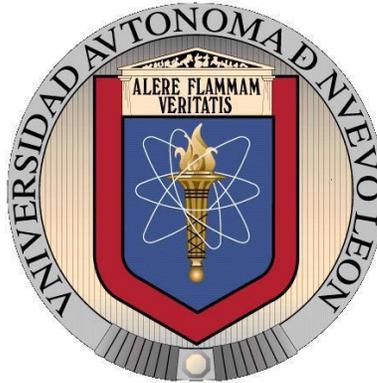


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



**EFFECTOS DE LA MORFOLOGÍA Y DISTRIBUCIÓN DE LAS FASES  
ALFA Y BETA EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA  
ALEACIÓN Ti-407**

**POR**

**M.C. LUIS ANGEL BARBOZA GONZÁLEZ**

**Como requisito para obtener el Grado de DOCTOR EN  
INGENIERÍA DE MATERIALES**

Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L., julio de 2024

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**  
**SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**EFFECTOS DE LA MORFOLOGÍA Y DISTRIBUCIÓN DE LAS FASES  
ALFA Y BETA EN LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA  
ALEACIÓN Ti-407**

**POR**

**M. C. LUIS ANGEL BARBOZA GONZÁLEZ**

**Como requisito para obtener el Grado de DOCTOR EN  
INGENIERÍA DE MATERIALES**

Ciudad Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L, julio de 2024

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica**  
**Posgrado**

Los miembros del Comité de Evaluación de Tesis recomendamos que la Tesis “Efectos de la morfología y distribución de las fases alfa y beta en las propiedades mecánicas de la aleación Ti-407”, realizada por el estudiante Luis Ángel Barboza González, con número de matrícula 1243117, sea aceptada para su defensa como requisito parcial para obtener el grado de Doctor en Ingeniería de Materiales.

**El Comité de Evaluación de Tesis**

Dr. Enrique Manuel López Cuellar  
Director

Dr. Armando Salinas Rodriguez  
Co-director

Dr. Azael Martínez de la Cruz  
Revisor

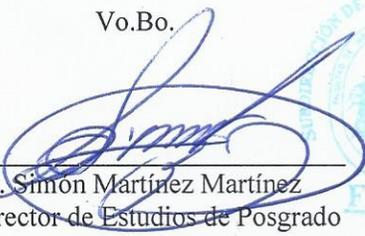
Dra. Dora Irma Martínez Delgado  
Revisor

Dr. Francisco Aurelio Pérez González  
Revisor

Dr. Javier Humberto Ramírez Ramírez  
Revisor

Dr. Hugo Guajardo Martínez  
Revisor

Vo.Bo.

  
\_\_\_\_\_  
Dr. Simón Martínez Martínez  
Subdirector de Estudios de Posgrado

Institución 190001

Programa 122608

Acta Núm. 347

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco Dios, por darme la vida, por entregarme una hermosa familia, grandes amigos y en el caso de mis estudios, por poner todo a mi alcance para poder llegar a buen término.

A mi familia, especialmente a mi esposa por su apoyo incondicional y a mis hijos que sin darse cuenta me inspiraron y me dieron el aliento para terminar este trabajo.

A mis padres, gracias por creer en mí desde niño, por motivarme a estudiar y a superarme constantemente.

A la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, por proporcionar el entorno educativo para mi formación profesional, desde Licenciatura hasta Doctorado.

Agradezco a la empresa FRISA FORJADOS por las oportunidades de desarrollo que me ha brindado, y particularmente por la beca para realizar mis estudios de Doctorado. Asimismo quiero agradecer a todos mis compañeros y excompañeros de FRISA que de alguna manera aportaron a este trabajo, con su talento, experiencia, tiempo, puntos de vista, o simplemente con su escucha en momentos de dificultad e incertidumbre: Neftaly Galván, Juan Arenas, Abraham Guevara, Osvaldo González, Roberto Silva, Enrique Turrubiates, Nely Flores, Luis Martínez, Felipe León, Dagoberto Silva, Raúl Ornelas, Esaú Núñez, Juan Carlos Montemayor, Israel Barragán, José Antonio Molina, Alan González, Eduardo Rangel, Diego Errasti.

A mis asesores: Dr. Enrique López Cuéllar, gracias por confiar en mí y por apoyarme a terminar este proyecto, tal como lo hizo en mi tesis de Maestría. Al Dr. Hugo Guajardo Martínez, gracias por enseñarme las bases de la metalurgia de aleaciones de titanio y superaleaciones, y en especial por demostrar confianza en mis capacidades y potencial. Al Dr. Armando Salinas Rodríguez, gracias por compartir de su vasta experiencia en metalurgia física, por las valiosas discusiones que tuvimos a lo largo del proyecto, y por su asesoramiento en la publicación de mi primer artículo.

Al CINVESTAV unidad Saltillo y a sus investigadores y estudiantes que participaron directa e indirectamente en la realización de experimentos y análisis de resultados: Dr. Francisco Botello, Dr. Rogelio Deaquino, Dr. César Facusseh.

A mis profesoras y profesores del Doctorado, gracias por esforzarse en sus clases y por retarme a salir de mi zona de confort en las actividades dentro y fuera del aula. Agradezco especialmente a la Dra. Dora Irma Martínez, quien me ha apoyado desde mis estudios de Maestría.

A mis compañeros de clases por los buenos momentos y aprendizajes: Sebin, Aiswarya, Akshana, Fermin, Antonio, Sara, Denis, Adriagni, Gabino, Gabriel, Joseph, Jorge, y Oscar.

# ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS.....	1
ÍNDICE DE TABLAS.....	8
RESUMEN.....	9
CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....	10
1.1 Hipótesis.....	12
1.2 Objetivo General.....	12
1.3 Objetivos Específicos.....	13
CAPÍTULO II. ALEACIONES DE TITANIO.....	15
2.1 Generalidades sobre el titanio.....	15
2.2 Metalurgia del titanio.....	16
2.3 Clasificación de las aleaciones de titanio.....	21
2.3.1 Aleaciones alfa.....	23
2.3.2 Aleaciones beta.....	23
2.3.3 Aleaciones alfa + beta.....	24
2.4 Microestructura de las aleaciones de titanio.....	25
2.5 Influencia del procesamiento en la microestructura.....	30
2.5.1 Deformación en caliente de aleaciones de titanio.....	35
2.5.2 Tratamientos térmicos de aleaciones de titanio.....	39
2.6 Aleación Ti-407 (TIMETAL®407).....	41
CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	49
3.1 Introducción.....	49
3.2 Ensayos de compresión con cilindros de geometría “A” (10 x 15 mm)....	54
3.3 Ensayos de compresión con cilindros de geometría “B” (60 x 90 mm)....	57

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	61
4.1 Caracterización de la condición inicial .....	61
4.1.1 Dilatometría .....	61
4.1.2 Análisis microestructural en la condición de recocido beta. ....	62
4.1.3 Dureza Brinell .....	65
4.1.4 Tensión a temperatura ambiente.....	66
4.2 Ensayos de compresión a alta temperatura en máquina universal .....	68
4.2.1 Análisis de esfuerzos de flujo en función de la temperatura y la microestructura inicial.....	68
4.2.2 Caracterización microestructural de los especímenes deformados en compresión.....	73
4.3 Ensayos de compresión a alta temperatura en prensa industrial .....	86
4.3.1 Ensayos de tensión a temperatura ambiente a partir de especímenes deformados en compresión en prensa industrial.....	89
4.3.2 Caracterización microestructural a partir de probetas ensayadas en tensión a temperatura ambiente.....	94
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	98
BIBLIOGRAFÍA.....	101
PUBLICACIONES.....	109

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Variación del espesor de las láminas de alfa y beta en función de la velocidad de enfriamiento [10]. .....	18
Figura 2. Efecto de la velocidad de enfriamiento desde el campo de la fase beta en las microestructuras laminares, Ti 6-2-4-2: (a) 1°C/min, (b) 100°C/min, (c) 8000°C/min [15]. .....	20
Figura 3. Microestructura martensítica de la aleación Ti-6Al-2Mo-2Cr obtenida enfriando desde 1050°C a una tasa de 48°C/s [16]. .....	21
Figura 4. Obtención de beta transus por medio de dilatometría para una aleación Ti-6Al-4V ELI [21]. .....	26
Figura 5. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de muestras con grano ultrafino de aleación Ti-6Al-4V deformadas a 955°C, $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a deformaciones verdaderas de (a) 0, (b) 0.5, y (c) 1.4 [24]. .....	29
Figura 6. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación IMI834 a una velocidad de deformación de $1 \text{ s}^{-1}$ [25]. .....	30
Figura 7. Diagrama esquemático del procesamiento de aleaciones de titanio en el rango beta y en el rango bifásico. ....	31
Figura 8. Tamaño de grano promedio graficado contra temperatura y tiempo para la fase alfa a 870°C y la fase beta a 910°C, para diferentes experimentos con titanio comercialmente puro [26]. .....	32
Figura 9. Microestructura de una muestra de Ti-6Al-4V deformada en compresión a 930°C, (a) antes de la deformación, (b) y (c) deformadas a $0.1 \text{ s}^{-1}$ hasta una magnitud de deformación de 0.2 y 1, respectivamente [27]. .....	33

Figura 10. Curvas de flujo expresadas en función de la resistencia a la cedencia con respecto a la temperatura relativa a beta transus para distintas aleaciones de titanio [3]. .....	36
Figura 11. Mapa de procesamiento para la aleación Ti-6-2-4-2.....	36
Figura 12. Mapa microestructural de mecanismos de deformación [31]. .....	37
Figura 13. Curvas esfuerzo-deformación para un titanio comercialmente puro a una velocidad de deformación de 3.6 mm/min [32]......	38
Figura 14. Mapa de difracción de electrones retro dispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) de una aleación base Ti-Nb con 90% de reducción en rolado a 850°C y posteriormente tratado a 900°C por 45 minutos [33]......	40
Figura 15. Comparación del desempeño en fatiga de altos ciclos (HCF) entre las aleaciones Ti-407 y Ti 6-4 [34]......	42
Figura 16. Fotomicrografías de las muestras de compresión y sus respectivos tratamientos térmicos: (a) Ti 6-4, recocido, (b) Ti-407 Solubilizado + enfriamiento en aire, (c) Ti-407 Solubilizado + enfriamiento en aceite, (d) Ti-407 Solubilizado + enfriamiento en agua [39]. .....	44
Figura 17. Curvas de flujo obtenidas por medio de ensayos de compresión a velocidades de deformación de: (a) $0.1 \text{ s}^{-1}$ , (b) $1 \text{ s}^{-1}$ , y (c) $10 \text{ s}^{-1}$ [39]. .....	45
Figura 18. Curvas esfuerzo-deformación para las aleaciones Ti-407 y Ti 6-4 en tensión uniaxial a distintas velocidades de deformación [6]......	46
Figura 19. Variación del contenido de alfa primaria en la condición de recocido (partículas claras en las fotomicrografías) [5]. .....	47
Figura 20. Segmento de anillo rolado que fue utilizado para la realización de los experimentos .....	49
Figura 21. Dilatómetro vertical utilizado para determinar la $T_{\beta\gamma}$ de la aleación Ti-407.....	50
Figura 22. Dimensiones de los especímenes identificados como geometrías “A” y “B”. .....	51

Figura 23. Cilindros de geometría “B”, tratados térmicamente a  $T > T_{\beta_t}$  y enfriados en aire (izquierda), agua (centro) y horno (derecha), y segmentos tratados de la misma manera para su subsecuente caracterización mecánica y microestructural. .... 52

Figura 24. Durómetro portátil y analizador de huellas de dureza Brinell. .... 53

Figura 25. Diagrama esquemático de la metodología experimental. .... 54

Figura 26. Máquina universal MTS modelo QTEST / 100 equipada con horno para ensayos de compresión a alta temperatura. .... 56

Figura 27. Cilindros de geometría tipo B deformados en compresión a alta temperatura, marcados con líneas discontinuas que indican las zonas de corte para su posterior análisis. .... 58

Figura 28. Distribución de muestras de geometría B en la mufla de tratamiento térmico durante el ciclo de solubilizado a 835°C. .... 59

Figura 29. Representación esquemática de la extracción de probetas de tensión a partir de los cilindros con geometría B deformados en compresión (vista en sección transversal). Arriba, muestra deformada al 80% de reducción de altura; abajo, muestra deformada al 40% de reducción de altura. .... 59

Figura 30. Cortadora de disco utilizada para realizar los cortes de las probetas de tensión ensayadas. .... 60

Figura 31. Perfil dilatométrico de la aleación Ti-407 obtenido a una velocidad de calentamiento de 10°C/min en un dilatómetro vertical calentado por resistencia. .... 62

Figura 32. Imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM), de la aleación Ti-407 después de un tratamiento térmico de recocido beta a 940°C por 1 h, seguido de: a) enfriamiento en horno, b) enfriamiento en aire, y c) temple en agua. .... 63

Figura 33. Dureza Brinell de las muestras calentadas a 940°C por 1 hora y enfriadas en agua, aire y horno, respectivamente. .... 65

