de que la mayoría de la fase  $\beta$  se segregara hacia los límites de grano empiezan a destacarse partículas pequeñas formándose al interior de la matriz  $\alpha$ , este fenómeno es característico de la precipitación de partículas  $\alpha_2$ , ya que la precipitación de las misma se da al interior de la matriz sin embargo, al interior hay una combinación de pequeñas partículas  $\beta$  remanentes y partículas  $\alpha_2$ .

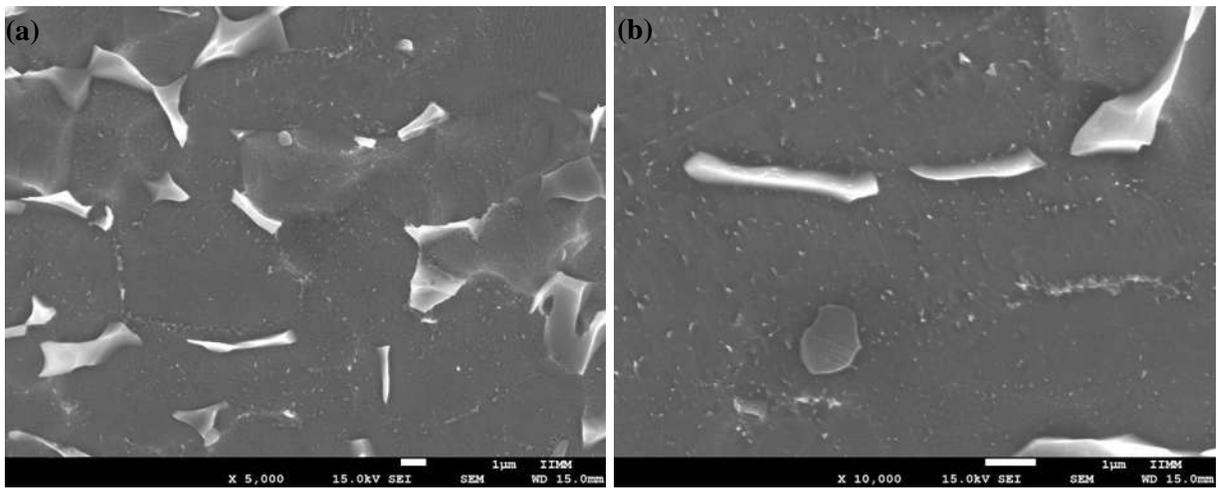


Figura 4. 34 Micrografías de MEB a probeta envejecida durante 150 horas a (a) 5 000x y (b) 10 000x.

Además, en la región II, la probeta envejecida durante 220 horas mostrada en la Figura 4.35 en donde se obtuvo el máximo valor de microdureza además en el periodo comprendido entre 150 y 220 horas se observa la mayor pendiente de incremento de microdureza, las micrografías muestran una distribución uniforme en el interior del grano  $\alpha$ , la cual consiste en una mezcla de pequeñas partículas  $\beta$  y precipitadas  $\alpha_2$ , lo que justifica el incremento en la dureza. De acuerdo a la bibliografía en este punto las partículas precipitadas cuentan con la distribución, tamaño, fracción volumétrica y coherencia óptima con la matriz [12].

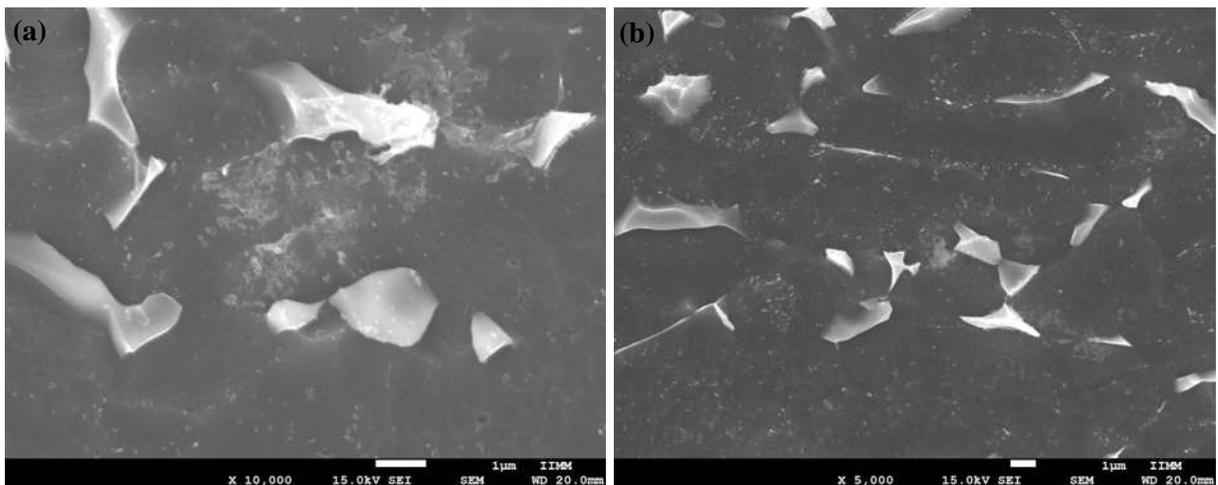


Figura 4. 35 Micrografías de MEB a probeta envejecida durante 220 horas; (a) 10 000x y (b) 5 000x.

A tiempos de permanencia superiores a 220 horas de envejecido, las partículas precipitadas  $\alpha_2$  y aumento en la fracción volumétrica de  $\beta$ , conllevan una disminución en el valor de la dureza, la

Figura 4.36 muestra las imágenes obtenidas mediante MEB, donde las partículas que se encuentran dispersas en el interior de la matriz  $\alpha$  presentan un mayor tamaño y al igual que colonias  $\beta$ .

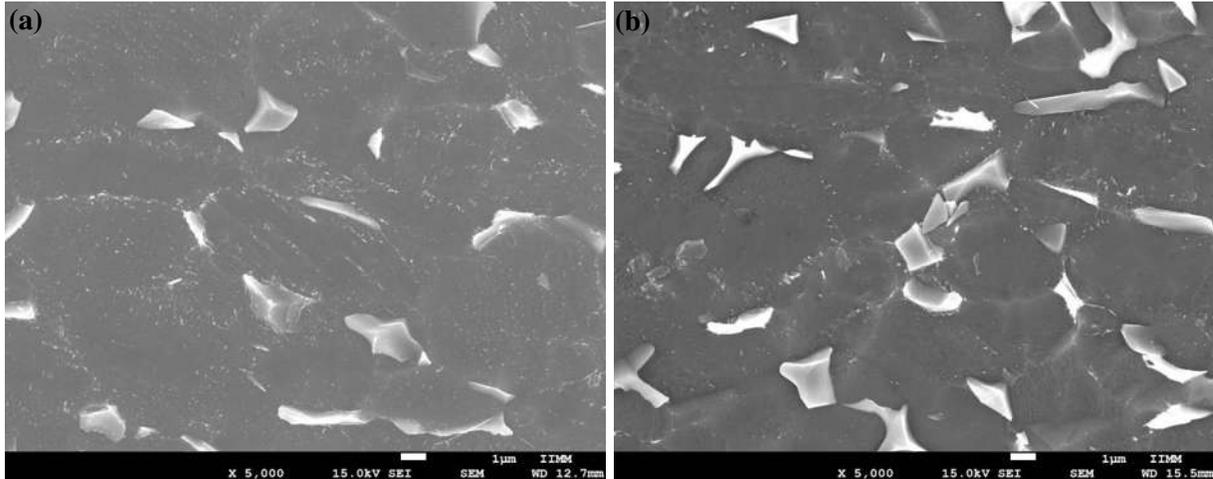


Figura 4. 36 Micrografías de MEB a probetas envejecida durante (a) 250 y (b) 400 horas.

Las partículas precipitadas  $\alpha_2$  después de 220 horas continúan creciendo, lo que conlleva varios fenómenos asociados con la pérdida de dureza de la aleación en un proceso de sobre-envejecido, donde las partículas precipitadas  $\alpha_2$  aumentan su tamaño a costa de las vecinas, por lo tanto, la cantidad de partículas dispersas disminuye y además este incremento de tamaño afecta la coherencia de la fase matriz  $\alpha$  y a la vez el incremento en la fracción volumétrica de  $\beta$ , siendo una fase más suave que la fase  $\alpha$ , siendo los factores principales que impactan en la dureza del material, disminuyéndola [11, 12, 48]. Choe y col. [68] estudiaron el mecanismo de endurecimiento por envejecido en aleaciones de titanio; Ti-6Al-4V y Ti-5Al-3.5Fe donde reportan que la fracción volumétrica de  $\beta$  se mantenía casi constante y el endurecimiento de las aleaciones eran meramente atribuidas a la precipitación de partículas  $\alpha_2$ .

#### **4.4.2 Ensayos de tensión**

La Figura 4.37 muestra las curvas (a) esfuerzo-elongación y (b) esfuerzo-deformación unitaria obtenidos de los ensayos de tensión de las distintas condiciones. Se puede observar el efecto del tratamiento térmico previo al envejecido en la microestructura equiaxial, existe una disminución los valores de esfuerzo último de tensión, cedencia y elongación en comparación con la condición de recibido mientras que las condiciones ya envejecidas muestran un incremento en el esfuerzo último de tensión y cedencia. La condición de recibido (metal base) presenta la mayor capacidad de elongación.

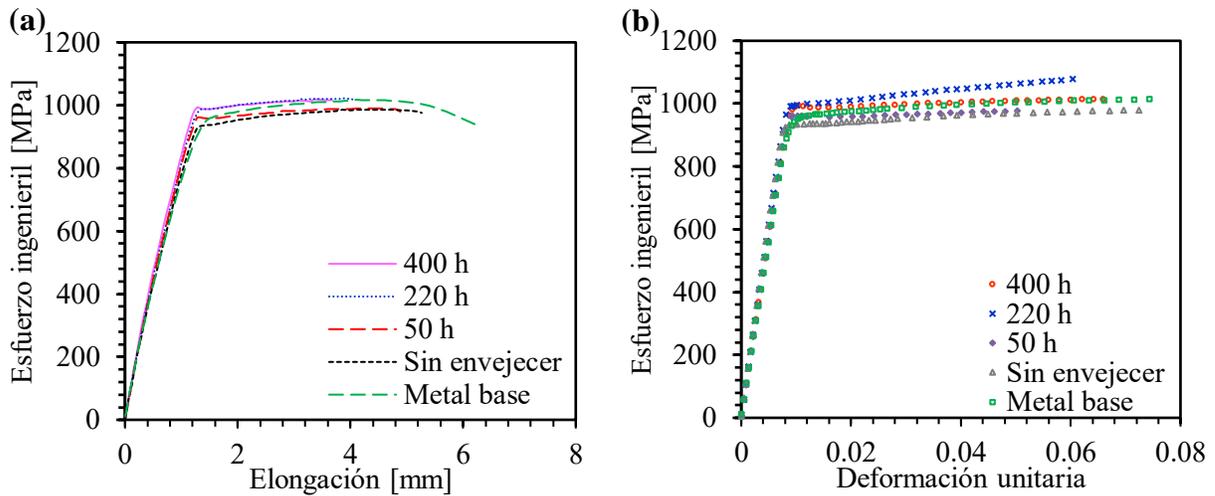


Figura 4. 37 Curvas (a) esfuerzo-elongación y (b) esfuerzo-deformación unitaria de las probetas en condición de recibido (metal base), sin envejecer y envejecidas durante 50, 220 y 400 horas a 545 °C.

La probeta en condición de recibido (metal base) presenta una curva con una buena ductilidad alcanzando un aproximado de elongación de 6.27 mm, esta condición presenta la mayor elongación de las condiciones estudiadas en el presenta trabajo de investigación, sin embargo, la probeta sin envejecer presenta menores valores en esfuerzo y elongación. En ambas probetas la fracción volumétrica de la fase  $\beta$  varía considerablemente de 28.2 a 15.7 % respectivamente. Por otra parte, el tamaño de grano  $\alpha$  es de 7.85 y 5.45  $\mu\text{m}$  respectivamente. De acuerdo con los resultados experimentales, la reducción en el tamaño de grano  $\alpha$  y la fracción volumétrica  $\beta$  influye en las propiedades mecánicas [12, 57, 69].

En la Figura 4.37 se observa una disminución en el porcentaje de elongación en función del tiempo de envejecido, es decir, a mayor tiempo de envejecido tendremos un menor porcentaje de elongación, mientras que el esfuerzo de cedencia y el módulo elástico no presentan variaciones significantes, también se observa, que la probeta con menor ductilidad está asociada con aquella sometida por el mayor tiempo de envejecido, la cual además presenta la menor dureza, este asociado al fenómeno de sobre envejecido en la aleación, fragilizándola [11, 53, 70].

La afectación en la ductilidad de la aleación esta atribuida a la precipitación de partículas  $\alpha_2$ , a cuáles además de endurecer la aleación por mecanismo de precipitación, las cuales se disgregan en debido a la interacción con las dislocaciones, dando lugar a la nucleación de microgrietas, lo cual disminuye la ductilidad e influyen en el incremento de fenómeno de propagación de grietas en la aleación [11, 53, 71].

El tratamiento de envejecido en la microestructura equiaxial, en el presente trabajo de investigación, mejora las propiedades mecánicas en función del tiempo de envejecido como dureza, esfuerzo ultimo de tensión y cedencia hasta 220 horas de envejecido, tiempo que presenta las mejores propiedades mecánicas, después de este punto las propiedades mecánicas como dureza, y esfuerzo ultimo y de cedencia, disminuyen, mientras que a ductilidad mantiene una tendencia a disminuir en función del tiempo de envejecido. En la literatura estos cambios están atribuidos a la precipitación de partículas  $\alpha_2$ , durante el proceso de envejecido, primeramente precipitan y mantienen coherencia con la matriz pero aumentar el tiempo de permanencia estas partículas precipitadas  $\alpha_2$ , van incrementado su tamaño, causando distorsión en la red de la matriz, por lo tanto, la partículas precipitadas  $\alpha_2$  comienzan siendo coherentes con la matriz y transcurriendo el tiempo suficiente se vuelven incoherentes afectando las propiedades mecánicas [11, 53, 71].

En la Figura 4.38 se muestra el comportamiento del esfuerzo ultimo de tensión (UTS), se observa un disminución en el valor del UTS después del tratamiento térmico en la región  $\alpha + \beta$  en la condición sin envejecer comparado con el metal base, al envejecer la aleación se nota un incremento en el valor del UTS hasta llegar a 220 horas, tiempo donde se registró el valor máximo en el esfuerzo ultimo de tensión con 1024 MPa, esto asociado a la relación optima de dispersión y cantidad de partículas precipitadas  $\alpha_2$  [12]. Al envejecer la aleación durante 400 horas, el esfuerzo ultimo de tensión se registra con un valor de 1019 MPa representado una disminución comparada con el valor obtenido a 220 horas, sin embargo, al comparar el comportamiento de la microdureza con el esfuerzo ultimo de tensión, el efecto en la microdureza es mucho mayor comparada con la del esfuerzo ultimo de tensión, teniendo una disminución aproximada del 7% y menos del 1%, respectivamente, atribuida a la fragilización de la aleación debido a los precipitados  $\alpha_2$ .

En cuanto al esfuerzo de cedencia ( $\sigma_y$ ), presenta un comportamiento similar al de esfuerzo ultimo de tensión, al envejecer la aleación se presenta un incremento en el esfuerzo de cedencia, sin embargo, a diferencia del comportamiento del esfuerzo ultimo de tensión, este se mantiene estable incluso en la condición de 400 horas de envejecido con un valor aproximado de 990 MPa, cual también es valor máximo registrado, como se muestra en la Figura 4.39.

Como se muestra en las Figuras 4.38 y 4.39, el comportamiento del esfuerzo ultimo de tensión y de cedencia ( $\sigma_y$ ) en tiempos posteriores a 50 horas de tratamiento de envejecido, presentan un comportamiento estable, atribuido a la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$ , estas impiden o

dificultan el movimiento de dislocaciones, la cuales a acumularse producen un fenómeno de endurecimiento [11, 23].

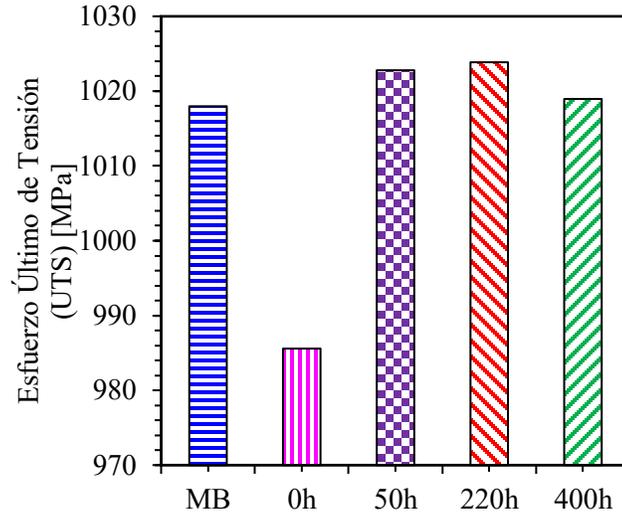


Figura 4. 38 Comportamiento del esfuerzo ultimo de tensión en distintas condiciones.

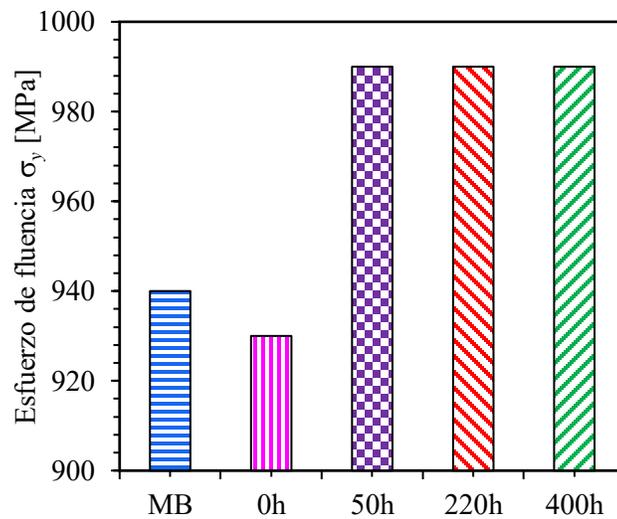


Figura 4. 39 Comportamiento del esfuerzo de fencia en distintas condiciones.

En cambio, la ductilidad en la aleación microestructura equiaxial disminuye en función del tiempo de envejecido, como se muestra en la Figura 4.40. La ductilidad en todas las probetas envejecidas es menor a la obtenida en la condición de recibido, sin embargo, la dureza, esfuerzo ultimo y cedencia tienen valores mayores.

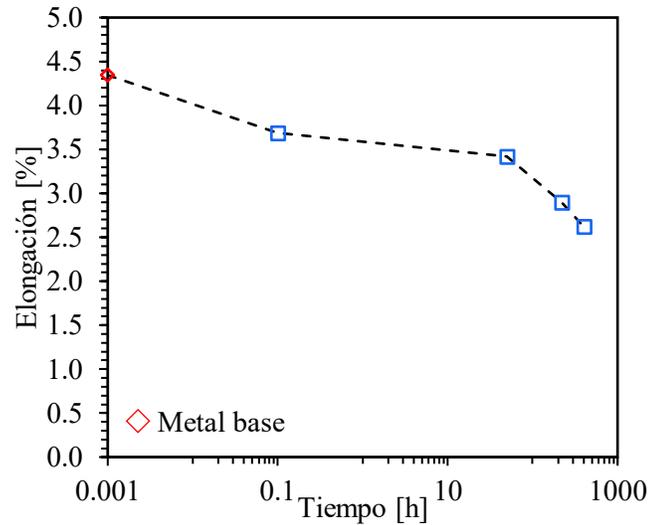
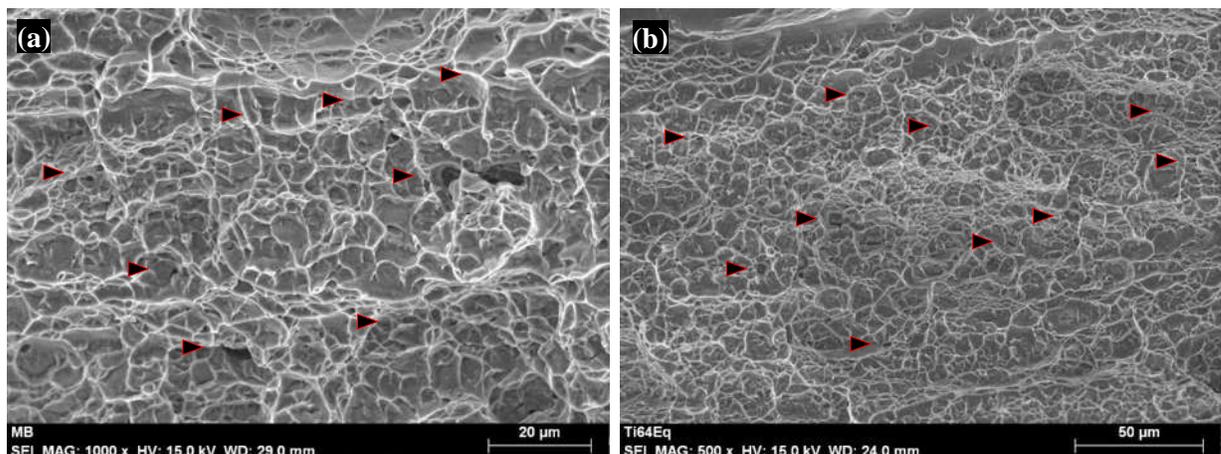


Figura 4. 40 Comportamiento del porcentaje de elongación en función del tiempo de envejecido a una temperatura de 545 °C.

#### 4.4.2.1 Fractografía

La aleación Ti-6Al-4V utilizada en el presente trabajo investigación, cuenta con una microestructura equiaxial, compuesta por una mezcla de fase  $\alpha$  y  $\beta$ , al ser sometida a ensayos de tensión, presenta fractura del tipo dúctil comparada con los estudios reportados en la literatura para aleaciones de Ti-6Al-4V [23, 45, 53, 56, 71].