Figura 34. Resistencia mecánica de la aleación Ti-407 en función del medio de enfriamiento utilizado en el ciclo de recocido $\beta$ (940°C, 1h). .....	66
Figura 35. Ductilidad expresada en términos de elongación y reducción de área a la fractura en función del medio de enfriamiento utilizado en el ciclo de recocido $\beta$ (940°C, 1h). .....	67
Figura 36. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación Ti-407 obtenida a velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, para la condición inicial de recocido beta y enfriamiento lento en horno. ....	68
Figura 37. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación Ti-407 obtenida a velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, para la condición inicial de recocido beta y enfriamiento en aire. ....	69
Figura 38. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación Ti-407 obtenida a velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, para la condición inicial de recocido beta y temple en agua. ....	70
Figura 39. Efecto del medio de enfriamiento en la etapa de recocido a $T > T_{\beta t}$ en el esfuerzo de cedencia en compresión a diferentes temperaturas. ....	72
Figura 40. Efecto del medio de enfriamiento en la etapa de recocido a $T > T_{\beta t}$ en el esfuerzo máximo en compresión a diferentes temperaturas. ....	72
Figura 41. Plano de corte de las probetas ensayadas en compresión uniaxial (sección transversal) para caracterización microestructural. ....	73
Figura 42. Reconstrucción de imágenes de microscopía óptica que muestra las distintas zonas de deformación. Vista en sección transversal de una muestra tratada a $T > T_{\beta t}$ (940°C/1h/Horno), recalentada a 750°C, y deformada axialmente en compresión uniaxial. ....	74
Figura 43. Microestructura de la región contigua a la superficie en contacto con los dados de la máquina de ensayos universal, para una muestra deformada a 750°C, previamente recocida a 940°C / 1h / Horno. En la imagen se observan granos beta previos, alfa decorando las fronteras de grano ( $\alpha_{GB}$ ) y láminas de alfa Widmanstätten ( $\alpha_w$ ). ....	75

Figura 44. Microestructura de la región central de una muestra deformada a 750°C, previamente recocida a 940°C / 1h / Horno, constituida por la fase alfa (zonas claras) en una matriz de beta (zonas oscuras). Las flechas en la imagen de la derecha indican regiones constituidas por la fase $\alpha$ con morfología equiaxial y elongada. ....	76
Figura 45. Microestructura de las muestras recocidas a 940°C por una hora y enfriadas lentamente en el horno, posterior a la deformación a distintas temperaturas: a) 750°C, b) 770°C, c) 790°C, d) 815°C, e) 830°C, f) 850°C, g) 870°C, h) 890°C, e i) 910°C.....	77
Figura 46. Microestructura de las muestras recocidas a 940°C por una hora y enfriadas al aire, posterior a la deformación a distintas temperaturas: a) 750°C, b) 770°C, c) 790°C, d) 815°C, e) 830°C, f) 850°C, g) 870°C, h) 890°C, e i) 910°C. ....	78
Figura 47. Microestructura de las muestras recocidas a 940°C por una hora y templadas en agua, posterior a la deformación a distintas temperaturas: a) 750°C, b) 770°C, c) 790°C, d) 815°C, e) 830°C, f) 850°C, g) 870°C, h) 890°C, e i) 910°C. ....	79
Figura 48. Micrografías de los especímenes tratados térmicamente a 940°C / 1h / enfriamiento en horno, y posteriormente deformados en compresión a 750°C (a), 770°C (b), 790°C (c), 815°C (d), 830°C (e), 850°C (f), 870°C (g), 890°C (h), y 910°C (i).....	81
Figura 49. Micrografías de los especímenes tratados térmicamente a 940°C / 1h / enfriamiento en aire, y posteriormente deformados en compresión a 750°C (a), 770°C (b), 790°C (c), 815°C (d), 830°C (e), 850°C (f), 870°C (g), 890°C (h), y 910°C (i).....	83
Figura 50. Micrografías de los especímenes tratados térmicamente a 940°C / 1h / enfriamiento en agua, y posteriormente deformados en compresión a 750°C (a), 770°C (b), 790°C (c), 815°C (d), 830°C (e), 850°C (f), 870°C (g), 890°C (h), y 910°C (i).....	84

Figura 51. Descripción esquemática de la evolución microestructural de la aleación Ti-407 durante el ensayo de compresión a alta temperatura.....	85
Figura 52. Evolución morfológica de la fase alfa en función de la temperatura de deformación, posterior a los ensayos de compresión uniaxial.....	86
Figura 53. Macroestructura de la sección transversal de especímenes con geometría “B”, después de ser deformados en una prensa industrial; 40% (arriba), y 80% (abajo).....	87
Figura 54. Microestructura representativa de las distintas zonas de un espécimen cilíndrico deformado en compresión uniaxial en una prensa hidráulica industrial: a) zona superior deformada ligeramente, b) zona inferior deformada ligeramente; c) centro de la muestra donde se concentra la mayor deformación.....	88
Figura 55. Resistencia a la cedencia para las muestras deformadas a 740°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 740°C + 80% de reducción de altura (derecha). .....	89
Figura 56. Resistencia a la tensión para las muestras deformadas a 740°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 740°C + 80% de reducción de altura (derecha). .....	90
Figura 57. Reducción de área a fractura para las muestras deformadas a 740°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 740°C + 80% de reducción de altura (derecha). .....	91
Figura 58. Resistencia a la cedencia para las muestras deformadas a 840°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 840°C + 80% de reducción de altura (derecha). .....	92
Figura 59. Resistencia a la tensión para las muestras deformadas a 840°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 840°C + 80% de reducción de altura (derecha). .....	93
Figura 60. Reducción de área a fractura para las muestras deformadas a 840°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 840°C + 80% de reducción de altura (derecha). .....	93

Figura 61. Micrografías obtenidas a partir de especímenes de tensión, extraídos de muestras deformadas en compresión, previamente expuestas a un recocido-β con enfriamiento en horno, 2000x..... 94

Figura 62. Micrografías obtenidas a partir de especímenes de tensión, extraídos de muestras deformadas en compresión, previamente expuestas a un recocido-β con enfriamiento en aire, 2000x..... 95

Figura 63. Micrografías obtenidas a partir de especímenes de tensión, extraídos de muestras deformadas en compresión, previamente expuestas a un recocido-β con enfriamiento en agua, 2000x..... 96

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Parámetros característicos de los tipos de estructuras metálicas.....	19
Tabla 2. Influencia de la microestructura en distintas propiedades de las aleaciones de titanio. El símbolo “+” indica una contribución positiva a la propiedad indicada, mientras que “-“ representa un aporte negativo.....	28
Tabla 3. Efecto de los parámetros de forjado en las características metalúrgicas de aleaciones de titanio durante su procesamiento termo-mecánico [4]. .....	34
Tabla 4. Composición química de las aleaciones Ti-407 y Ti-6Al-4V .....	42
Tabla 5. Composición química de la colada utilizada para la realización de los experimentos con la aleación Ti-407. ....	50
Tabla 6. Condiciones experimentales para ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura, en máquina universal.....	55
Tabla 7. Condiciones experimentales para ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura, en prensa hidráulica industrial. ....	57
Tabla 8. Espesor promedio de las láminas de alfa y fracción en área obtenida al enfriar la aleación Ti-407 desde una temperatura de 940°C empleando distintos medios de enfriamiento.....	64

## RESUMEN

En el presente trabajo se estudió la influencia de la microestructura inicial y la temperatura en el esfuerzo de flujo y en la evolución microestructural de la aleación de titanio TIMETAL®407 (Ti-407), la cual es utilizada en la fabricación de componentes de motores de aviación, especialmente en aquellos en los que se requiere una alta absorción de energía en impactos, así como alta resistencia a la fatiga de altos ciclos.

El objetivo principal consistió en elucidar el efecto de la temperatura y la magnitud de la deformación en la morfología y distribución de las fases alfa y beta resultantes, partiendo de microestructuras predeterminadas; para optimizar su procesamiento termomecánico y obtener un balance óptimo de resistencia a la cedencia y ductilidad a temperatura ambiente en la aleación Ti-407.

Se realizaron ensayos de compresión en una máquina universal y posteriormente en una prensa hidráulica industrial, partiendo de tres microestructuras iniciales, las cuales fueron obtenidas por medio de un tratamiento térmico de recocido en el rango de la fase beta, seguido de tres velocidades de enfriamiento, mediante las cuales se obtuvieron distintas morfologías de la fase alfa.

Se encontró que tanto los esfuerzos de flujo, como la resistencia a la cedencia y la ductilidad a temperatura ambiente pueden ser moduladas en función de la microestructura inicial y su interacción con el procesamiento termomecánico, en el cual las láminas iniciales de alfa se vuelven globulares a medida que la temperatura se acerca a la beta transus ( $T_{\beta_i}$ ), y la magnitud de deformación se incrementa.

## CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de titanio son ampliamente utilizadas en la industria aeroespacial debido a su alta resistencia a la tensión aún a altas temperaturas, en un rango aproximado de 538°C – 595°C (1000°F a 1100°F), dependiendo de su composición química [1]. Además, poseen una excepcional resistencia a la corrosión y baja densidad.

Por otra parte, las desventajas de estas aleaciones radican en su pobre resistencia a la oxidación a altas temperaturas ( $T > 700^{\circ}\text{C}$ ) y en su alto costo de manufactura; por ejemplo, el maquinado de titanio es por lo menos diez veces más costoso que el maquinado de aluminio [2].

En este sentido, se han diseñado aleaciones de titanio capaces de ser forjadas a menor temperatura y con mayor facilidad de maquinado que sus predecesoras, lo cual se traduce en costos inferiores de procesamiento.

La aleación Ti-407, cuyo nombre comercial es TIMETAL®407, se desarrolló recientemente como un sustituto de la aleación de titanio más utilizada (Ti 6Al-4V) para ciertas aplicaciones que demandan una alta absorción de energía en impactos y resistencia a la tensión moderada.

El principal beneficio de incorporar la aleación Ti-407 en motores de aviación es la reducción en el costo de manufactura con respecto a la Ti 6Al-4V, debido a su mayor ductilidad durante el proceso de forja a más bajas temperaturas, y a su facilidad de maquinado [3].

Como se explicará a mayor profundidad en el Capítulo II, el titanio cristaliza en dos tipos estructuras, conocidas con el nombre de fases alfa y beta. En la fase

beta, el acomodo de los átomos puede describirse en términos de una celda cúbica centrada en el cuerpo (bcc); y en la fase alfa los átomos se encuentran ordenados siguiendo una secuencia de apilamiento tipo hexagonal compacto (hcp).

La estructura cúbica ( $\beta$ ) se encuentra sólo a altas temperaturas, a menos que el titanio sea aleado con otros elementos para mantener la estructura cúbica a bajas temperaturas.

De este modo, la microestructura de las aleaciones de titanio se describe principalmente en términos del tamaño de cristal y de la distribución de las fases alfa y beta. Considerando que una microestructura pudiera estar compuesta por cristales de menor o mayor tamaño, la morfología de las fases alfa y beta pudiera ser laminar o equiaxial (globular); y ambas pudiesen estar presentes en distintas proporciones.

Los distintos tipos de microestructuras son generados a partir de procesamientos termomecánicos, los cuales se caracterizan por una combinación de calentamientos, deformaciones, enfriamientos y tratamientos térmicos de solubilizado, envejecido y relevado de esfuerzos [4]. En este sentido, las microestructuras laminares se obtienen durante el enfriamiento desde el campo de la fase beta, siendo el espesor de las láminas inversamente proporcional a la velocidad de enfriamiento.

Por su parte, las microestructuras equiaxiales son el resultado de un proceso de recristalización; por lo tanto, la aleación primeramente debe ser altamente deformada en el campo bifásico de alfa + beta ( $\alpha+\beta$ ) para introducir suficiente trabajo mecánico en el material.

Durante el solubilizado subsecuente, se genera una microestructura equiaxial recristalizada. Las microestructuras equiaxiales por lo general tienen mayor ductilidad y resistencia a la fatiga, mientras que las microestructuras laminares presentan alta tenacidad a la fractura y muestran mayor resistencia a la termofluencia y a la propagación de grietas por fatiga.

En cuanto a la evolución microestructural de la aleación Ti-407 (4V-0.7Al-0.08Fe-0.2Si, en porcentaje en peso), se ha estudiado el efecto de la magnitud de la deformación en caliente y la temperatura de deformación en el contenido de la fase alfa con morfología equiaxial después de someter el material deformado a un recocido de 820°C por 8 horas. Se encontró que el contenido de alfa equiaxial se incrementa conforme la temperatura de deformación descende y el porcentaje de deformación es incrementado [5].

Asimismo, se realizó una comparación del comportamiento a tensión y a compresión a temperatura ambiente de la aleación Ti-407 en comparación con la Ti 6Al-4V para caracterizar macroscópicamente el comportamiento mecánico, así como la evolución de la textura del material por medio de la técnica de difracción de electrones retro dispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) [6]. Estos ensayos mecánicos a temperatura ambiente dejaron en evidencia la diferencia en ductilidad entre ambas aleaciones.

Los trabajos antes citados evidencian la ventaja en ductilidad de la aleación Ti-407 con respecto a la Ti 6Al-4V; sin embargo, a la fecha no se ha reportado con precisión la relación entre la microestructura inicial, su evolución durante el procesamiento termomecánico, y el efecto en la resistencia a la cedencia y en la ductilidad a temperatura ambiente, siempre con el objetivo de obtener un balance óptimo en estas dos propiedades mecánicas.

## **1.1 Hipótesis**

Es posible modular la resistencia a la cedencia y la ductilidad a temperatura ambiente de la aleación Ti-407 en función de la morfología y distribución de las fases alfa y beta, que, a su vez, pueden ser influenciadas por la microestructura inicial previa al procesamiento termomecánico.

## **1.2 Objetivo General**

Elucidar el efecto de la temperatura y la magnitud de la deformación en la morfología y distribución de las fases alfa y beta resultantes, partiendo de

microestructuras predeterminadas; para optimizar su procesamiento termomecánico y obtener un balance óptimo de resistencia a la cedencia y ductilidad a temperatura ambiente en la aleación Ti-407.

### 1.3 Objetivos Específicos

A continuación, se menciona cada uno de los objetivos específicos que contribuyeron a alcanzar el objetivo general de este trabajo de investigación:

- Determinar experimentalmente la temperatura beta transus ( $T_{\beta}$ ) para la colada utilizada, ya que esta temperatura constituye la base para la selección de temperaturas para los ensayos de compresión.
- Promover la formación de tres microestructuras iniciales aplicando un recocido beta ( $T > T_{\beta}$ ) y enfriando a distintas velocidades típicas de la industria aeroespacial para esta aplicación.
- Caracterizar la microestructura, dureza y propiedades de tensión a temperatura ambiente en la condición de recocido beta, con el fin de evaluar la microestructura resultante del enfriamiento a distintas velocidades desde el rango de la fase beta y su influencia en las propiedades mecánicas.
- Determinar los esfuerzos de flujo en compresión a alta temperatura en función de la microestructura inicial y de la temperatura de deformación.
- Caracterizar la microestructura resultante de la compresión en caliente; de este modo, se analizará la evolución a partir de la microestructura inicial.
- Diseñar probetas de compresión escala industrial de las cuales se puedan obtener especímenes para ensayos de tensión a temperatura ambiente.
- Deformar por compresión en caliente en prensa industrial a  $T < T_{\beta}$ ; tratar térmicamente de acuerdo a requerimientos de la industria aeroespacial, y maquinar especímenes para ensayos de tensión a

temperatura ambiente para evaluar la evolución en propiedades mecánicas con respecto a la condición previa a la deformación.

- Correlacionar la microestructura resultante de la deformación en caliente con las propiedades de tensión a temperatura ambiente para elucidar la interacción entre la microestructura inicial y los parámetros de procesamiento termomecánico en las propiedades mecánicas de tensión a temperatura ambiente.

## CAPÍTULO II. ALEACIONES DE TITANIO

### 2.1 Generalidades sobre el titanio

El titanio es clasificado como un metal no ferroso y ligero. Los metales varían sustancialmente en densidad; siendo el litio el metal más ligero con  $0.5 \text{ g cm}^{-3}$ , mientras que el osmio y el iridio son los metales más pesados con una densidad de  $22.5 \text{ g cm}^{-3}$ . El punto de separación entre metales ligeros y pesados es de  $5 \text{ g cm}^{-3}$ . Por lo tanto, el titanio con densidad de  $4.51 \text{ g cm}^{-3}$  es el más denso de los metales ligeros.

Actualmente, la industria aeroespacial es el principal consumidor de titanio y sus aleaciones. Tan solo en Estados Unidos de América, cerca del 80% del titanio es utilizado en este sector industrial [7], aunque también ha ganado terreno en el campo del procesamiento químico, generación de energía eléctrica, transporte, medicina, así como en equipo marino y deportivo debido a sus características, entre las cuales destacan las siguientes:

- La densidad del titanio es solo el 60% del acero o las superaleaciones base níquel.
- La resistencia a la tensión de las aleaciones de titanio supera a la resistencia mecánica de la mayoría de los aceros austeníticos.
- Las aleaciones comerciales de titanio son útiles a temperaturas tan altas como  $538^\circ\text{C}$  -  $595^\circ\text{C}$  ( $1000^\circ\text{F}$  a  $1100^\circ\text{F}$ ), dependiendo de su composición química.
- El costo del titanio, aunque mucho mayor que los aceros inoxidables, es comparable al de las superaleaciones, las cuales también son ampliamente utilizadas en la fabricación de componentes para motores de aviación.

- Posee una excepcional resistencia a la corrosión, comúnmente excediendo la resistencia a la corrosión de los aceros inoxidable en la mayoría de los ambientes, y tiene una remarcable resistencia a la corrosión en el cuerpo humano.
- El titanio se puede forjar en caliente por medio de técnicas convencionales, como forja abierta, forja cerrada, extrusión y rolado de anillos.
- Se puede fabricar por fundición; comúnmente por el método de la cera perdida.

En cuanto a abundancia en la corteza terrestre, el titanio es el cuarto metal estructural más abundante, solo superado por el aluminio, el hierro y el magnesio. Sin embargo, rara vez se encuentra en grandes concentraciones y nunca en estado puro, pues se encuentra normalmente en minerales que contienen ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ), o rutilo ( $\text{TiO}_2$ ). Es importante resaltar que la obtención de titanio primario es un proceso costoso, debido principalmente a dos factores: 1) el titanio tiene una alta afinidad por el oxígeno [8], lo cual requiere de ambientes libres de estos gases para alcanzar los niveles de pureza requeridos por la industria; y 2) los procesos de extracción son complejos e involucran una serie de operaciones altamente demandantes de energía, especialmente para el calentamiento a elevadas temperaturas [9]. Debido a lo anterior, obtener el metal y procesarlo lo vuelve significativamente más costoso que otros metales.

## **2.2 Metalurgia del titanio**

El titanio presenta dos estructuras cristalinas elementales: en una, los átomos están dispuestos en un arreglo cúbico centrado en el cuerpo (bcc); mientras que en la otra los átomos forman un arreglo hexagonal compacto (hcp). La estructura cúbica se encuentra sólo a altas temperaturas, a menos que el titanio sea aleado con otros elementos para mantener la estructura cúbica a temperaturas inferiores. Estas dos estructuras cristalinas se conocen comúnmente como beta (bcc) y alfa (hcp), respectivamente.

A la transformación completa de una estructura cristalina a otra distinta se le llama transformación alotrópica y la temperatura a la cual ocurre esta transformación se le conoce como la temperatura *transus*. La temperatura beta transus ( $T_{\beta t}$ ); es decir, la temperatura a la cual toda la fase alfa se transforma en beta, para el titanio puro es de 882 °C.

La existencia de dos estructuras cristalinas y su correspondiente temperatura de transformación alotrópica es de gran importancia dado que constituyen la base de una gran variedad de microestructuras y propiedades mecánicas en las aleaciones de titanio. Tanto la facilidad para que ocurra la deformación plástica como la velocidad de difusión están asociadas con la estructura cristalina.

La microestructura de las aleaciones de titanio se describe principalmente en términos del tamaño de cristal y de la distribución de las fases alfa y beta. De tal manera que una microestructura pudiera estar compuesta por cristales de menor o mayor tamaño; y la morfología de las fases alfa y beta pudiera ser laminar o globular (equiaxial).

Los distintos tipos de microestructuras son generados a partir de procesamientos termomecánicos, los cuales se caracterizan por una combinación de calentamientos, deformaciones, enfriamientos y tratamientos térmicos de solubilizado, envejecido y relevado de esfuerzos [3]. En este sentido, las microestructuras laminares se obtienen durante el enfriamiento desde el campo de la fase beta, siendo el espesor de las láminas inversamente proporcional a la velocidad de enfriamiento (véase la Figura 1).

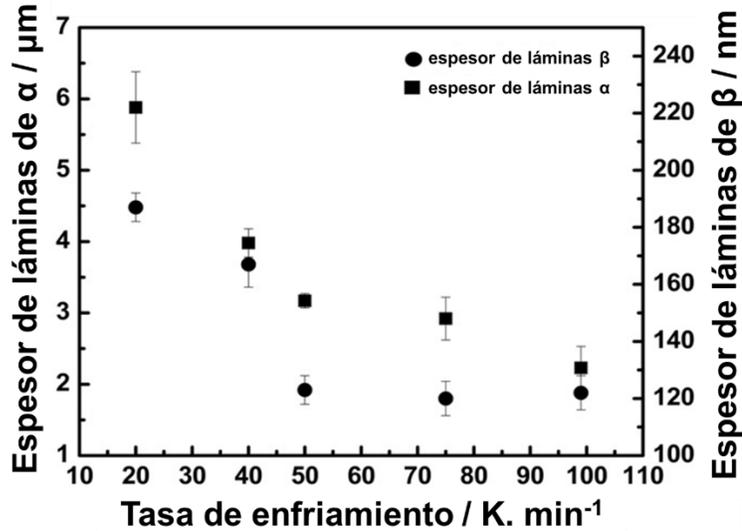


Figura 1. Variación del espesor de las láminas de alfa y beta en función de la velocidad de enfriamiento [10].

Por su parte, las microestructuras equiaxiales son el resultado de un proceso de recristalización; por lo tanto, la aleación primeramente debe ser altamente deformada a una temperatura en el rango bifásico de  $\alpha+\beta$  para introducir suficiente trabajo mecánico en el material. La magnitud de la deformación requerida para que ocurra el fenómeno de recristalización está en función de la aleación particular, la microestructura previa a la deformación, la temperatura, y la velocidad de deformación [11]. Estas microestructuras, también conocidas como globulares, por lo general confieren mayor ductilidad y resistencia a la fatiga, mientras que las microestructuras laminares presentan alta tenacidad a la fractura y muestran mayor resistencia a la termofluencia y a la propagación de grietas por fatiga.

La presencia de la fase alfa hexagonal causa una anisotropía distintiva en el comportamiento mecánico del titanio alfa, de tal manera que el módulo elástico de monocristales de titanio comúnmente oscila en los 145 GPa para una carga normal al plano basal, y únicamente 100 GPa en el caso de una carga aplicada en dirección paralela a este plano.

Con respecto a la facilidad para deformar plásticamente un metal en función de la estructura cristalina, esta se incrementa desde la hexagonal

compacta (hcp), a la cúbica centrada en el cuerpo (bcc), hasta la cúbica centrada en las caras (fcc), lo cual depende fundamentalmente del número de sistemas de deslizamiento y de la densidad planar, como se puede ver en la Tabla 1 .

El número de sistemas de deslizamiento se determina por la cantidad de planos de deslizamiento multiplicado por el número de direcciones de deslizamiento. Estos planos y direcciones de átomos altamente empaquetados son energéticamente más favorables para la deformación plástica.

En general, entre mayor sea la densidad planar, las dislocaciones pueden deslizarse con mayor facilidad y en consecuencia la ductilidad es mayor. Lo anterior explica la limitada deformabilidad plástica de la fase alfa hexagonal comparada con la fase beta cúbica. Una de las dificultades para identificar los mecanismos de deformación en titanio puro y sus aleaciones está relacionada con la compleja interacción entre diferentes sistemas de deslizamiento [12].

Tabla 1. Parámetros característicos de los tipos de estructuras metálicas

Tipo de estructura	Átomos por celda unitaria	Número de coordinación	Factor de empaquetamiento	Planos de deslizamiento/ Direcciones de deslizamiento		Sistemas de deslizamiento por celda unitaria	Densidad planar
				índices	número		
hcp	6	12	74%	{0001}	1 3	1 x 3 = 3	≈91%
bcc	2	8	68%	{110} (111)	6 2	6 x 2 = 12	≈83%
fcc	4	12	74%	{111} (110)	4 3	4 x 3 = 12	≈91%

Dado que los átomos están densamente empaquetados en el titanio  $\alpha$  (hcp), la difusión es considerablemente menor que en el titanio  $\beta$ . El coeficiente de difusión del titanio alfa es por lo menos un orden de magnitud inferior que el del titanio beta ( $D_{\alpha-Ti} \approx 10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$ ,  $D_{\beta-Ti} \approx 10^{-18} \text{ m}^2/\text{s}$ ), debido a que la energía de

activación es mayor para los átomos que difunden a través de estructuras cristalinas altamente empaquetadas, como la fcc, en comparación con la bcc.

Lo anterior implica que por debajo de la temperatura  $\beta$ -transus, los procesos de difusión dependientes del tiempo y la temperatura son sustancialmente más lentos. Por lo tanto, el enfriamiento rápido promueve la formación de una estructura laminar muy fina, dado que se carece del tiempo necesario para el enriquecimiento de la fase alfa; mientras que, por el contrario, enfriando lentamente se obtiene una estructura laminar gruesa, como se observa en la Figura 2 para la aleación Ti 6-2-4-2. En aleaciones  $\alpha+\beta$ , como la Ti 6Al-4V, el vanadio que se concentra en las fronteras de grano juega un rol importante en la formación de este tipo de estructura [13].

Cabe mencionar que la tasa a la cual los átomos, iones o partículas difunden en un material se obtiene por medio de la Ley de Fick, la cual explica el flujo neto de átomos ( $J$ ) como se indica a continuación:

$$J = -D \frac{dc}{dx}$$

Donde,  $J$  es el flujo de átomos,  $D$  es el coeficiente de difusión ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ), y  $dc / dx$  es el gradiente de concentración [14].

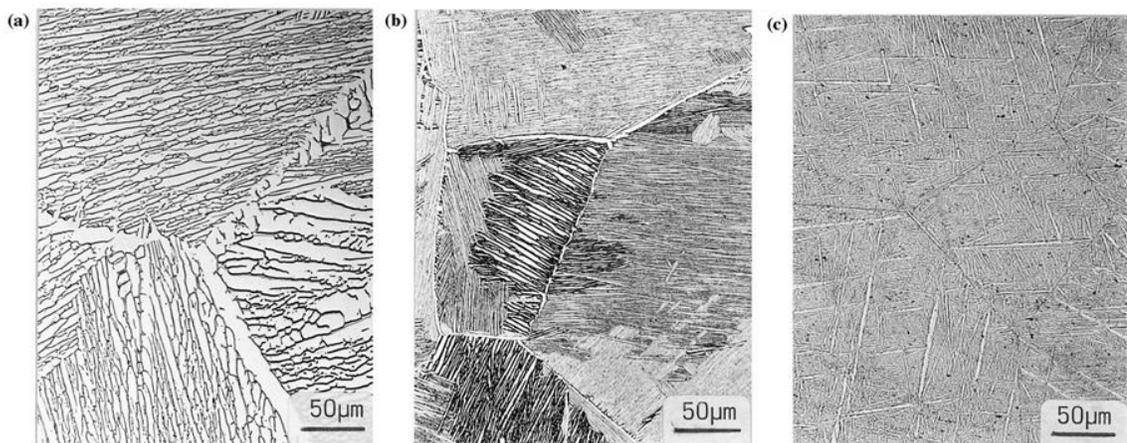


Figura 2. Efecto de la velocidad de enfriamiento desde el campo de la fase beta en las microestructuras laminares, Ti 6-2-4-2: (a) 1°C/min, (b) 100°C/min, (c) 8000°C/min [15].