La Figura 4.41 muestra las superficies de fractura de las probetas en sus distintas condiciones de tratamiento térmico, a nivel microscópico, se observan zonas con pequeñas cavidades, la cuales, al interactuar entre ellas, se juntan e incrementan su tamaño, dando lugar a la fractura. De acuerdo con la literatura estos micro-hoyuelos son unidas por grietas, juntándose, dando lugar a la propagación de la grieta y como consecuencia, la fractura del material.



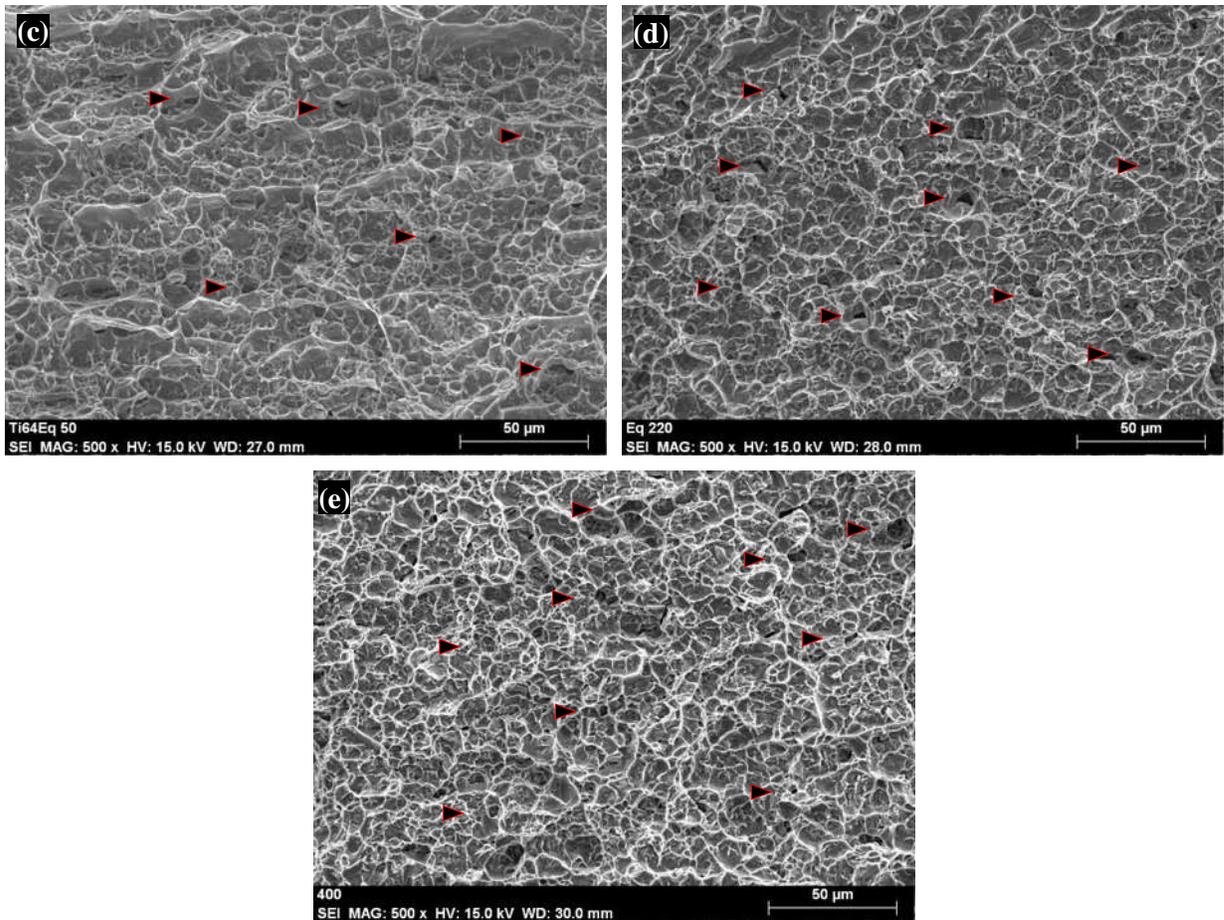


Figura 4. 41 Fractografías de las probetas en condición de: (a) Metal base, (b) sin envejecer, envejecida por (c) 50, (d) 220 y (e) 400 horas. Algunos de los micro-hoyuelos generados durante los ensayos de tensión son señalados con puntas de flecha.

De acuerdo con la literatura, la densidad de estas micro cavidades son dependientes del grado de deformación que haya sufrido el material durante los ensayos de tensión, la aleación en el presente trabajo de investigación presenta cierta limitación a la deformación por lo tanto la densidades y cantidad de cavidades que se pueden apreciar es menor a aquellos con un alto nivel de deformación, por lo tanto la nucleación de estas cavidades está estrechamente relacionada con la capacidad de deformación de cada material en conjunto con el incremento de esfuerzo aplicado [71, 72].

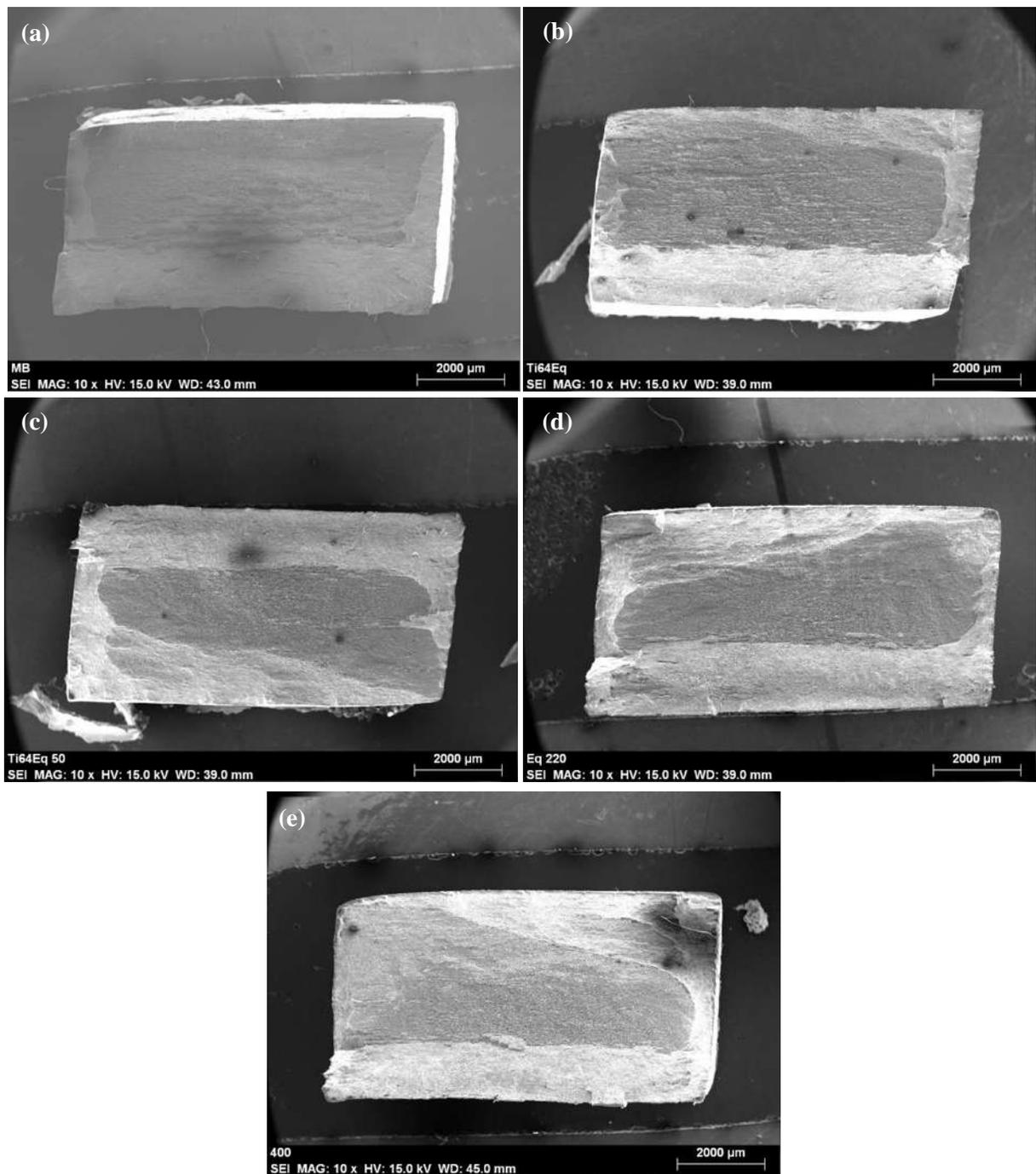


Figura 4. 42 Vista superior de las fracturas: (a) Metal base, (b) sin envejecer, envejecida por (c) 50, (d) 220 y (e) 400 horas.

En la Figura 4.42 se muestran las fractografías de la vista superior, mostrando en la zona central de las probetas una región plana normal al esfuerzo de tensión aplicado con apariencia grisácea y rugosa, atribuida a la presencia de esfuerzo triaxiales mientras que a la periferia se observan planos inclinados atribuidos al flujo de la grieta hacia los bordes de espécimen de tensión, estos en la zona

característica por la formación de cuello, reforzada por el grado de elongación mostrada en cada uno de las probetas ensayadas

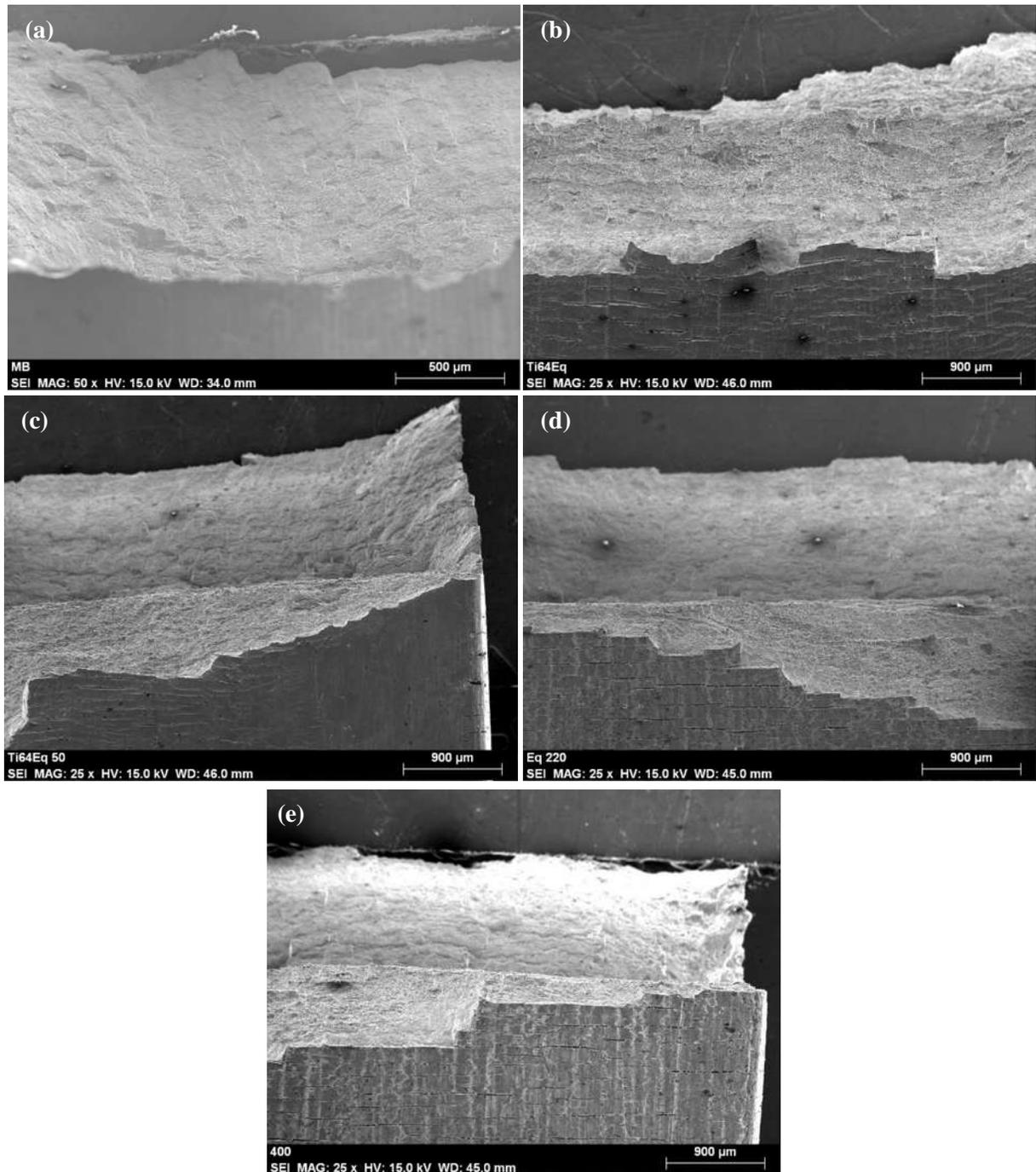


Figura 4. 43 Vista lateral de las fracturas: (a) Metal base, (b) sin envejecer, envejecida por (c) 50, (d) 220 y (e) 400 horas.

Para fracturas del tipo dúctil en material policristalinos generalmente tienen la forma de copa-cono, característica de los materiales dúctiles con alta deformación. La Figura 4.53 se muestran las vistas laterales de las fracturas en cada una de las condiciones, cada una de las imágenes muestra un

comportamiento similar, se observa una zona plana y zonas con una clara inclinación, características propias de la fractura de tipo dúctil. Sin embargo, las características microestructurales de la aleación Ti-6Al-4V no presenta la forma estricta de copa-cono, sin embargo, al analizar ambas zonas de la fractura, tienen un comportamiento similar al copa-cono. Durante los ensayos de tensión el fenómeno de formación de cuello es mínimo, pero se observan las zonas de arrancamiento del material complementarias entre si [12, 71]. Lee y col. [23, 45] reportan las superficies de fractura de la aleación Ti-6Al-4V con microestructuras Widmanstätten y equiaxial, envejecidas posteriormente. Las condiciones del tratamiento de térmico previo al de envejecido es similar al aplicado al trabajo de investigación actual. Las fractografías presentadas por los autores presentan cavidades y principios de clivaje, sin embargo, los resultados obtenidos en la presente investigación muestran una fractura del tipo dúctil, característica por la presencia de micro cavidades, las cuales al interactuar y juntar dan origen la propagación de grietas, además se observó zonas planas con apariencia rugosa atribuida a esfuerzos triaxiales en el centro y planos inclinados en los bordes de zona de formación de cuello.

#### ***4.5 Ensayos no destructivos***

##### ***4.5.1 Medición de potencial termoeléctrico (PTE)***

El potencial termoeléctrico fue medido con la técnica de punta caliente, con electrodo de puntas oro-cobre. De acuerdo con la metodología empleada, mencionada en el capítulo 3, se obtuvo la siguiente ecuación de regresión lineal:  $y = -105x + 3.0052$ , esta fue utilizada para calcular los valores de PTE considerando las mediciones de micro voltaje obtenidas durante la experimentación con una temperatura de tratamiento térmico de envejecido de 545 °C. El cálculo del PTE para las condiciones medidas se muestra en la Figura 4.44. Se observa la dependencia del comportamiento PTE está en función del tiempo de envejecido.

En la Figura 4.44 se puede observar tres regiones características en cuanto al comportamiento PTE:

- Región I: El PTE incrementa de su valor mínimo medido de  $-5.78 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$  hasta  $-3.43 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ , valores correspondientes a la condición de metal base (representando con un tiempo de envejecido de 0.01 h en la Figura 4.44) y microestructura equiaxial envejecido durante 50 horas.

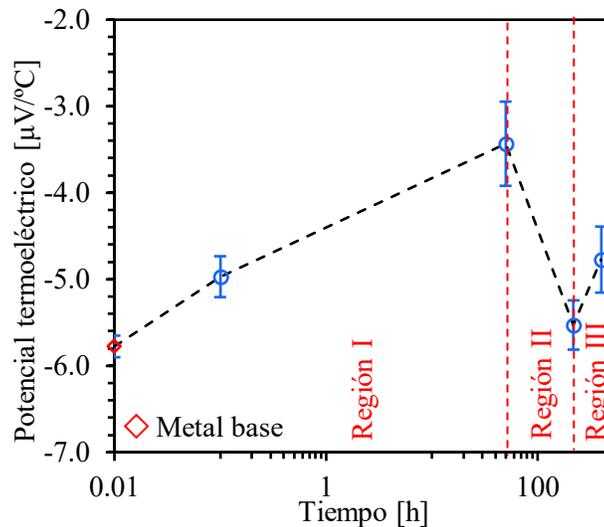


Figura 4. 44 Comportamiento del PTE en función del tiempo de envejecido a una temperatura de 545 °C.

- Región II: Esta región es característica por la caída del PTE hasta un valor de  $-5.53 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$  a 220 horas desde el valor de PTE a 50 horas, el comportamiento del PTE presenta una caída pronunciada de 50 a 220 horas, después del incremento en el PTE está cae hasta un valor similar al obtenido en la condición de metal base.
- Región III: En la región final, comprendida en tiempos de envejecido posteriores a 220 horas presentan una tendencia de incremento en el valor de PTE, en esta región en valor obtenido a 400 horas de envejecido es de  $-4.77 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$ .

El comportamiento del PTE puede asociarse con la precipitación de partículas  $\alpha_2$ , estas partículas precipitan de forma gradual en función del tiempo de envejecido y las características como tamaño, cantidad, dispersión en el grano  $\alpha$  y fracción volumétrica  $\beta$ .

En la Figura 4.45 se muestra la comparación entre el comportamiento de la microdureza y potencial termoeléctrico de la aleación en función del tiempo de envejecido. Se observa que en etapas tempranas de envejecido la influencia de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  es baja, debido a su interacción en la matriz  $\alpha$ , teniendo un comportamiento coherente con la misma. Al incrementar el tiempo de envejecido, la influencia de estas partículas precipitadas  $\alpha_2$  aumenta, indicando el incremento del tamaño, mejor distribución y fracción volumétrica de estas, incrementando el valor del PTE y la microdureza, esto se observa a 50 horas de envejecido en comparación con la condición sin envejecer (representada con 0.1 h de envejecido en la Figura 4.45). A 220 horas de envejecido, se tienen valores importantes en ambos comportamientos; el PTE alcanza un valor muy bajo de  $-5.53 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$  mientras que la microdureza alcanza su valor más alto de microdureza con

371.25 HV, en este tiempo de envejecido las partículas precipitadas  $\alpha_2$  cuentan con un tamaño, distribución y fracción volumétrica óptima. Sin embargo, a tiempos posteriores de envejecido a 220 horas, el comportamiento del PTE tiende a incrementar mientras que el comportamiento de la microdureza tiende a disminuir, estos debido al incremento de tamaño y fracción volumétrica este fenómeno implica el crecimiento de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  las cuales serán incoherentes con la matriz, además, de acuerdo con la literatura la cantidad y por lo tanto la dispersión de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  tienden a disminuir, esto asociado al efecto de sobre envejecido en la aleación [41, 53].

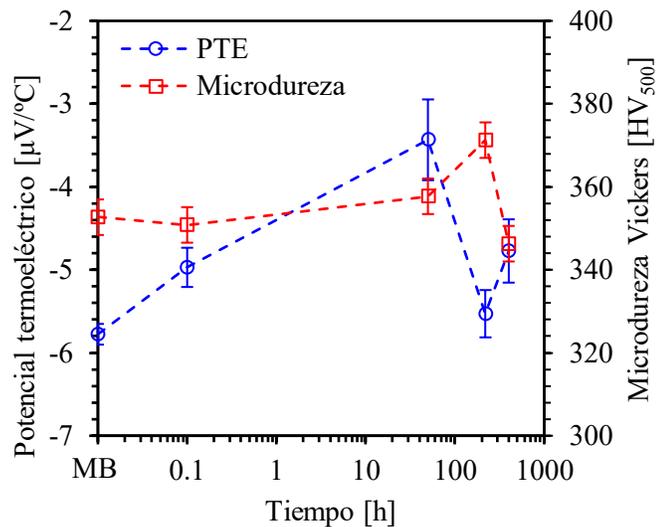


Figura 4. 45 Comparación del comportamiento del PTE y la microdureza de la aleación en función del tiempo de envejecido a una temperatura de 545 °C.

Como se observa en la Figura 4.45, el comportamiento del PTE y la microdureza en función del tiempo de envejecido es inverso, teniendo como tiempos de referencia las 50 horas, teniendo un incremento en el PTE y pequeña variación en la microdureza, en el periodo de 50 a 220 horas se tiene un decremento e incremento en el PTE y microdureza, respectivamente, alcanzando valores extremos en las condiciones envejecidas, y el periodo posterior a 220 horas se tienen tendencias de aumento y decremento en los valores de PTE y microdureza, respectivamente. Carreón y col. [13] estudiaron la microestructura equiaxial medida a un tratamiento de envejecido donde reportan un valor de  $-5.53 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$  en el PTE asociado a la precipitación óptima de partículas  $\alpha_2$ , debido a la dispersión y tamaños óptimo dentro del grano  $\alpha$ , esto a un tiempo de envejecido de 144 horas, además reportaron que el valor en PTE aumenta a tiempos posteriores de envejecido. En comparación con los resultados obtenidos en el presente trabajo de investigación a 220 horas se obtuvo el valor mínimo de PTE de las condiciones sometidas a tratamiento térmico de envejecido,

sin embargo, el valor mínimo obtenido en el presente trabajo de investigación se tiene en la condición de metal base, mientras que los tiempos posteriores a 220 horas se favorece el incremento en el valor del PTE. Considerando los estudios realizados por Celada y col. [41] reportaron el comportamiento del PTE con respecto al tiempo de envejecido, concluyendo que el comportamiento del PTE es depende de la forma, tamaño, cantidad de las partículas precipitadas  $\alpha_2$ , ya que de estas dependen de la interacción con la matriz, es decir, el grado de coherencia afectarán directamente al PTE, por lo tanto, si las partículas precipitadas  $\alpha_2$  son coherentes o semi-coherentes con la matriz tendrán influencia en los valores medidas del PTE mientras que un comportamiento incoherente tendrá un efecto despreciable en el PTE.