A altas velocidades de enfriamiento, desde temperaturas por encima de la beta transus, la fase beta bcc se transforma a la fase alfa hcp por medio de un proceso de transformación sin difusión, dando como resultado una microestructura martensítica acicular (véase la Figura 3). Esta transformación martensítica no causa fragilización; sin embargo, la resistencia mecánica se incrementa en comparación con la fase alfa laminar.

La microestructura martensítica también se caracteriza por una estructura en forma de tejido entrecruzado y morfología de aguja debido a su proceso de nucleación no-difusional. La martensita puede descomponerse posteriormente en martensita ortorrómbica ( $\alpha''$ ), la cual se caracteriza por tener buena deformabilidad [4].

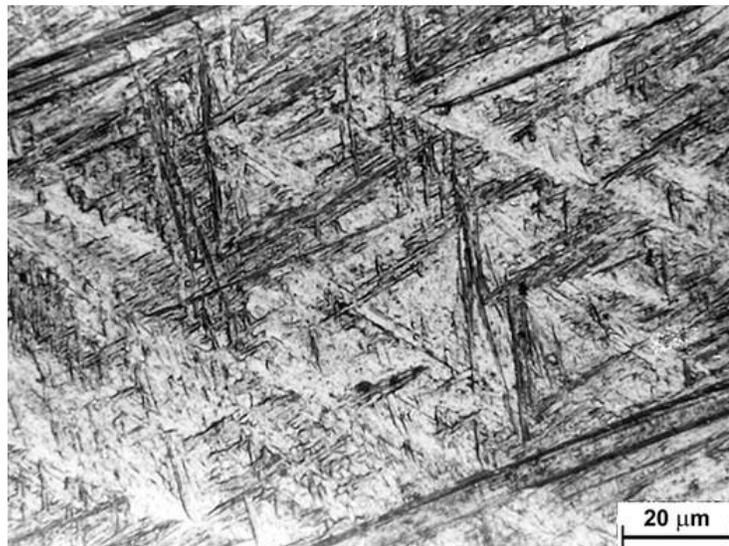


Figura 3. Microestructura martensítica de la aleación Ti-6Al-2Mo-2Cr obtenida enfriando desde 1050°C a una tasa de 48°C/s [16].

### 2.3 Clasificación de las aleaciones de titanio

Dependiendo de su influencia en la temperatura  $\beta$ -transus, los elementos de aleación se clasifican como estabilizadores de alfa, estabilizadores de beta, o neutrales. Los estabilizadores de alfa extienden el campo de la fase alfa a temperaturas más altas, mientras que los estabilizadores de beta desplazan el

campo de la fase beta hacia temperaturas inferiores. Los elementos químicos neutrales no tienen una influencia significativa en la temperatura de  $\beta$ -transus.

El titanio tiene la última capa incompleta en su configuración electrónica, lo cual permite la formación de soluciones sólidas con elementos sustitucionales con factor de tamaño dentro de  $\pm 20\%$  [17]. Elementos como el carbono, el oxígeno y el nitrógeno se constituyen como intersticiales.

La estabilización de las fases alfa o beta depende del número de electrones por átomo del elemento de aleación. Los elementos con una proporción de electrones por átomo menor a 4, estabilizan la fase alfa; por otro lado, los elementos con proporción mayor a 4 estabilizan la fase beta. Finalmente, los elementos con factor electrón/átomo de 4 son neutrales.

De entre los estabilizadores de la fase alfa, el aluminio es el elemento químico más importante de las aleaciones de titanio comerciales; su contenido está limitado a un 7% en peso para evitar la precipitación de compuestos intermetálicos, como el  $\gamma$ -TiAl, el cual confiere una pobre ductilidad y tenacidad a la fractura [18]. Los elementos intersticiales oxígeno, nitrógeno y carbono también pertenecen a esta categoría. Además de extender la fase alfa a temperaturas mayores, los estabilizadores de alfa extienden el campo bifásico  $\alpha+\beta$ .

Por su parte, los estabilizadores de la fase beta se subdividen en elementos  $\beta$ -isomorfos y  $\beta$ -eutécticos. De estos dos, los elementos  $\beta$ -isomorfos, por ejemplo: molibdeno, vanadio y tantalio son los más importantes debido a su alta solubilidad en el titanio.

Por otro lado, aún pequeñas cantidades de elementos  $\beta$ -eutécticos, por ejemplo: hierro, manganeso, cromo, cobalto, níquel, cobre, silicio e hidrógeno, pueden llevar a la formación de compuestos intermetálicos de bajo punto de fusión. El estaño y el zirconio se consideran elementos neutrales, ya que prácticamente no tienen una influencia en la frontera de fases  $\alpha/\beta$ . Con respecto a la resistencia mecánica, no son neutrales ya que endurecen principalmente a la fase alfa. Por lo tanto, dependiendo del contenido de elementos y su función

como estabilizadores de las fases alfa o beta, las aleaciones de titanio se clasifican generalmente como aleaciones  $\alpha$ ,  $\alpha+\beta$  y aleaciones  $\beta$ .

### **2.3.1 Aleaciones alfa**

Las aleaciones alfa contienen grandes cantidades de elementos estabilizadores de la fase alfa y bajas concentraciones de elementos estabilizadores de beta. Estas aleaciones usualmente presentan mayor resistencia a la termofluencia a alta temperatura en comparación con otras familias de aleaciones de titanio.

Dado que existe una limitada transformación de fase en condiciones normales de tratamiento térmico; es decir, la fase alfa se mantiene prácticamente al 100%, estas aleaciones no suelen endurecerse por medio de tratamiento térmico.

Los cambios microestructurales en las aleaciones alfa ocurren por medio de la recristalización durante la deformación en caliente y el recocido subsecuente. Los esfuerzos residuales introducidos en la deformación en frío se disminuyen por medio de tratamientos térmicos de relevado de esfuerzos o recocido.

Una de las ventajas de las aleaciones alfa es su buena soldabilidad, la cual se deriva del hecho de que este grupo de aleaciones no son sensibles al tratamiento térmico. Sin embargo, usualmente presentan ductilidad inferior en caliente y rangos de temperatura de procesamiento más cerrados que en las aleaciones de la familia alfa + beta o beta, particularmente a temperaturas por debajo de la  $T_{\beta t}$ , lo cual se traduce en una menor magnitud de deformación y mayor número de recalentamientos durante los procesos de forja.

### **2.3.2 Aleaciones beta**

Las aleaciones beta se caracterizan por una alta templabilidad, con la fase beta metaestable retenida a temperatura ambiente por medio de un enfriamiento adecuado desde temperaturas superiores a la  $T_{\beta t}$ .

Las aleaciones pertenecientes a este grupo están enriquecidas en elementos estabilizadores de la fase beta, y reducidas en los elementos que estabilizan la fase alfa. Uno de los principales factores que determinan la aplicación de las aleaciones beta es su excelente ductilidad.

En forma de láminas, la mayoría de las aleaciones beta pueden ser conformadas en frío con menor dificultad que las aleaciones alfa-beta o las alfa. Las aleaciones beta son metaestables, lo cual significa que la deformación en frío o el calentamiento a determinada temperatura puede causar la transformación parcial de beta a la fase alfa, por lo que no son apropiadas para aplicaciones de alta temperatura sin ser primeramente estabilizadas o envejecidas.

En la condición de solubilizado en la que se tiene prácticamente 100% fase beta retenida, las aleaciones beta presentan alta ductilidad y tenacidad y relativamente baja resistencia mecánica. Por ejemplo, la aleación Ti-17 puede retener la totalidad de la fase beta en un estado metaestable si se temple rápidamente. Para velocidades de enfriamiento inferiores, la fracción volumétrica, morfología y distribución de precipitados alfa dependen de las condiciones de enfriamiento [19].

Las desventajas de este grupo de aleaciones comparadas con las de la familia alfa + beta se enlistan a continuación:

- Mayor densidad
- Menor resistencia a la termofluencia
- Menor ductilidad en la condición de envejecido.

### **2.3.3 Aleaciones alfa + beta**

Estas aleaciones surgen al introducir tanto elementos de aleación que favorecen la formación de la fase alfa como de la fase beta. Por lo general contienen uno o más estabilizadores de alfa; por ejemplo, aluminio, más elementos estabilizadores de beta, como vanadio o molibdeno.

Las aleaciones alfa + beta pueden retener una cantidad significativa de beta no transformada después del solubilizado y su respectivo enfriamiento. La transformación de la fase alfa de baja temperatura a la fase beta de alta temperatura, la cual tiene lugar durante el calentamiento de las aleaciones alfa + beta, se completa si la temperatura excede la  $T_{\beta t}$ .

La cantidad específica de beta disponible para la transformación desde una temperatura dada depende de la cantidad presente de elementos estabilizadores de beta y en las condiciones de procesamiento.

Una amplia gama de microestructuras puede ser generada en las aleaciones alfa + beta ajustando los parámetros del procesamiento termomecánico. Cabe mencionar que la fase beta formada a altas temperaturas y transformada a alfa, ya sea laminar o martensítica ( $\alpha'$ ) durante el enfriamiento se le conoce como beta transformada.

## **2.4 Microestructura de las aleaciones de titanio**

La microestructura tiene una influencia sustancial en las propiedades mecánicas de las aleaciones de titanio, y ésta se describe principalmente por la morfología y la distribución de las fases alfa y beta.

En cuanto a la morfología, es posible obtener microestructuras laminares modulando la velocidad de enfriamiento desde el campo de la fase beta, así como microestructuras globulares (también conocidas como equiaxiales), resultantes de un mecanismo de recristalización inducido vía procesamientos termo mecánicos, los cuales se caracterizan por una combinación de calentamientos determinadas temperaturas, deformaciones de cierta magnitud y enfriamientos controlados.

Un punto importante para el procesamiento termomecánico es la temperatura beta transus,  $T_{\beta t}$ , dado que separa el campo monofásico de la fase  $\beta$ , del campo bifásico  $\alpha+\beta$ . Existen distintos métodos para obtener experimentalmente la temperatura beta transus, entre ellos:

- Preparación metalográfica. Este método consiste en calentar el material a distintas temperaturas y templar de forma súbita, para a continuación preparar metalográficamente y finalmente evaluar la cantidad de alfa primaria obtenida.
- Análisis dilatométrico. Se utilizan especímenes cilíndricos, típicamente con diámetro de 7 - 12 mm y longitud de 20-30 mm, los cuales son calentados a una tasa determinada (por lo general 1-20 °C/min) hasta alcanzar una temperatura suficientemente alta para promover la transformación a la fase beta. El inicio y el fin de la transformación puede identificarse por medio de cambios apreciables en la pendiente de la curva dilatación vs temperatura, tal y como se puede observar en la Figura 4 para una aleación Ti-6Al-4V ELI. Durante el enfriamiento, el volumen de la aleación se contrae como resultado de un decremento en el volumen de la estructura cristalina cuando la fase beta se transforma a alfa [20].

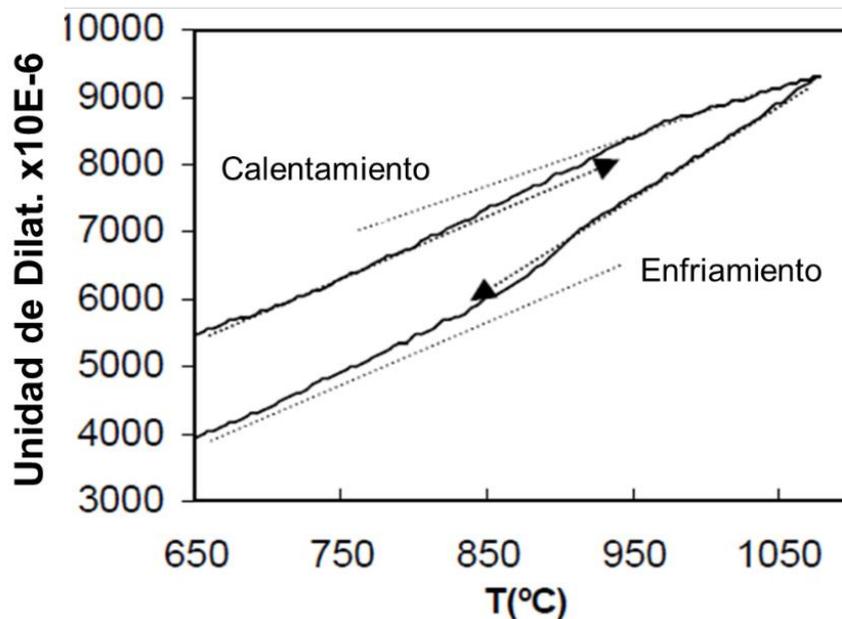


Figura 4. Obtención de beta transus por medio de dilatometría para una aleación Ti-6Al-4V ELI [21].