#### 4.4.2 Mediciones de velocidad ultrasónica

Se midió la velocidad longitudinal ( $c_d$ ) y de corte ( $c_s$ ) con las siguientes condiciones; metal base, sin envejecer y envejecidas durante 50, 220 y 400 horas, con microestructura equiaxial, los resultados obtenidos se muestran en la Figura 4.46.

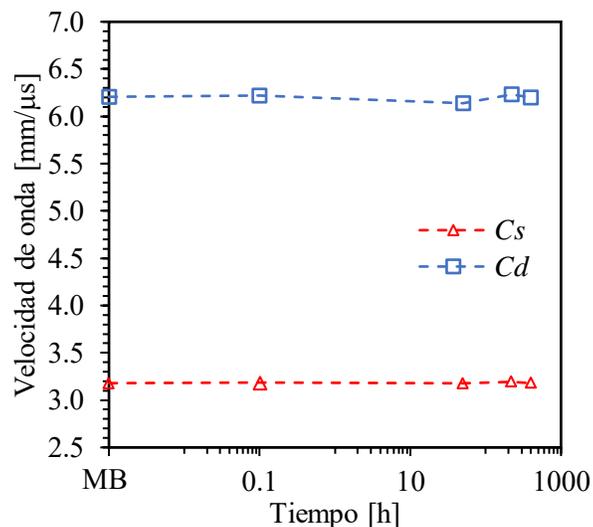


Figura 4. 46 Comportamiento de la velocidad ultrasónica de onda longitudinal y de corte promedio en función del tiempo de envejecido de una microestructura equiaxial.

Como se observa en la Figura 4.46, ambas velocidades (longitudinal y de corte promedio) presentan dependencia del tiempo de envejecido, es decir, ambas velocidades son sensibles a los cambios microestructurales inducidos por el tratamiento térmico de envejecido, por ende, sensibilidad a las partículas precipitadas  $\alpha_2$ . La velocidad ultrasónica de corte promedio se encuentra entre de 3.18 y 3.19 mm/ $\mu$ s mientras que la velocidad ultrasónica longitudinal está en un rango de 6.14 y 6.23 mm/ $\mu$ s. Los valores máximos en ambas velocidades ultrasónicas fueron obtenidos en la condición

de envejecido durante 220 horas, 6.23 y 3.19 mm/ $\mu$ s, longitudinal y de corte, respectivamente. Las variación de las velocidades están atribuidas a la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$ , y como el tamaño, distribución dentro del grano  $\alpha$ , y su interacción con la red cristalina de la matriz, causando distorsión en ella, es importante resaltar que le grado de distorsión de la red cristalina de la matriz está directamente influenciado por el tamaño de la partícula precipitada  $\alpha_2$ , además, estas partículas afectan el módulo elástico de la aleación y por ende, en la velocidad ultrasónicas la cual es dependiente del módulo elástico [40, 73, 74]. En la Tabla 4.3 y Figura 4.47 se muestran las velocidades ultrasónicas longitudinal y de corte de las condiciones analizadas en el presente trabajo de investigación.

**Tabla 4. 3** Velocidades ultrasónicas de las distintas condiciones con microestructura equiaxial.

| Condición            | $c_{d, prom}$<br>[m/s] | $c_{s, prom}$<br>[m/s] |
|----------------------|------------------------|------------------------|
| <b>Metal base</b>    | 6182                   | 3151                   |
| <b>Sin envejecer</b> | 6200                   | 3162                   |
| <b>100 horas</b>     | 6220                   | 3169                   |
| <b>220 horas</b>     | 6191                   | 3164                   |
| <b>400 horas</b>     | 6197                   | 3162                   |

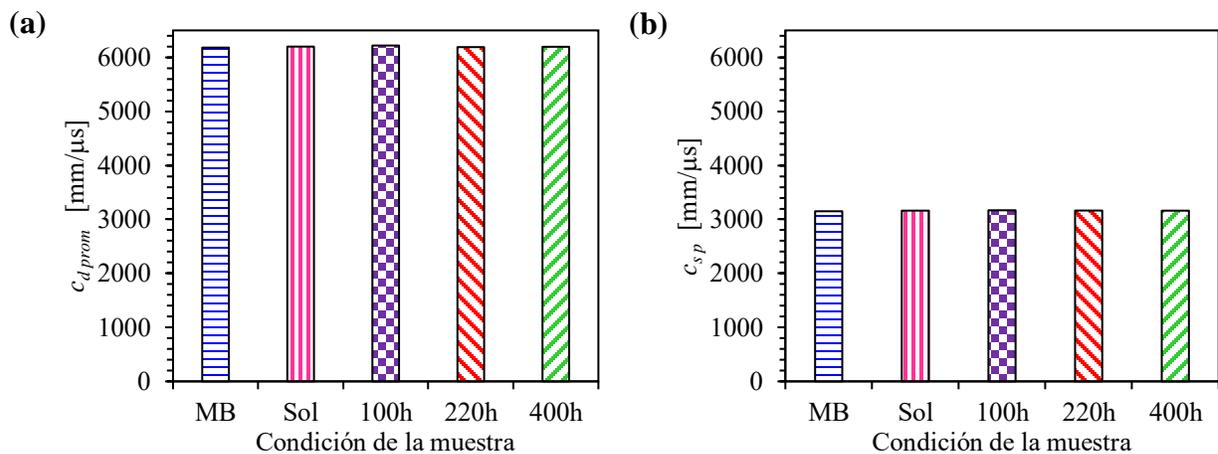


Figura 4. 47 Velocidades ultrasónicas de las distintas condiciones con microestructura equiaxial para onda (a) longitudinal y (b) de corte promedio.

La medición de las velocidades ultrasónicas permite obtener aproximaciones de propiedades mecánicas de las distintas condiciones analizadas como el módulo elástico ( $E$ ) y coeficiente de Poisson ( $\nu$ ), mediante el uso de las ecuaciones 3.2 y 3.3, en la Tabla 4.4 las propiedades mecánicas obtenidas mediante ultrasonido lineal, los valores son consistentes con los reportados en la literatura [11].

**Tabla 4. 4** Propiedades mecánicas de las distintas condiciones con microestructura equiaxial medidas a partir de ultrasonido.

| Condición            | Modulo Elástico<br>( $E$ )<br>[GPa] | Módulo de<br>Poisson ( $\nu$ ) |
|----------------------|-------------------------------------|--------------------------------|
| <b>Metal base</b>    | 118                                 | 0.323                          |
| <b>Sin envejecer</b> | 119                                 | 0.322                          |
| <b>100 horas</b>     | 120                                 | 0.317                          |
| <b>220 horas</b>     | 118                                 | 0.322                          |
| <b>400 horas</b>     | 119                                 | 0.322                          |

La Figura 4.48 se muestra el módulo elástico para cada una de las condiciones analizadas, en la Figura 4.48(a) los calculados mediante ultrasonido lineal y en la Figura 4.48(b) mediante ensayos de tensión. Se observa que no existe variación significativa en el módulo elástico, considerando y comparando ambas técnicas para su cálculo, haciendo referencia a ensayos de tensión y ultrasonido.

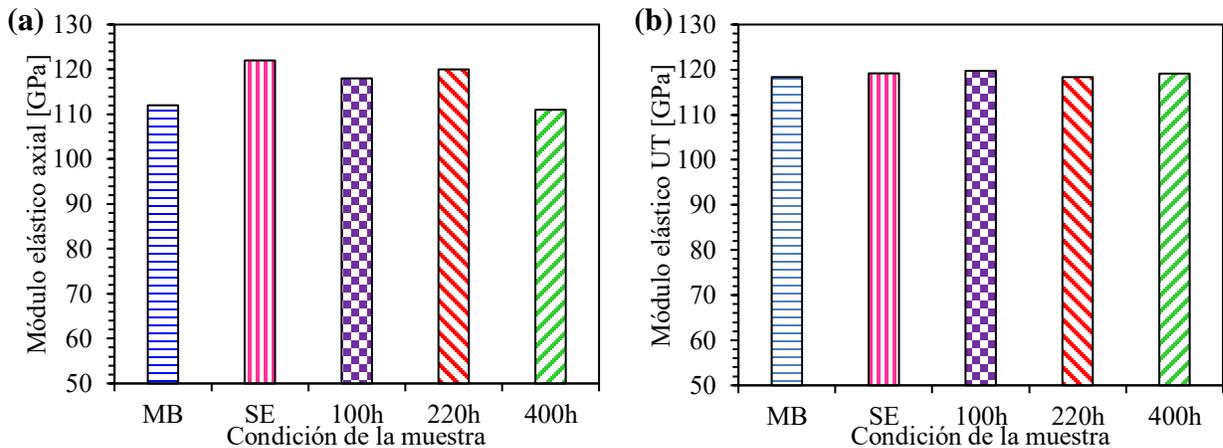


Figura 4. 48 Modulo elástico obtenido mediante (a) ensayos de tensión y (b) ultrasonido.

La velocidad ultrasónica longitudinal y de corte, son afectadas por la presencia de las partículas precipitadas  $\alpha_2$ , y estas a su vez, son dependientes del tiempo del tratamiento de envejecido, las partículas intermetálicas  $\alpha_2$  además interactuarán con la estructura de la red cristalina de la matriz. La red cristalina de la matriz se ve afectada por el tamaño de las partículas  $\alpha_2$ , creando esfuerzos internos, causando distorsión de la red, estas, en función de su tamaño, pueden incorporarse o interactuar con la red cristalina de manera coherente, semi- incoherente e incoherente afectando las propiedades de la aleación [11, 75].

#### 4.6 Acustoelásticidad.

Los resultados de los especímenes analizados en sus distintas condiciones de tratamiento térmico se muestran en la Figura 4.49.