- Análisis térmico diferencial (DTA, por sus siglas en inglés). Por medio de esta técnica de caracterización, es posible determinar el inicio y el fin de la transformación, ya sea endotérmica o exotérmica.
- Propiedades mecánicas. Debido a los cambios microestructurales que ocurren a alta temperatura, es posible obtener una respuesta en propiedades mecánicas, típicamente micro dureza y tensión, conforme la fase alfa se transforma en beta, hasta alcanzar la  $T_{\beta_t}$ .
- Difracción de rayos X con barrido de temperatura (HT-XRD, por sus siglas en inglés). Puesto que la estructura cristalina hcp de la fase alfa se convierte a bcc durante la transformación a la fase beta, es factible identificar la  $T_{\beta_t}$  realizando un barrido de temperatura y obteniendo patrones de difracción para cada intervalo de temperatura; de este modo se observa una disminución progresiva de la estructura hcp hasta que el material se compone únicamente de fase beta (bcc).

Como se ha mencionado anteriormente, las microestructuras laminares son el resultado del enfriamiento desde temperaturas por encima de  $T_{\beta_t}$ . Una vez que la temperatura desciende por debajo de  $T_{\beta_t}$ , la fase alfa nuclea en las fronteras de grano a partir de los planos (110) de beta y luego crece como láminas dentro del grano beta previo.

A la fase alfa que se forma durante el enfriamiento desde una temperatura superior a la  $T_{\beta_t}$  se le conoce como alfa primaria [22]. Dependiendo de la velocidad de enfriamiento, estas láminas pueden ser finas o gruesas. Un enfriamiento lento desde el campo de beta resulta en microestructuras puramente laminares, siendo cada vez más gruesas a medida que la velocidad de enfriamiento disminuye. Por otro lado, los enfriamientos rápidos como el temple en agua promueven la transformación martensítica, lo cual resulta en una microestructura muy fina con morfología acicular.

A diferencia de la martensita conocida en los aceros, la cual genera distorsión en la estructura cristalina acompañada de un marcado incremento en

la dureza y la resistencia mecánica, el efecto endurecedor de la transformación martensítica observado en las aleaciones de titanio es más bien moderado.

La temperatura de inicio de la transformación martensítica (MS, por sus siglas en inglés), varía dependiendo de la microestructura inicial. A bajas temperaturas, la fracción volumétrica de la fase beta decrece y ya no se transforma a martensita a temperaturas por debajo de MS.

Los parámetros más importantes para una estructura predominantemente laminar con referencia al desarrollo de propiedades mecánicas son: el tamaño de grano beta, tamaño de las colonias de alfa laminar, espesor de las láminas de alfa, y la naturaleza de la interfase de las láminas (fase beta) [23].

Tabla 2. Influencia de la microestructura en distintas propiedades de las aleaciones de titanio. El símbolo “+” indica una contribución positiva a la propiedad indicada, mientras que “-“ representa un aporte negativo.

<b>Grano Fino</b>	<b>Grano Grueso</b>	<b>Propiedad</b>	<b>Morfología Laminar</b>	<b>Morfología Equiaxial</b>
+	-	Resistencia mecánica	-	+
+	-	Ductilidad	-	+
-	+	Tenacidad a la fractura	+	-
+	-	Resistencia a la nucleación de grietas por fatiga	-	+
-	+	Resistencia a la propagación de grietas por fatiga	+	-
-	+	Resistencia a la termofluencia	+	-

En contraste con las microestructuras laminares, las globulares (equiaxiales), son el resultado de la recristalización. Por lo tanto, la aleación primeramente debe ser altamente deformada en el campo bifásico de  $\alpha+\beta$  para introducir suficiente trabajo mecánico en el material. Durante el calentamiento subsecuente a temperaturas en el campo bifásico, se genera una microestructura equiaxial recristalizada, y comúnmente la temperatura de calentamiento determina la fracción volumétrica de la fase alfa, cuyo tamaño está en función de la magnitud y velocidad de la deformación (ver Figura 5).

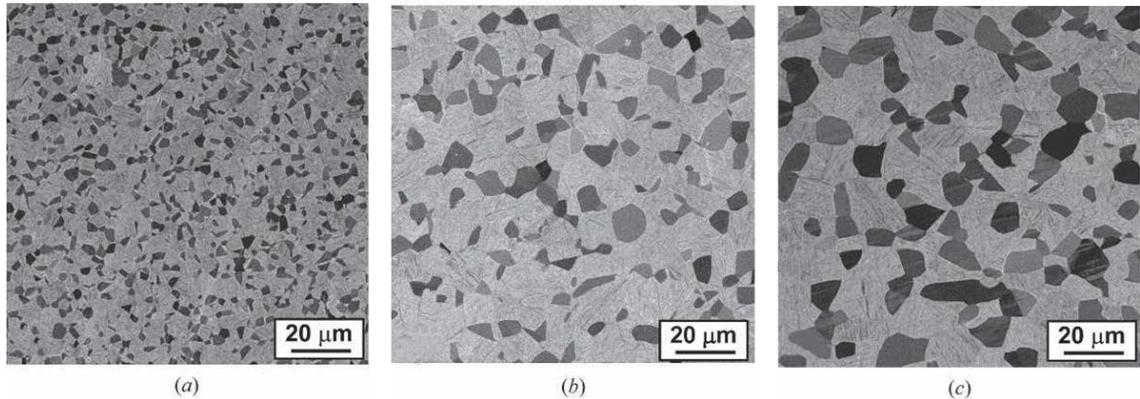


Figura 5. Imágenes de microscopía electrónica de barrido de muestras con grano ultrafino de aleación Ti-6Al-4V deformadas a  $955^{\circ}\text{C}$ ,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a deformaciones verdaderas de (a) 0, (b) 0.5, y (c) 1.4 [24].

Las microestructuras bimodales se pueden considerar como una combinación de microestructuras laminares y equiaxiales, y se obtienen por medio del calentamiento en el campo bifásico  $\alpha+\beta$  de la aleación previamente deformada, para transformar parcialmente la microestructura a la fase beta y posteriormente enfriar hasta temperatura ambiente, de tal manera que los granos de beta se transformen a alfa laminar durante el enfriamiento.

Con relación a la aportación de las fases alfa y beta a las propiedades mecánicas, por lo general las microestructuras con tamaño de grano fino (alfa o beta) incrementan la resistencia a la tensión y la ductilidad; además de que retardan la nucleación de grietas. Por otro lado, las microestructuras con tamaño de grano grueso son más resistentes a la termofluencia y al crecimiento de grietas por fatiga.

En la Figura 6 se observa la relación entre la temperatura de ensayo de compresión uniaxial y los esfuerzos de flujo para una aleación IMI834, cuya temperatura beta transus es de  $1045^{\circ}\text{C}$ , y se puede apreciar una etapa de endurecimiento por deformación hasta el esfuerzo máximo a una magnitud de deformación entre 0.1 y 0.2, seguida de ablandamiento.

El estado estacionario se alcanzó rápidamente a altas temperaturas y fue aproximadamente 15-20% menor que los valores máximos arriba de  $1025^{\circ}\text{C}$ . En

las temperaturas en el rango de beta, la dependencia del esfuerzo máximo con la temperatura es relativamente baja en comparación con las temperaturas más bajas en el rango bifásico alfa+beta, lo cual se atribuye al incremento de la fracción de fase alfa [25].

Por su parte, las microestructuras equiaxiales presentan mayor ductilidad y resistencia a la fatiga, mientras que las microestructuras laminares confieren alta tenacidad a la fractura y mayor resistencia a la termofluencia y a la propagación de grietas por fatiga. Dado que las microestructuras bimodales combinan las ventajas de las estructuras laminares y equiaxiales, exhiben un perfil de propiedades balanceado.

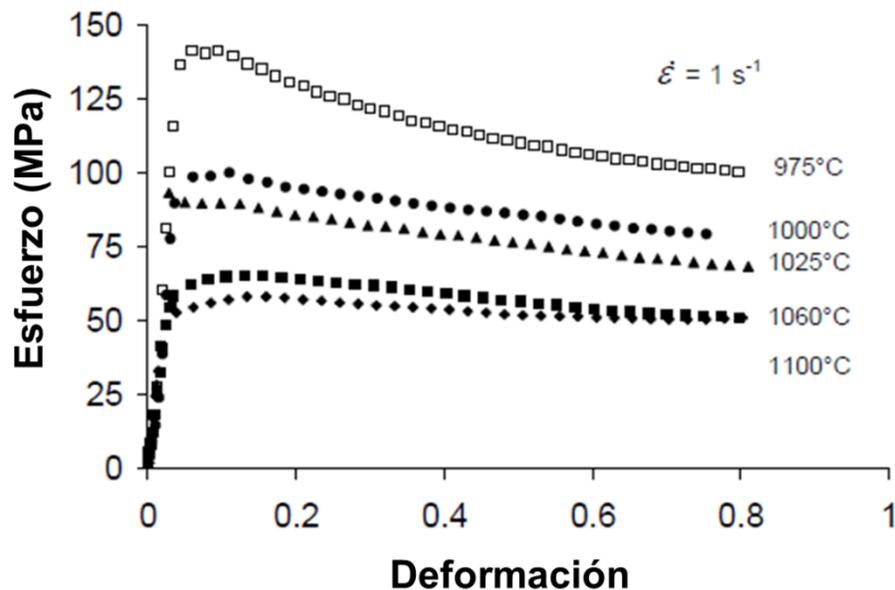


Figura 6. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación IMI834 a una velocidad de deformación de  $1 \text{ s}^{-1}$  [25].

## 2.5 Influencia del procesamiento en la microestructura

La alta calidad esperada para los productos de titanio forjados puede ser alcanzada únicamente si se efectúa un proceso termomecánico diseñado para cumplir los requerimientos impuestos para una aplicación determinada.

Para la fabricación de la materia prima se mezclan titanio esponja y aleaciones maestras y posteriormente se prensan para formar briquetas, las cuales son soldadas como electrodos, mismos que se funden en vacío.

Los lingotes cilíndricos vaciados resultantes se procesan para convertirlos en *billets* por medio de forja radial; para ello se alternan temperaturas por encima y por debajo de beta transus con el objetivo de sustituir la estructura de fundición con una microestructura equiaxial compuesta por alfa y beta.

El procesamiento subsecuente de la materia prima para obtener componentes forjados se puede dividir en forjado en el rango bifásico de  $\alpha+\beta$ , y forjado en el rango de la fase beta. La Figura 7 muestra esquemáticamente las diferencias entre ambos tipos de procesamiento.

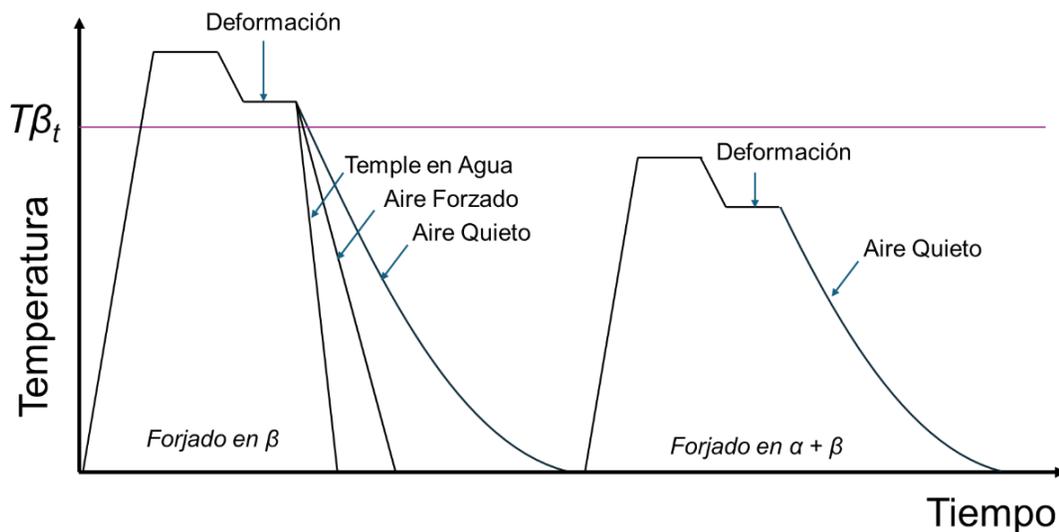


Figura 7. Diagrama esquemático del procesamiento de aleaciones de titanio en el rango beta y en el rango bifásico.

Durante el forjado en el campo  $\alpha+\beta$  el material es calentado a una temperatura de 30°C a 100°C por debajo de la temperatura beta transus ( $T_{\beta_t}$ ). La temperatura se selecciona lo suficientemente alta para que la pieza de trabajo sea tan dúctil como sea posible para obtener forjas sin grietas mientras se aplican altas magnitudes de deformación.

Adicionalmente, el calentamiento de la pieza durante la deformación tiene que ser considerado para evitar exceder la temperatura de beta transus como resultado de algún sobrecalentamiento del material, especialmente porque el crecimiento de grano de la fase beta es por lo menos un orden de magnitud más rápido que el de la microestructura constituida por la fase alfa a temperaturas similares, como se aprecia en la Figura 8 para el titanio comercialmente puro [26].

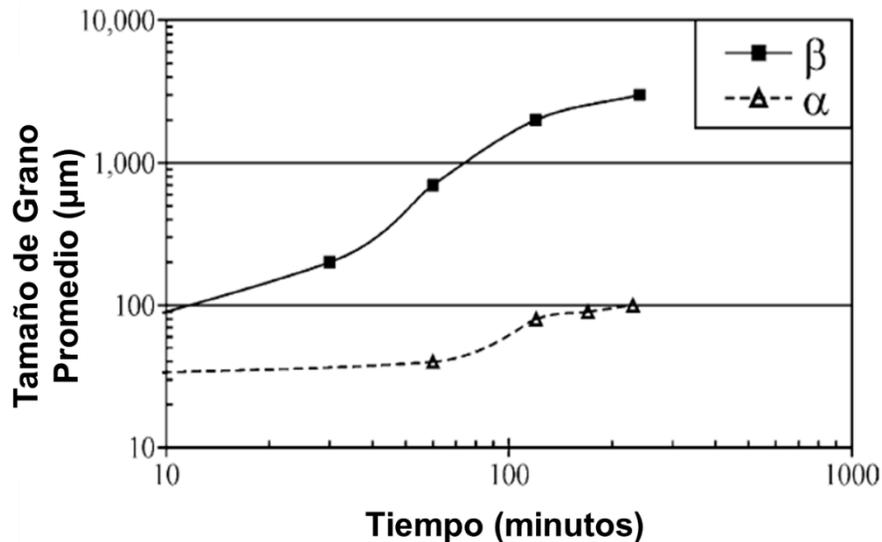


Figura 8. Tamaño de grano promedio graficado contra temperatura y tiempo para la fase alfa a 870°C y la fase beta a 910°C, para diferentes experimentos con titanio comercialmente puro [26].

La magnitud y la velocidad de la deformación deben ser seleccionadas cuidadosamente de tal manera que se promueva la evolución microestructural deseada; por ejemplo, la recristalización, que da como resultado una morfología equiaxial de la fase alfa. En este sentido, el refinamiento de los granos de alfa ocurre incrementando la magnitud de la deformación, por medio de la recristalización dinámica. En la Figura 9 se puede observar la evolución microestructural de los granos de alfa para una aleación Ti-6Al-4V sometida a compresión en caliente.

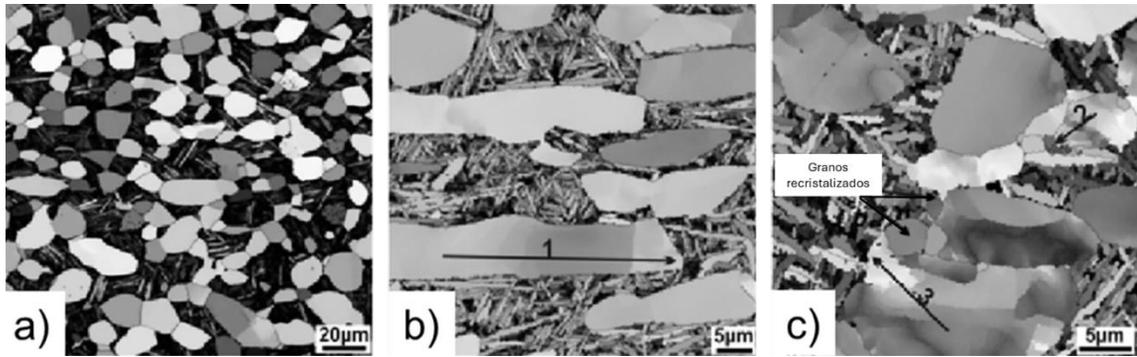


Figura 9. Microestructura de una muestra de Ti-6Al-4V deformada en compresión a 930°C, (a) antes de la deformación, (b) y (c) deformadas a  $0.1 \text{ s}^{-1}$  hasta una magnitud de deformación de 0.2 y 1, respectivamente [27].

Las aleaciones de titanio que se procesan en el campo de la fase beta son más sensibles a las condiciones de deformación. El material primeramente se calienta por encima de la temperatura de beta transus, y el proceso de forja debe ser concluido antes de que comience la transformación de beta a alfa.

En esta etapa, el tiempo en el horno es de crucial importancia dado que a estas temperaturas tan elevadas comúnmente se presenta crecimiento de grano y enriquecimiento de hidrógeno, dado que la alta solubilidad y rápida difusión de hidrógeno en la fase beta, especialmente a altas temperaturas, resulta de la relativa apertura en la estructura cristalina bcc, la cual consta de doce sitios tetraédricos y seis intersticios octaédricos. En contraste, la estructura cristalina hcp del titanio alfa presenta sólo cuatro sitios tetraédricos y dos intersticios octaédricos [28].

Para generar una microestructura constituida por finos granos beta, se requiere de recristalización dinámica, la cual tiene lugar durante la deformación en caliente en materiales con baja a media energía de falla de apilamiento. El titanio y sus aleaciones generalmente se consideran como materiales con alta energía de falla de apilamiento, por lo cual se espera que sean reblandecidas por recuperación dinámica en lugar de recristalización dinámica. No obstante, la recristalización dinámica en algunas aleaciones de titanio puede ser atribuida a su composición, ya que su energía de falla de apilamiento puede ser reducida en

comparación con el titanio puro; por ejemplo, al agregar aluminio a las aleaciones de titanio se reduce la energía de falla de apilamiento significativamente [29].

Con el fin de evitar microestructuras perjudiciales para el producto, por ejemplo, la población de las fronteras de grano con la fase alfa, se debe seleccionar una magnitud de deformación suficiente y un enfriamiento controlado posterior a la deformación en el rango de beta. La Tabla 3 sintetiza el efecto de los parámetros de forjado en las aleaciones de titanio.

Tabla 3. Efecto de los parámetros de forjado en las características metalúrgicas de aleaciones de titanio durante su procesamiento termo-mecánico [4].

<b>Parámetros</b>	<b>Efectos</b>
- Temperatura	Forjabilidad Microestructura ( $\alpha/\beta$ ó $\beta$ ) Crecimiento de Grano ( $T > T_{\beta}$ ) Absorción de Hidrógeno
- Tiempo en Horno	Absorción de Hidrógeno Crecimiento de Grano
- Magnitud de la Deformación	Forjabilidad Microestructura (Recristalización, Morfología, Formación de la fase alfa)
- Velocidad de la Deformación	Forjabilidad Incremento de Temperatura durante la Deformación Recristalización
- Velocidad de Enfriamiento	Morfología y Distribución de Fases

### **2.5.1 Deformación en caliente de aleaciones de titanio**

Las aleaciones de titanio suelen identificarse como difíciles de procesar, dada la necesidad de trabajar en caliente estos materiales a temperaturas relativamente bajas (típicamente 0.65-0.75 de la temperatura de fusión), para poder controlar la microestructura u obtener las propiedades que las hacen atractivas para aplicaciones aeroespaciales. A estas temperaturas tan bajas, los esfuerzos de flujo de la mayoría de las aleaciones base titanio son altos e incrementan considerablemente con decrementos sutiles en temperatura durante los procesos de deformación no-isotérmicos convencionales.

Por otro lado, la forjabilidad en caliente de un gran número de aleaciones de titanio decrece rápidamente conforme la temperatura desciende; por lo tanto, la ventana de procesamiento es relativamente pequeña en comparación con otras aleaciones de ingeniería, como aleaciones de aluminio y aceros [30].

Los parámetros más relevantes en los procesos de deformación en caliente son: la temperatura y la magnitud y velocidad de la deformación. Además, las condiciones de fricción, temperatura de los herramientas, tiempos de transferencia entre los hornos y las prensas/roladoras, así como la microestructura inicial del material.

El desarrollo de curvas de flujo (véase la Figura 10) permite estimar la resistencia del material a ser deformado plásticamente, y por consiguiente determinar las cargas necesarias para efectuar la deformación.

Para la mayoría de los materiales, el esfuerzo de flujo por sí mismo no es suficiente para diseñar una ruta de procesamiento dado que no provee información sobre la capacidad del material para ser deformado sin defectos, ni describe su evolución microestructural. Por tal motivo se definió un procedimiento que permite desarrollar mapas de procesamiento por medio de la evaluación de las curvas de flujo en combinación con el análisis microestructural de especímenes deformados en compresión uniaxial.

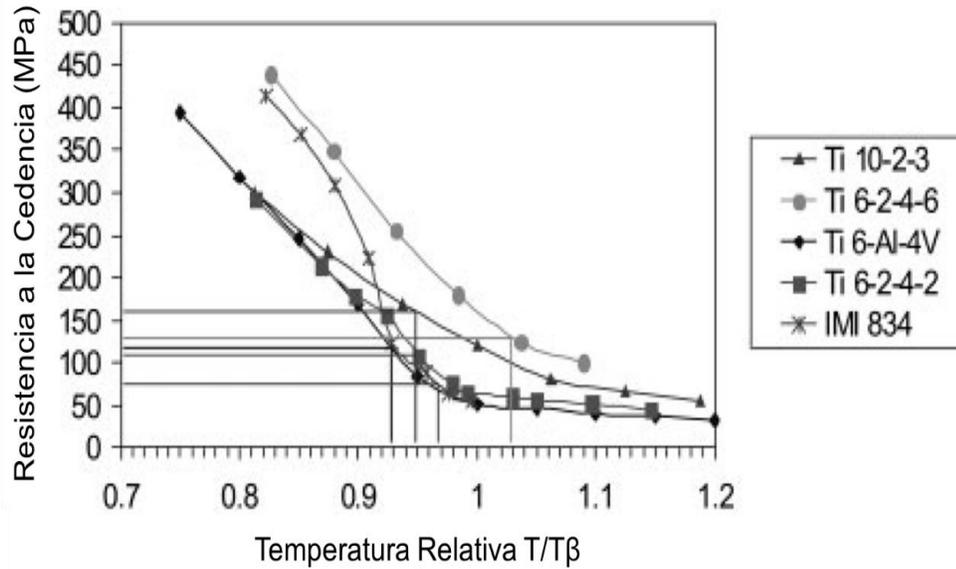


Figura 10. Curvas de flujo expresadas en función de la resistencia a la cedencia con respecto a la temperatura relativa a beta transus para distintas aleaciones de titanio [3].

La Figura 11 muestra un mapa de procesamiento para la aleación Ti-6-2-4-2. Las líneas que delimitan el contorno especifican la eficiencia en la introducción de energía al material, lo cual indirectamente indica la tendencia del material a recrystalizar o a formar bandas de corte.

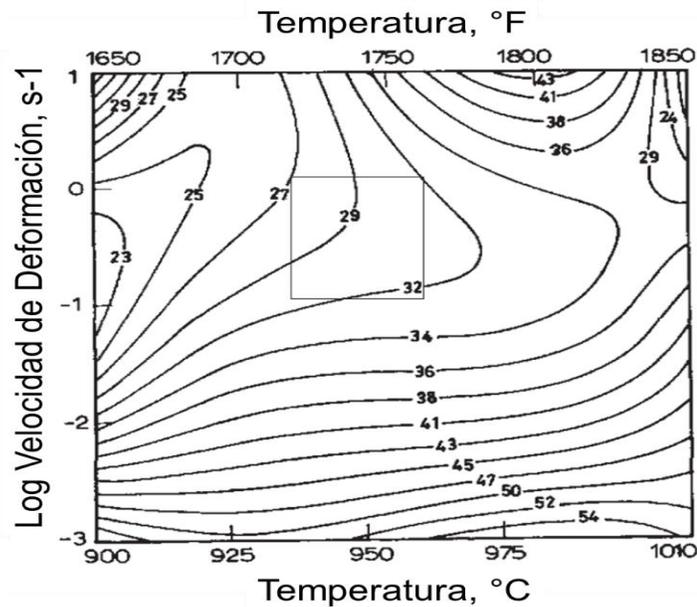


Figura 11. Mapa de procesamiento para la aleación Ti-6-2-4-2.

En el ejemplo del Ti-6-2-4-2, la recrystalización dinámica de la fase alfa se observa a temperaturas entre 950 °C y 990 °C, a velocidades de deformación entre 1 y 10 s<sup>-1</sup>. A menores temperaturas (900-925 °C) y altas velocidades de deformación, se forman bandas de corte en áreas con alta deformación, lo cual puede ocasionar la separación del material.

De manera análoga para la aleación Ti 6-4, se muestra en la Figura 12, un mapa de mecanismos microestructurales, construido con base en una microestructura laminar inicial. Con la ayuda de este tipo de mapas, es posible identificar cuáles son las condiciones de procesamiento en términos de temperatura, magnitud y velocidad de deformación que promueven cambios microestructurales favorables o desfavorables.