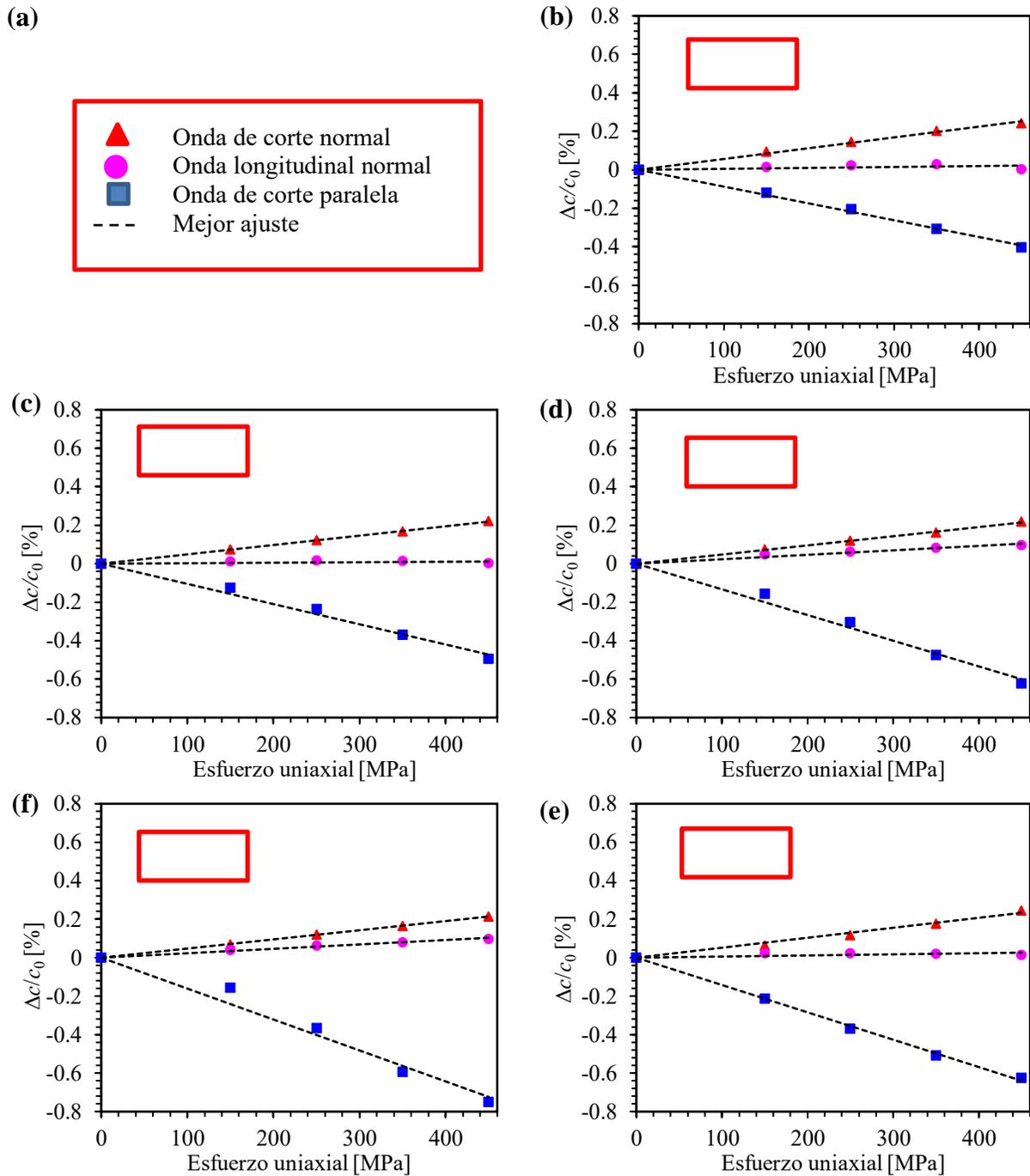


Figura 4. 49 (a) Representación del cuadro de leyendas presente en cada grafico del porcentaje de cambio relativo – esfuerzo uniaxial. Resultados obtenidos del porcentaje de cambio relativo de velocidad de onda en función del esfuerzo uniaxial aplicado en las condiciones: (b) Metal base, (c) Sin envejecer, (d) 100, (e) 220 y (f) 400 horas.

Donde se graficó el comportamiento del cambio relativo de la velocidad (en porcentaje) en función del esfuerzo uniaxial aplicado. Cada uno de los grafico mostrados en la Figura 4.49 muestra el comportamiento acustoelástico de cada una de las condiciones, se obtuvieron las constante acustoelásticas de primer orden de cada una de las velocidades de onda (longitudinal y corte, en sus dos polarizaciones) esto mediante la determinación de cada una de las pendientes. La pendiente correspondiente a la onda longitudinal normal, representada por el marcador de color rosado, no presenta variación significativa entre las condiciones de analizadas, lo cual sugiere poca sensibilidad a los cambios microestructurales producidos por el tratamiento térmico de envejecido, este comportamiento es similar en la onda de corte normal, representada por el marcador de color rojo. Sin embargo, al analizar el comportamiento de la onda de corte paralela a la aplicación de esfuerzo uniaxial se puede observar una disminución notable en la pendiente obteniendo su valor mínimo en el espécimen envejecido durante 220 horas de envejecido como se observa en la Figura 4.49(e), mientras que el espécimen envejecido durante 400 horas presenta una pequeño incremento comparada con la condición anterior, los valores de las constantes acustoelásticas  $K_{dn}$ ,  $K_{s,np}$ ,  $K_{s,nn}$  obtenidas para cada una de las condiciones analizadas se concentra en la Tabla 4.5.

**Tabla 4. 5** Constantes acustoelásticas de primer orden de las condiciones analizadas en la presente investigación.

|                      | $K_{d,n}$                          | $K_{s,np}$                         | $K_{s,nn}$                         |
|----------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|
|                      | $[\times 10^{-3} \text{GPa}]^{-1}$ | $[\times 10^{-3} \text{GPa}]^{-1}$ | $[\times 10^{-3} \text{GPa}]^{-1}$ |
| <b>Metal Base</b>    | 0.5                                | -8.7                               | 5.65                               |
| <b>Sin envejecer</b> | 0.05                               | -10.45                             | 4.85                               |
| <b>100h</b>          | 2.3                                | -13.35                             | 4.8                                |
| <b>220h</b>          | 2.25                               | -16.05                             | 4.75                               |
| <b>400h</b>          | 0.35                               | -14.2                              | 5.15                               |

Por lo tanto, el tratamiento térmico de envejecido sugiere tener mayor sensibilidad en la constante acustoelástica correspondiente a la onda de corte paralela al esfuerzo aplicado.

Considerando las constantes acustoelásticas  $K_{dn}$ ,  $K_{s,np}$ ,  $K_{s,nn}$  obtenidas previamente y en conjunto con la teoría de deformaciones finitas de Murnaghan [33], la teoría de perturbación acustoelástica estudiada por Landau y Lifshitz [29], y considerando la teoría de deformación, y propagación de onda, se determinaron las constates acustoelásticas mostradas en la Tabla 4.6.

Las constantes acustoelásticas muestran sensibilidad al fenómeno acustoelástico, a pesar de que los ensayos fueron realizados dentro del límite proporcional de la aleación en cada una de las condiciones, esto a nivel macroscópico representa deformaciones plásticas que al dejar de estar

sometidas a esfuerzos, estos regresarían a su estado original, sin embargo, la variación en las constantes de Murnaghan, Landau y Lifshitz, y TOECs sugieren un comportamiento no lineal dentro del límites elástico, de acuerdo con la literatura, estas constantes están asociados a esfuerzos residuales y a la distorsión de la estructura cristalina [7, 28, 29, 76].

**Tabla 4. 6** Constantes de Murnaghan, Landau – Lifshitz y TOECs de las condiciones analizadas en la presente investigación.

|                      | $l$   | $m$   | $n$   | $A$   | $B$   | $C$   | $C_{111}$ | $C_{112}$ | $C_{114}$ | $C_{166}$ |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|                      | [GPa]     | [GPa]     | [GPa]     | [GPa]     |
| <b>MB</b>            | -107  | -246  | -408  | -408  | 81    | -188  | -1196     | -214      | -42       | -246      |
| <b>Sin envejecer</b> | -221  | -295  | -428  | -428  | 67    | -288  | -1621     | -442      | -81       | -295      |
| <b>100h</b>          | -217  | -365  | -477  | -477  | 56    | -273  | -1895     | -434      | -127      | -365      |
| <b>220h</b>          | -327  | -419  | -511  | -511  | 46    | -373  | -2332     | -654      | -164      | -419      |
| <b>400h</b>          | -358  | -378  | -493  | -493  | 58    | -415  | -2228     | -715      | -132      | -378      |

El parámetro de no linealidad se calculó partir de las teorías mencionadas [29] los resultados correspondientes al parámetro no lineal normalizado obtenido para cada una de las condiciones analizadas se muestran en la Figura 4.50, donde se observó una tendencia de incremento hasta alcanzar un valor máximo a 220 horas de envejecido, en la condición posterior, es decir, a 400 horas se observa una disminución en el parámetro de no linealidad.

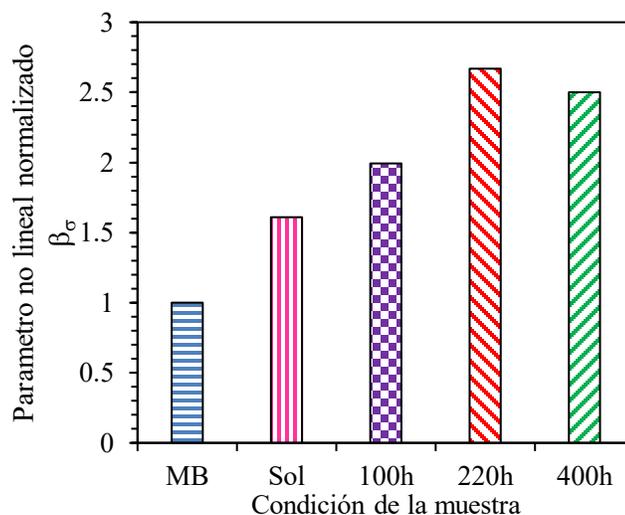


Figura 4. 50 Parámetro de no linealidad para cada una de las condiciones analizadas.

El parámetro de no linealidad normalizado muestra ser muy sensible a los efectos y cambios producidos por el tratamiento térmico de envejecido, de acuerdo con la literatura y la teoría [7, 9, 28, 30, 44], este está asociado a los cambios relacionados con la microestructura, deformación plástica, fatiga y esfuerzos residuales mostrando gran sensibilidad, este parámetro ha sido calculado

por otros autores [42-44] mediante técnicas no lineales de ultrasonido como generación de armónicos, ondas Rayleigh, y mezclado de onda colineales en distintos materiales. La teoría acustoelástica permite la determinación de este parámetro de manera alternativa mediante las mediciones de velocidad longitud y de corte. La técnica propuesta durante esta investigación mostro ser viable y lo suficientemente sensible para determinar los cambios en la aleación de Ti-6Al-4V sometida a tratamiento térmicos de envejecido suponiendo un avance tecnológico en la caracterización mecánica mediante parámetros no lineales.

Shiu y col. [44] estimaron las constantes acustoelásticas en superaleaciones procesadas mediante el uso de onda Rayleigh, en bajos distintas condiciones; tratamiento térmico, tratamiento superficial, y deformación plástica. Donde la sensibilidad de las ondas Rayleigh están en función de estado del material, penetración ancho y orientación de propagación de las ondas ultrasónicas utilizadas. Además, determinaron que la no linealidad está estrechamente asociada a la micro y macro estructura del material. Además, observaron que la inducción de esfuerzos residuales de compresión debido al tratamiento superficial como shot peening incrementan la no-linealidad superficial en ambas superaleaciones, por lo tanto, las técnicas de ultrasonido no lineal muestra buena sensibilidad debido a la introducción de esfuerzos residuales

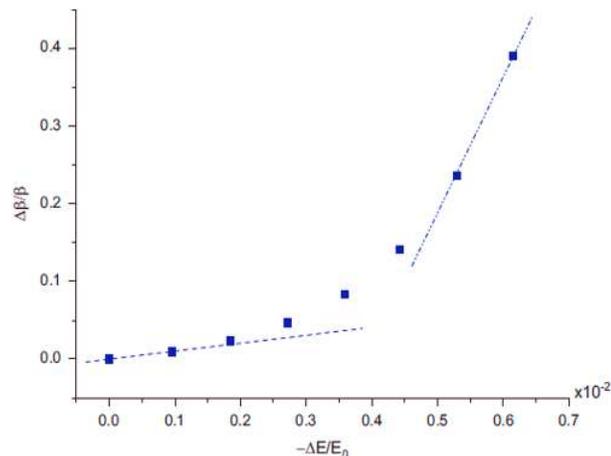


Figura 4. 51 Relación entre el incremento de la no linealidad y la reducción relativa del módulo elástico [44].

El parámetro de no linealidad muestre ser sensible a tratamientos térmicos, superficiales y deformaciones pláticas, asociadas el estado de la estructura cristalina estudiada como se muestra en la Figura 4.51.

Además, Garstev y col. [43] de acuerdo con sus estudios realizados el parámetro de no linealidad, asociado con el grado de distorsión de la red cristalina, incremento en función del grado de deformación plástica y esfuerzo axial aplicado como se muestra en la Figura 4.52, esto debido a

que, al incrementar el esfuerzo aplicado, se va acercando el esfuerzo de fluencia, donde el comportamiento del módulo elástico cambia.

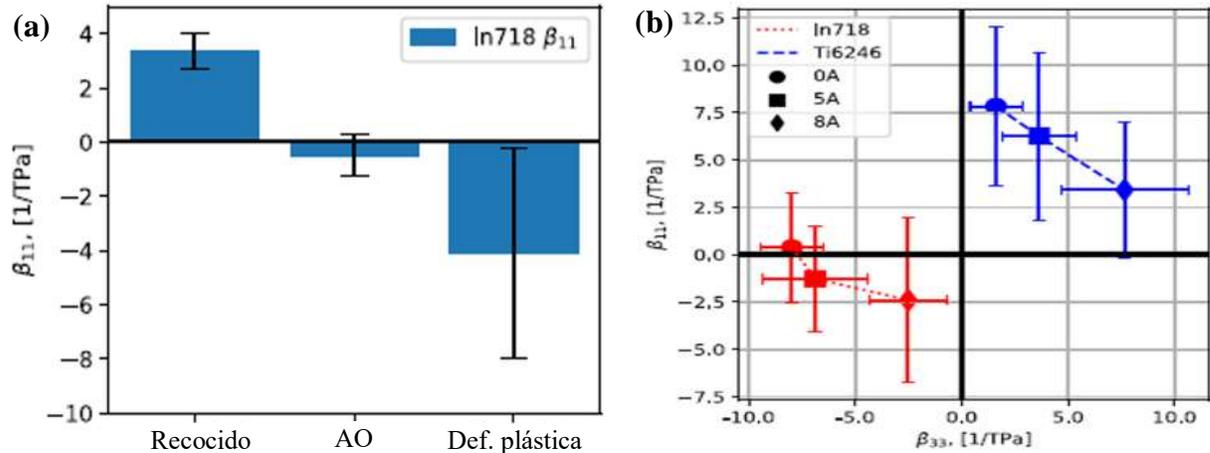


Figura 4. 52 Comportamiento del parámetro de no linealidad en: (a) Parámetro  $\beta_{11}$  para los tres diferentes estados de un espécimen de In718 (recocido, sin tratamiento térmico, deformado plásticamente) (b) Constantes acustoelásticas calculadas mediante ondas Rayleigh para especímenes de In718 y Ti6246 [43].

El parámetro de no linealidad mostro ser sensible a la precipitación de las partículas precipitadas  $\alpha_2$ , las cuales, de acuerdo con la literatura [11, 12, 16, 19, 51] se precipitan al interior de grano  $\alpha$ , y con el incremento del tiempo de envejecido, estas partículas incrementan su tamaño, sin embargo, continua siendo coherente dentro de la estructura cristalina y como consecuencia existe un incremento de la dureza de la aleación, en la presente investigación se obtuvo el valor máximo de dureza a 220 horas, lo que es consistente con el parámetro de no linealidad, tiempo donde también se obtuvo el valor máximo. Tiempos posteriores a 220 horas la aleación presentó una disminución en los valores de dureza, esto atribuido al fenómeno de sobre envejecido de la aleación, en esta etapa de acuerdo con la literatura, existe un crecimiento de las partículas precipitadas  $\alpha_2$  pero de manera incoherente, de igual manera, el parámetro de no linealidad mostro ser sensible, disminuyendo en comparación con la condición de envejecido a 220 horas.

## CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

- La microestructura en las condiciones estudiadas presenta un arreglo equiaxial compuesto por la fase  $\alpha$  como matriz y colonias de fase  $\beta$ , se observan pequeñas partículas dispersas en el interior de los granos de la matriz  $\alpha$ , se sospechan una mezcla de partículas  $\beta$  y precipitados  $\alpha_2$ , sin embargo, las técnicas MEB no permiten la confirmación de la conjetura, estas pequeñas partículas presentan tendencia de segregación hacia los límites de grano  $\alpha$  donde se concentra la fase  $\beta$ , observado mediante MEB.
- La fracción volumétrica de la fase  $\beta$  y el tamaño de grano  $\alpha$ , presentan un comportamiento inverso, no proporcional, dependientes del otro en microestructura equiaxial y del tiempo de envejecido. Las condiciones de envejecido durante 400 horas a 545°C se obtuvo un mayor porcentaje de fracción volumétrica de  $\beta$  y tamaño de grano  $\alpha$  con 30.55% y 6.09  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Mientras que para el envejecido a 600 °C durante 400 horas se obtuvo un mayor porcentaje de fracción volumétrica de  $\beta$  y tamaño de grano  $\alpha$  con 31.65% y 4.4  $\mu\text{m}$ , respectivamente, valores máximos de fracción volumétrica de fase  $\beta$  y menores en tamaño de grano de  $\alpha$  en cada una de las temperaturas de envejecido.
- Los resultados de difracción de rayos X muestran un corrimiento de los picos en función del tiempo de envejecido, implicando una distorsión en la red cristalina, debido al aumento de los parámetros de red, esto además influenciado por la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$  las cuales aumentan de tamaño en función del tiempo de envejecido, en rangos  $2\theta$  de 72 a 73° y 33.8 a 34.6° muestra la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$  en tiempos de envejecido posteriores a 220 horas. El tiempo de envejecido incrementa la intensidad de los picos característicos de la fase  $\beta$  ubicados en la posición 39.8°, congruente con el incremento de fracción volumétrica de  $\beta$  obtenido mediante MEB.
- La dureza de la aleación está en función del tiempo de envejecido, incrementa hasta llegar a su valor máximo a 220 horas de envejecido donde se obtuvo un valor de 371.25 HV, tiempos posteriores se tiene una caída en la dureza de la aleación hasta un valor mínimo de 343 HV a 400 horas, y mantiene una tendencia quasi-constante.

- El mayor porcentaje de elongación se presenta en la condición de recibido (metal base) con un 4.34%, con el incremento del tiempo de envejecido, la ductilidad se reduce, sin embargo, el esfuerzo ultimo de tensión y esfuerzo de cedencia incrementan hasta llegar a un máximo de 1024 MPa y 990 MPa, respectivamente, al llegar a 220 horas, el cual decae en tiempos posteriores, comportamiento atribuido a la presencia de partículas precipitadas  $\alpha_2$ , al llegar a su distribución y cantidad optima mejoran las propiedades mecánicas a 220 horas, tiempos posteriores debido al sobre envejecido se tiene un impacto negativo en la aleación, empobreciendo las propiedades mecánicas, fragilizando la aleación. Sin embargo, a partir de 50 horas de envejecido, el esfuerzo ultimo de tensión y de cedencia incrementan y posteriormente mantienen sus valores similares hasta 400 horas de envejecido.
- La aleación con microestructura equiaxial presenta fractura del tipo dúctil, se observa fractura plana en el centro y planos inclinados en la zona de formación de cuello y la presencia de micro-hoyuelos, los cuales, al interactuar entre ellos, se juntan favoreciendo la propagación de grieta propiciando la falla de la aleación.
- La técnica de acustoelásticidad es sensible a los cambios microestructurales producidos por efectos de tratamiento térmico de envejecido, por lo tanto, la técnica también presenta sensibilidad a las partículas precipitadas  $\alpha_2$  a pesar de que estas sean de carácter nanométrico.
- El parámetro de no linealidad muestra ser sensible al efecto de los tratamientos térmicos, además es posible detectar estos cambios en la región elástica de la aleación, demostrando el comportamiento no lineal en la región proporcional.

## **CAPÍTULO 6. TRABAJO FUTURO PROPUESTO**

- Realizar los ensayos no-destructivos (atenuación) en metal base y las condiciones características de envejecido de la aleación Ti-6Al-4V, contemplados para el presente trabajo de investigación.
- Mediante técnicas de ultrasonido medir la birrefringencia en las probetas en las distintas condiciones de tratamiento térmico.
- Emplear técnica de microscopia electrónica de transmisión para la caracterización de precipitados  $\alpha_2$ .

## REFERENCIAS

- [1] Chong Y, Bhattacharjee T, Yi J, Shibata A and Tsuji N. *Mechanical properties of fully martensite microstructure in Ti-6Al-4V alloy transformed from refined beta grains obtained by rapid heat treatment (RHT)*. **Scripta Materialia**. 138, 2017.
- [2] 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, 1-2, 2008.
- [3] El-Morsy A-W and Farahat A I Z. *Effect of Aging Treatment on the Damping Capacity and Mechanical Properties of Mg-6Al-1Zn Alloy*. **The Scientific World Journal**. 2015, 2015.
- [4] Blodgett M P and Nagy P B. *Eddy Current Assessment of Near-Surface Residual Stress in Shot-Peened Nickel-Base Superalloys*. **Journal of Nondestructive Evaluation**. 23, 3, 2004.
- [5] Javadi Y, Azari K, Ghalehbandi S M and Roy M J. *Comparison Between Using Longitudinal and Shear Waves in Ultrasonic Stress Measurement to Investigate the Effect of Post-Weld Heat-Treatment on Welding Residual Stresses*. **Research in Nondestructive Evaluation**. 28, 2, 2017.
- [6] Matlack K H, Kim J Y, Jacobs L J and Qu J. *Review of Second Harmonic Generation Measurement Techniques for Material State Determination in Metals*. **Journal of Nondestructive Evaluation**. 34, 1, 2014.
- [7] Marino D, Kim J-Y, Ruiz A, Joo Y-S, Qu J and Jacobs L J. *Using nonlinear ultrasound to track microstructural changes due to thermal aging in modified 9%Cr ferritic martensitic steel*. **NDT & E International**. 79, 2016.
- [8] Ruiz A, Ortiz N, Medina A, Kim J Y and Jacobs L J. *Application of ultrasonic methods for early detection of thermal damage in 2205 duplex stainless steel*. **NDT & E International**. 54, 2013.
- [9] Toupin R A and Bernstein B. *Sound Waves in Deformed Perfectly Elastic Materials. Acoustoelastic Effect*. **The Journal of the Acoustical Society of America**. 33, 2, 1961.
- [10] Gutiérrez-Vargas G, Ruiz A, Kim J-Y and Jacobs L J. *Characterization of thermal embrittlement in 2507 super duplex stainless steel using nonlinear acoustic effects*. **NDT & E International**. 94, 2018.
- [11] Leyens C and Peters M. *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. John Wiley & Sons. 2003.
- [12] Lütjering G and Williams J C. *Titanium*. Springer Science & Business Media. 2007.
- [13] 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*. 739-745.
- [14] Garcia-Castillo F A, García-Vázquez F D J, Reyes-Valdés F A, Zambrano-Robledo P D C, Hernández-Muñoz G M and Rodríguez-Ramos E R. *Evolución Microestructural en Uniones de la Aleación Ti-6Al-4V Mediante el Proceso de Soldadura de Punto por Fricción-agitación*. **Soldagem & Inspeção**. 21, 2, 2016.
- [15] Welsch G, Boyer R and Collings E W. *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM international. 1993.
- [16] Donachie M J. *Titanium: a technical guide*. ASM international. 2000.
- [17] Antonini L M, Kothe V, Reilly G and Malfatti C F. *NANOSTRUCTURED Ti6Al4V SURFACES: EFFECT ON THE GROWTH OF HUMAN EMBRYONIC STEM CELLS (hESCs)*.
- [18] Oshida Y. *Bioscience and bioengineering of titanium materials*. Elsevier. 2010.
- [19] Moiseyev V N. *Titanium alloys: Russian aircraft and aerospace applications*. CRC press.