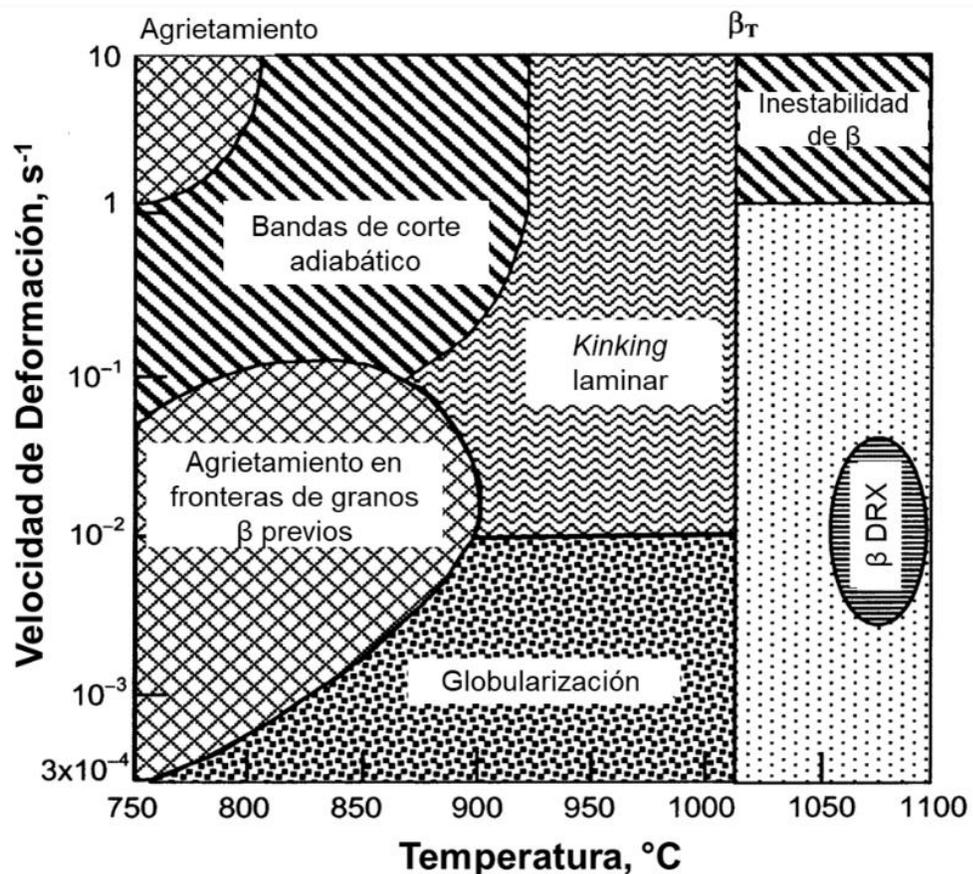


Figura 12. Mapa microestructural de mecanismos de deformación [31].

En este caso, el material exhibe agrietamiento en las fronteras de los granos beta previos cuando se deforma en el rango bajo de temperatura alfa + beta ( $< 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y a bajas velocidades de deformación ( $< 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ ). La incompatibilidad entre el comportamiento de deformación de las fases alfa y beta en las fronteras de grano beta previas es la responsable de este agrietamiento [31].

Además de la posibilidad de obtener esfuerzos de flujo por medio de ensayos de compresión a alta temperatura, es factible identificar los mecanismos que operan durante la deformación en caliente; por ejemplo, el endurecimiento por deformación, recuperación o recristalización dinámicas, con base en la forma de la curva con respecto a la temperatura, magnitud y velocidad de deformación.

La Figura 13 muestra las curvas esfuerzo - deformación para un titanio comercialmente puro sometido a compresión a alta temperatura ( $700\text{-}900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Se observa una ligera caída en el esfuerzo de flujo a  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , indicando un comportamiento asociado a la recristalización dinámica; mientras que a  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  se muestra endurecimiento por deformación sin exhibir un punto máximo aparente.

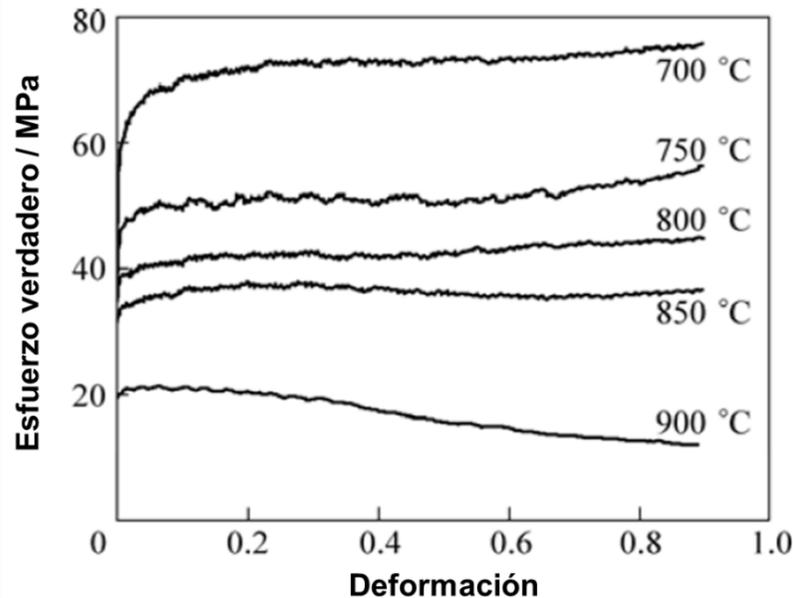


Figura 13. Curvas esfuerzo-deformación para un titanio comercialmente puro a una velocidad de deformación de 3.6 mm/min [32].

## 2.5.2 Tratamientos térmicos de aleaciones de titanio

De manera similar al proceso de forjado, el tratamiento térmico se clasifica de la siguiente manera: tratamientos en el rango de la fase beta y tratamientos en el rango bifásico alfa + beta. A continuación, se describen los principales tratamientos térmicos de aleaciones de titanio, así como su efecto en la microestructura.

### **Recocido- $\beta$**

Este tratamiento consiste en calentar la aleación hasta una temperatura en el campo de la fase  $\beta$  y mantenerla de manera isotérmica, para posteriormente enfriar al aire, en el horno, o inclusive templando en agua para secciones de pared gruesa, con el objetivo de evitar la formación de la fase alfa gruesa en las fronteras de grano. El propósito de este tratamiento térmico es el incremento de la tenacidad a la fractura. Dado que este tratamiento por lo general ocasiona crecimiento de los granos  $\beta$ , tanto la temperatura de recocido como el tiempo de mantenimiento suelen minimizarse.

En general, el enfriamiento lento resulta en la formación de láminas de alfa intra granulares, así como en las fronteras de los granos beta previos. El incremento en la velocidad de enfriamiento promueve la formación de placas de alfa más delgadas y cortas. Además, debido a la fuerza motriz de que se dispone durante el enfriamiento rápido, las colonias de alfa no solo nuclean a partir de los límites de grano  $\beta$  previos, sino que además nuclean a partir de las fronteras presentes en las colonias de alfa, lo que genera finalmente una microestructura con morfología entrecruzada, conocida comúnmente como de tejido de canasta (*basket weave*, del inglés), o Widmanstätten. Las aleaciones de la familia  $\alpha+\beta$  recocidas en el campo de la fase  $\beta$  por lo general desarrollan baja resistencia mecánica, pero alta tenacidad a la fractura.

### **Recocido de recristalización (*Recrystallization Annealing*)**

De forma similar al recocido- $\beta$ , este tratamiento es útil para incrementar la tenacidad a la fractura. La aleación usualmente es calentada hasta el extremo

superior del campo bifásico  $\alpha+\beta$  y se mantiene isotérmicamente por un determinado tiempo, seguido de un enfriamiento en el horno. Las fases  $\alpha$  y  $\beta$  resultantes típicamente están libres de dislocaciones. Este tratamiento promueve una microestructura bimodal y ha ido remplazando al recocido- $\beta$  dado que ofrece beneficios similares sin causar un crecimiento de los granos  $\beta$ , por lo que la ductilidad puede ser preservada.

La Figura 14 muestra la microestructura de una aleación beta base Ti-Nb, la cual fue sometida a una deformación de rolado de 90% a 850°C y posteriormente se le aplicó un recocido de recristalización a 900°C por 4 horas cuyo resultado es una textura aleatoria, es decir, sin orientación cristalográfica preferencial y granos equiaxiales.

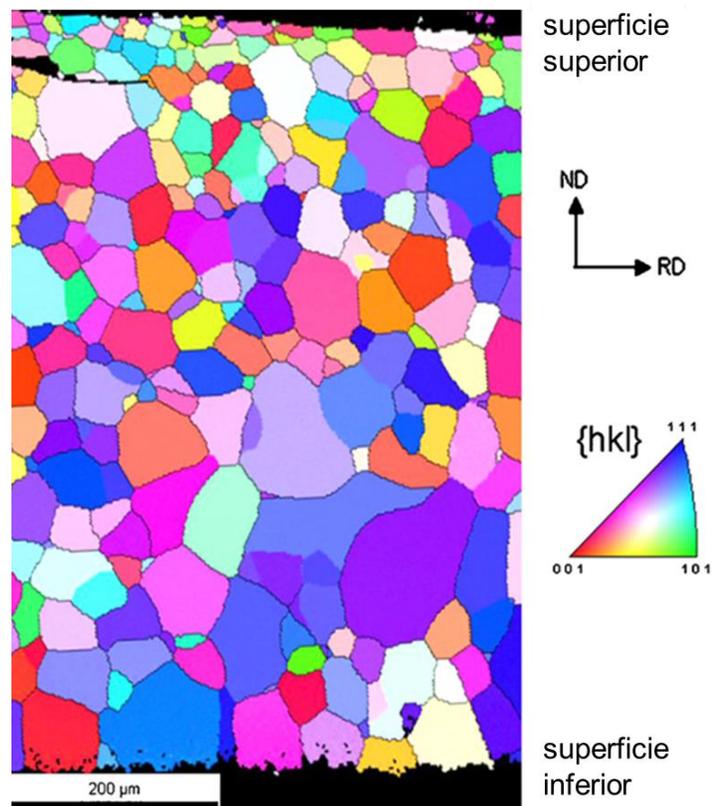


Figura 14. Mapa de difracción de electrones retro dispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) de una aleación base Ti-Nb con 90% de reducción en rolado a 850°C y posteriormente tratado a 900°C por 45 minutos [33].

### **Recocido** (*Mill Annealing*)

Este tratamiento térmico es un recocido incompleto cuyo propósito es retener la microestructura obtenida mediante el conformado, la cual consiste en mantener la presencia de la fase  $\alpha$  elongada y partículas de fase  $\beta$  irregulares. La temperatura máxima para el recocido depende de la estabilidad de la fase  $\beta$ , la cual cambia con la temperatura debido a variaciones en el contenido de aluminio y vanadio.

### **Recocido dúplex** (*Duplex-Annealing*).

Es un tratamiento térmico que consiste en la aplicación de dos recocidos: el primero de ellos sirve para controlar la fracción y morfología de la fase alfa, mientras que el segundo recocido permite la precipitación de la fase alfa secundaria con morfología acicular en la fase beta metaestable. Este tratamiento térmico produce una microestructura bimodal, la cual confiere un incremento en la tenacidad a la fractura y en la resistencia a la termofluencia.

## **2.6 Aleación Ti-407 (TIMETAL®407)**

La aleación Ti-407 forma parte de la familia de aleaciones de titanio  $\alpha+\beta$ , y fue diseñada para sustituir a la aleación Ti 6Al-4V en aplicaciones cuyo criterio de diseño demande alta tenacidad a la fractura y gran desempeño a la fatiga de altos ciclos (HCF, por sus siglas en inglés), en donde ha demostrado un mejor desempeño en comparación con la aleación Ti-6Al-4V (véase la Figura 15).

La aplicación más relevante para la aleación Ti-407 dentro de los motores de aviación, es en la carcasa frontal y en la carcasa del compresor [34]. Estas características de la aleación Ti-407 se consiguen por medio de una combinación de alta ductilidad y resistencia mecánica moderada.

La Tabla 4 compara la composición química de la aleación Ti-407 con la Ti 6Al-4V. Aunque la aleación Ti-407 tiene un contenido de estabilizadores de beta similar a la Ti 6-4, en general su densidad es mayor comparada con la Ti 6-4, como resultado de esta disminución en el contenido de aluminio [35].

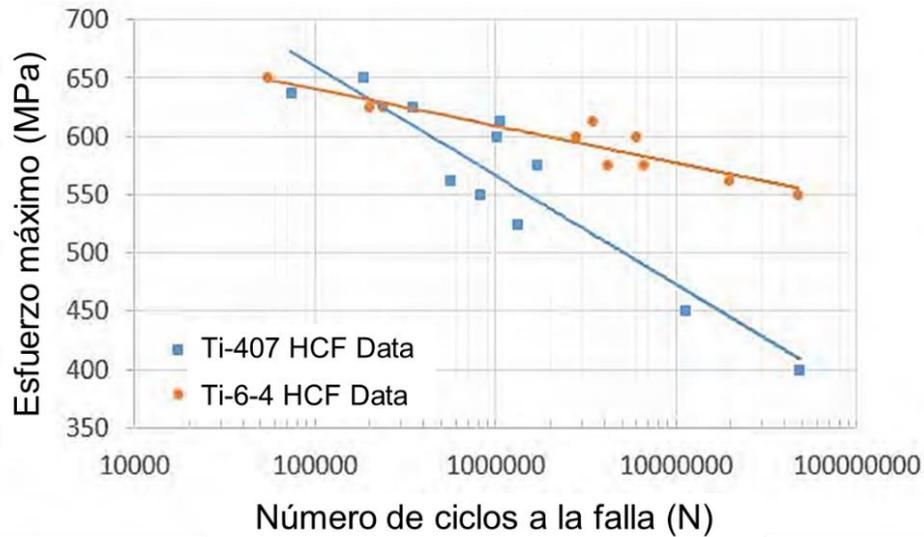


Figura 15. Comparación del desempeño en fatiga de altos ciclos (HCF) entre las aleaciones Ti-407 y Ti 6-4 [34]

Tabla 4. Composición química de las aleaciones Ti-407 y Ti-6Al-4V

Aleación	Al	V	Si	Fe	O
Ti 6Al-4V	6	4	-	0.15	0.15
Ti-407	0.7	4	0.25	0.25	0.15

Actualmente, la aleación Ti-407 se produce vía fundición por haz de electrones (*EBSM*, por sus siglas en inglés) de tal manera que se obtiene un lingote, el cual se procesa típicamente por medio de una combinación de forjado en el rango de beta y en la región bifásica alfa + beta, y finalmente se trata térmicamente cerca de 24°C por debajo de la  $T_{\beta_i}$ , enfriada en aire y envejecida alrededor de 500°C [3].