- 2005.
- [20] Peters M, Hemptenmacher J, Kumpfert J and Leyens C. *Structure and properties of titanium and titanium alloys*. **Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications**. 2003.
- [21] Handbook A S M, Vol A P D, Vol H T, Vol F, Vol C, Vol M and Vol C. *ASM handbook*. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and**. 1964.
- [22] Dossett J L and Boyer H E. *Practical heat treating*. Asm International. 2006.
- [23] 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  $\alpha_2$  (Ti<sub>3</sub>Al) precipitates*. **Materials Science and Engineering: A**. 391, 1-2, 2005.
- [24] He Z, He H, Lou J, Li Y, Li D, Chen Y and Liu S. *Fabrication, Structure and Mechanical and Ultrasonic Properties of Medical Ti6Al4V Alloys Part I: Microstructure and Mechanical Properties of Ti6Al4V Alloys Suitable for Ultrasonic Scalpel*. **Materials**. 13, 2, 2020.
- [25] Askeland D R, Fulay P P and Wright W J. *Ciencia e ingeniería de materiales*. Cengage learning. 2017.
- [26] Shull P J. *Nondestructive evaluation: theory, techniques, and applications*. CRC press. 2002.
- [27] Chen C-H. *Ultrasonic and advanced methods for nondestructive testing and material characterization*. World Scientific. 2007.
- [28] Cantrell J H. *Crystalline structure and symmetry dependence of acoustic nonlinearity parameters*. **Journal of Applied Physics**. 76, 6, 1994.
- [29] Landau L D and Lifshitz E M. *Course of theoretical physics*. Elsevier. 2013.
- [30] Jhang K-Y. *Nonlinear ultrasonic techniques for nondestructive assessment of micro damage in material: a review*. **International journal of precision engineering and manufacturing**. 10, 1, 2009.
- [31] Zhang Y, Abraham O, Grondin F, Loukili A, Tournat V, Le Duff A, Lascoup B and Durand O. *Study of stress-induced velocity variation in concrete under direct tensile force and monitoring of the damage level by using thermally-compensated coda wave interferometry*. **Ultrasonics**. 52, 8, 2012.
- [32] Hughes D S and Kelly J L. *Second-Order Elastic Deformation of Solids*. **Physical Review**. 92, 5, 1953.
- [33] Murnaghan F D. *Finite deformations of an elastic solid*. **American Journal of Mathematics**. 59, 2, 1937.
- [34] Landau L D and Lifshitz E M, "Course of Theoretical Physics, Theory of Elasticity, vol. 7," ed: Pergamon Press, Oxford, 1986.
- [35] Cantrell J H. *Fundamentals and applications of nonlinear ultrasonic nondestructive evaluation*. **Ultrasonic Nondestructive Evaluation: Engineering and biological material characterization**. 363, 2004.
- [36] Bai H, Deng H, Chen L, Liu X, Qin X, Zhang D, Liu T and Cui X. *Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser-melted Ti64 and Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe*. **Metals**. 11, 4, 2021.
- [37] Nagy P B. *Fatigue damage assessment by nonlinear ultrasonic materials characterization*. **Ultrasonics**. 36, 1, 1998.
- [38] Escobar-Ruiz E, Ruiz A, Hassan W, Wright D C, Collison I J, Cawley P and Nagy P B. *Non-linear Ultrasonic NDE of Titanium Diffusion Bonds*. **Journal of Nondestructive Evaluation**. 33, 2, 2014.
- [39] Hasegawa M and Sasaki Y. *Acoustoelastic birefringence effect in wood I: effect of applied stresses on the velocities of ultrasonic shear waves propagating transversely to*

- the stress direction. Journal of wood science.* 50, 1, 2004.
- [40] Barajas Álvarez M R. *Caracterización microestructural y no destructiva de una aleación Ti-6Al-4V envejecida térmicamente.* 2019.
- [41] Celada-Casero C, Chao J, Urones-Garrote E and San Martín 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.
- [42] Croxford A J, Wilcox P D, Drinkwater B W and Nagy P B. *The use of non-collinear mixing for nonlinear ultrasonic detection of plasticity and fatigue. The Journal of the Acoustical Society of America.* 126, 5, 2009.
- [43] Gartsev S and Köhler B. *Direct measurements of Rayleigh wave acoustoelastic constants for shot-peened superalloys. NDT & E International.* 113, 2020.
- [44] Shui G, Wang Y-S and Gong F. *Evaluation of plastic damage for metallic materials under tensile load using nonlinear longitudinal waves. NDT & E International.* 55, 2013.
- [45] 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.
- [46] International A. *ASTM E8/E8M-09 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.*
- [47] Ruiz A, Ortiz N, Carreón H and Rubio C. *Utilization of ultrasonic measurements for determining the variations in microstructure of thermally degraded 2205 duplex stainless steel. Journal of Nondestructive Evaluation.* 28, 3, 2009.
- [48] Sha W and Malinov S. *Titanium alloys: modelling of microstructure, properties and applications.* Elsevier. 2009.
- [49] Lee D-G, Lee S and Lee C S. *Quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy containing fine  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al precipitates. Materials Science and Engineering: A.* 366, 1, 2004.
- [50] Ye H Q. *Recent developments in Ti<sub>3</sub>Al and TiAl intermetallics research in China. Materials Science and Engineering: A.* 263, 2, 1999.
- [51] Dear F F, Kontis P, Gault B, Ilavsky J, Rugg D and Dye D. *Mechanisms of Ti<sub>3</sub>Al precipitation in hcp  $\alpha$ -Ti. Acta Materialia.* 212, 2021.
- [52] Wang L M, Lin H C and Tsai C J. *Characterization and mechanism of  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al and  $\gamma$ -TiAl precipitation in Ti-6Al-4V alloy following tungsten arc welding.* 320-329.
- [53] 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.
- [54] Herzig C, Wilger T, Przeorski T, Hisker F and Divinski S. *Titanium tracer diffusion in grain boundaries of  $\alpha$ -Ti,  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al, and  $\gamma$ -TiAl and in  $\alpha_2/\gamma$  interphase boundaries. Intermetallics.* 9, 5, 2001.
- [55] Carreón H, Carreón M and Dueñas A. *Assessment of precipitates of aged Ti-6Al-4V alloy by ultrasonic attenuation. Philosophical Magazine.* 97, 1, 2017.
- [56] Barajas-Alvarez M R, Ruiz A and López-Morelos V H. *Effect of Gradual Precipitation of  $\alpha_2$  Particles on Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy. MRS Advances.* 3, 62, 2018.
- [57] Patil S, Kekade S, Phapale K, Jadhav S, Powar A, Supare A and Singh R. *Effect of  $\alpha$  and  $\beta$  phase volume fraction on machining characteristics of titanium alloy Ti6Al4V. Procedia Manufacturing.* 6, 2016.
- [58] Jianing L, Chuanzhong C and Lei Z. *Microstructure characteristics of Ti<sub>3</sub>Al/TiC ceramic layer deposited by laser cladding. International Journal of Refractory Metals and*

- Hard Materials.** 29, 1, 2011.
- [59] Školáková A, Salvetr P, Leitner J, Lováši T and Novák P. *Formation of phases in reactively sintered TiAl<sub>3</sub> alloy.* **Molecules.** 25, 8, 2020.
- [60] Vahidshad Y and Khodabakhshi A H. *Effect of Solution Treatment and Aging Temperature on  $\alpha'$  and Ti<sub>3</sub>Al ( $\alpha_2$ ) Phase Formation and Mechanical Properties of Water-Quenched Ti-6Al-4V.* **Metallography, Microstructure, and Analysis.** 11, 1, 2022.
- [61] Hacisalioglu I, Yildiz F, Alsaran A and Purcek G. *Wear behavior of the plasma and thermal oxidized Ti-15Mo and Ti-6Al-4V alloys.* 012055.
- [62] Pushilina N, Panin A, Syrtanov M, Kashkarov E, Kudiiarov V, Perevalova O, Laptev R, Lider A and Koptyug A. *Hydrogen-induced phase transformation and microstructure evolution for Ti-6Al-4V parts produced by electron beam melting.* **Metals.** 8, 5, 2018.
- [63] Valkov S, Petrov P, Neov D, Beskrovny A and Kozlenko D. *X-ray and neutron diffraction of TiAl alloys.*
- [64] Chen S, Chen Y, Zhang H, Tang Y, Wei J and Sun W. *Bulk synthesis and characterization of Ti<sub>3</sub>Al nanoparticles by flow-levitation method.* **Journal of Nanomaterials.** 2013, 2013.
- [65] Callegari B, Marçola J V, Aristizabal K, Soldera F A, Mücklich F and Pinto H C. *Effect of microstructure on Ti<sub>3</sub>Al precipitation during ageing of Ti-6Al-4V alloy.* 12014.
- [66] Lee D-G and Lee S. *Effects of nano-sized  $\alpha_2$  (Ti<sub>3</sub>Al) particles on quasi-static and dynamic deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy with bimodal microstructure.* **Journal of materials science.** 40, 15, 2005.
- [67] Lane I, Cavallaro J and Morton A. *Sea-water embrittlement of titanium.* 1966.
- [68] Choe H-J, Won J W, Hyun Y-T, Lim K R 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.
- [69] Omoniyi P O, Akinlabi E T and Mahamood R M. *Heat treatments of Ti6Al4V alloys for industrial applications: An overview.* 012094.
- [70] Campbell Jr F C. *Manufacturing technology for aerospace structural materials.* Elsevier. 2011.
- [71] Joshi V A. *Titanium alloys: an atlas of structures and fracture features.* Crc Press. 2006.
- [72] Reed-Hill R E, Abbaschian R and Abbaschian R. *Physical metallurgy principles.* Van Nostrand New York. 1973.
- [73] Santoveña Chávez B. *Caracterización por medio de técnicas no destructivas de nanopartículas precipitadas en una aleación Ti-6Al-4V tratada térmicamente por envejecimiento.* 2013.
- [74] Ramírez Sandoval S A. *Caracterización del tamaño de grano de un acero inoxidable AISI 316L mediante mediciones de ultrasonido.* 2017.
- [75] Haubrich J, Gussone J, Barriobero-Vila P, Kürnsteiner P, Jäggle E A, Raabe D, Schell N and Requena G. *The role of lattice defects, element partitioning and intrinsic heat effects on the microstructure in selective laser melted Ti-6Al-4V.* **Acta Materialia.** 167, 2019.
- [76] Withers P J and Bhadeshia H. *Residual stress. Part 1—measurement techniques.* **Materials science and Technology.** 17, 4, 2001.