Uno de los principales beneficios que ofrece la aleación Ti-407, en comparación con la Ti-6Al-4V, es una mejora significativa en ductilidad, lo que representa una mayor facilidad para ser manufacturada, así como la posibilidad de incrementar la velocidad de maquinado, al requerir menores fuerzas de contacto.

Con respecto al procesamiento termomecánico, su inferior esfuerzo de flujo, mayor maleabilidad y más amplia ventana de proceso de la aleación Ti-407 le permite ser forjada utilizando una menor cantidad de pasos de recalentamiento; al mismo tiempo minimizar la presencia de defectos superficiales como grietas, y finalmente, requerir menor cantidad de maquinado.

La aleación Ti-407 fue diseñada con el mismo contenido de vanadio que la Ti-6Al-4V para retener la fase beta a temperatura ambiente, pero con menor contenido de aluminio (~ 0.8% en peso). Esta reducción en el contenido de aluminio incrementa la ductilidad [36] y la maquinabilidad en aleaciones de titanio [37]. Asimismo, se han adicionado estabilizadores de la fase beta, como silicio y hierro, para conferir endurecimiento por solución sólida [5].

A pesar de que la aleación Ti-407 tiene un contenido similar de estabilizadores de la fase beta, su densidad es mayor en comparación con la Ti-6Al-4V, debido a su reducción en el contenido de aluminio. Sin embargo, con un apropiado diseño de componentes, la aleación Ti-407 puede incorporarse como una aleación alternativa de peso neutral [35].

Con respecto a la temperatura beta transus ( $T\beta_t$ ) de la aleación Ti-407, esto es, la temperatura a partir de la cual la aleación se constituye únicamente por la fase beta, se espera que sea significativamente menor que la  $T\beta_t$  de la Ti-6Al-4V debido a la disminución en el contenido de aluminio, el principal estabilizador de la fase alfa en aleaciones de titanio [4].

En cuanto a su desempeño en servicio, debido a su relativa baja resistencia mecánica, la aleación Ti-407 puede no ser capaz de sustituir todos los componentes actualmente fabricados con la Ti-6Al-4V; sin embargo, componentes fabricados con Ti-407 han alcanzado hasta 2.5 veces la expansión lateral, esto es, el incremento en el espesor de un espécimen como resultado de una prueba de impacto [38], y más del doble de energía de impacto absorbida en comparación con la Ti-6Al-4V [34]. En tensión, la aleación Ti-407 ha demostrado una alta ductilidad (incremento de 60%), pero una reducción en resistencia mecánica (disminución del 34% en esfuerzo último), en comparación con la Ti-

6Al-4V. Finalmente, la combinación de alta ductilidad y reducción en resistencia mecánica contribuyen a valores similares de tenacidad a la fractura en ambas aleaciones [6].

Con respecto al comportamiento de la aleación Ti-407 en compresión a temperatura ambiente, se ha estudiado el efecto de la microestructura inicial en la maquinabilidad de esta aleación y de la Ti 6Al-4V [39]. Las distintas microestructuras fueron obtenidas variando la velocidad de enfriamiento en el ciclo de solubilizado (véase la Figura 16). Los resultados de esta investigación indican que el Ti 6Al-4V es capaz de distribuir una menor magnitud de la deformación que la Ti-407 antes de fracturarse; esto es, posee una menor tenacidad a la fractura, y este comportamiento se presentó en cada una de las velocidades de deformación estudiadas.

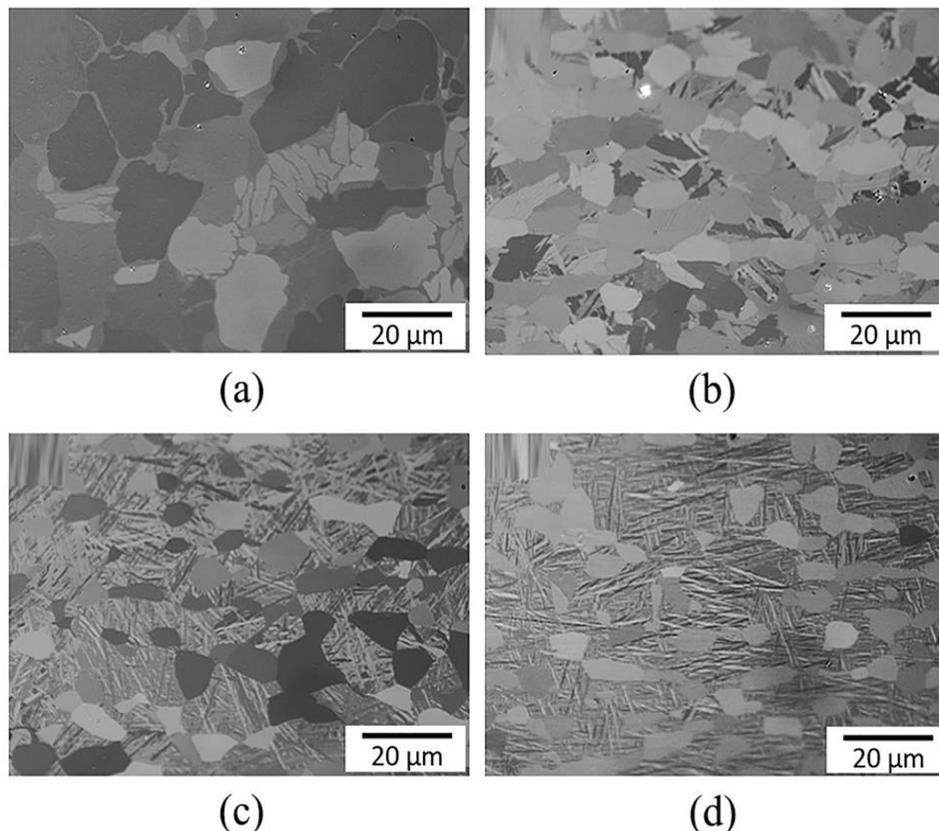


Figura 16. Fotomicrográficas de las muestras de compresión y sus respectivos tratamientos térmicos: (a) Ti 6-4, recocido, (b) Ti-407 Solubilizado + enfriamiento en aire, (c) Ti-407 Solubilizado + enfriamiento en aceite, (d) Ti-407 Solubilizado + enfriamiento en agua [39].

En cuanto a las distintas condiciones de enfriamiento en el solubilizado de la aleación Ti-407 (agua, aceite y aire), el enfriamiento en aceite incrementó la tenacidad a la fractura, dado que en esta condición el material fue capaz de deformarse en mayor magnitud previo a la fractura; por otro lado, el esfuerzo máximo registrado fue superior para la Ti 6Al-4V que para la aleación Ti-407, como se observa en la Figura 17.

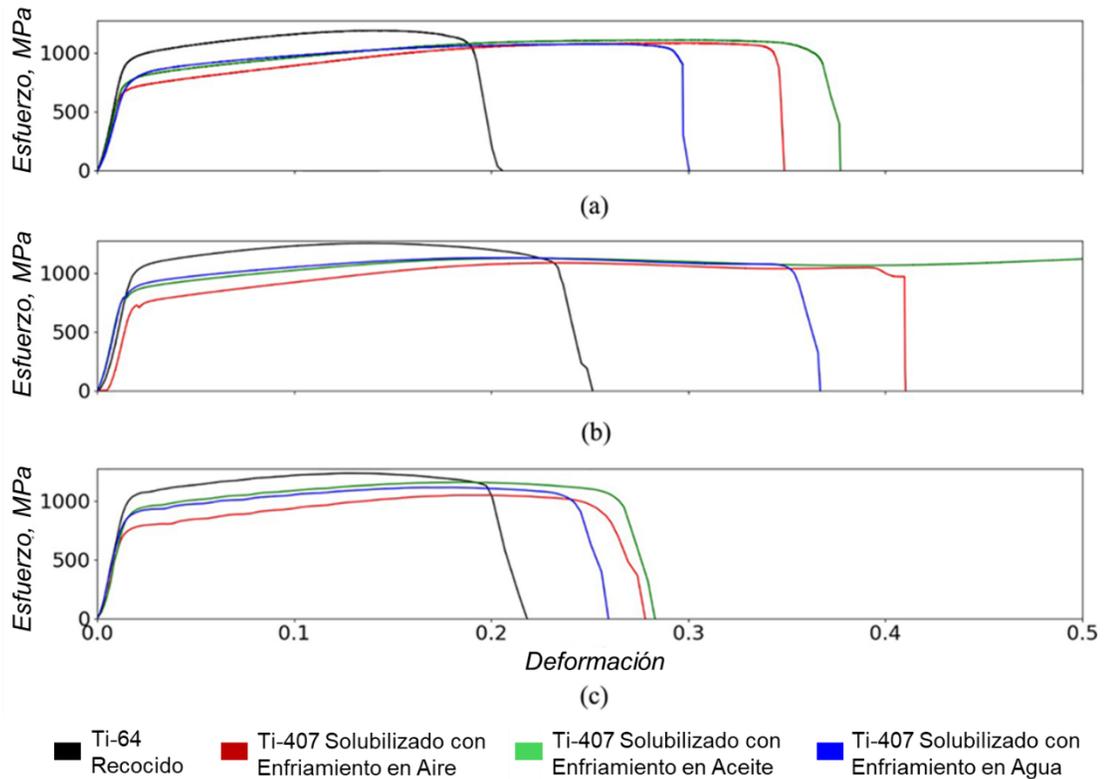


Figura 17. Curvas de flujo obtenidas por medio de ensayos de compresión a velocidades de deformación de: (a) 0.1 s<sup>-1</sup>, (b) 1 s<sup>-1</sup>, y (c) 10 s<sup>-1</sup> [39].

De forma similar al estudio de compresión mencionado anteriormente, se ha comparado la resistencia mecánica de las aleaciones Ti-407 y Ti 6-4 en tensión. Como se puede observar en la Figura 18, tanto la resistencia a la cedencia como el esfuerzo último aumentan conforme se incrementa la velocidad de deformación, mientras que la deformación a la fractura disminuye. Por lo tanto, la resistencia mecánica de ambos materiales incrementa con la velocidad de deformación a expensas de la ductilidad.

El análisis de la fractura en los especímenes de tensión ensayados reveló mayor ductilidad en la aleación Ti-407 en comparación con la Ti 6-4, lo cual se atribuye a una mayor movilidad de dislocaciones debido a la disminución en el contenido de aluminio en el Ti-407, retrasando así la iniciación de las grietas y su propagación. El mecanismo de inhibición del movimiento de dislocaciones y de la deformación por maclado consiste en el reforzamiento por solución sólida de la red cristalina del titanio [40].

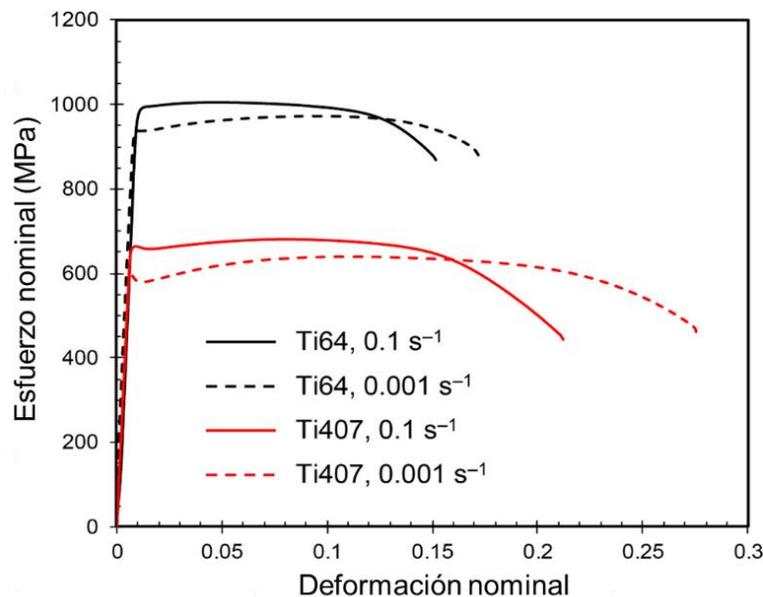


Figura 18. Curvas esfuerzo-deformación para las aleaciones Ti-407 y Ti 6-4 en tensión uniaxial a distintas velocidades de deformación [6].

La evolución microestructural de la aleación Ti-407 durante el procesamiento termomecánico se ha estudiado para productos laminados variando la temperatura de rolado, así como la cantidad de pasos de laminación [5]. Se reportó que el contenido de fase alfa globular en la microestructura se incrementa conforme desciende la temperatura y aumenta la magnitud de la deformación en los pasos de rolado, como se observa en la Figura 19.

Lo anterior se debe a que la mayor energía de deformación introducida antes del recocido resultó en una mayor fuerza motriz para la formación del alfa primaria globular.

Dado que la aleación Ti-407 fue diseñada como un sustituto de menor costo de manufactura que la Ti 6-4, la mayoría de los estudios se han enfocado en comparar su desempeño en términos de la fatiga de altos ciclos, resistencia mecánica y ductilidad en compresión y tensión a temperatura ambiente; sin embargo, estas propiedades mecánicas han sido evaluadas desde una perspectiva de la aplicación de la aleación para su uso en servicio.

Por otro lado, desde el punto de vista de la manufactura no ha sido reportada la interacción entre la microestructura laminar, típicamente presente en las etapas iniciales de los procesos de conformado en caliente, con la temperatura de deformación, y sus efectos en el comportamiento de los esfuerzos de flujo para la aleación Ti-407.

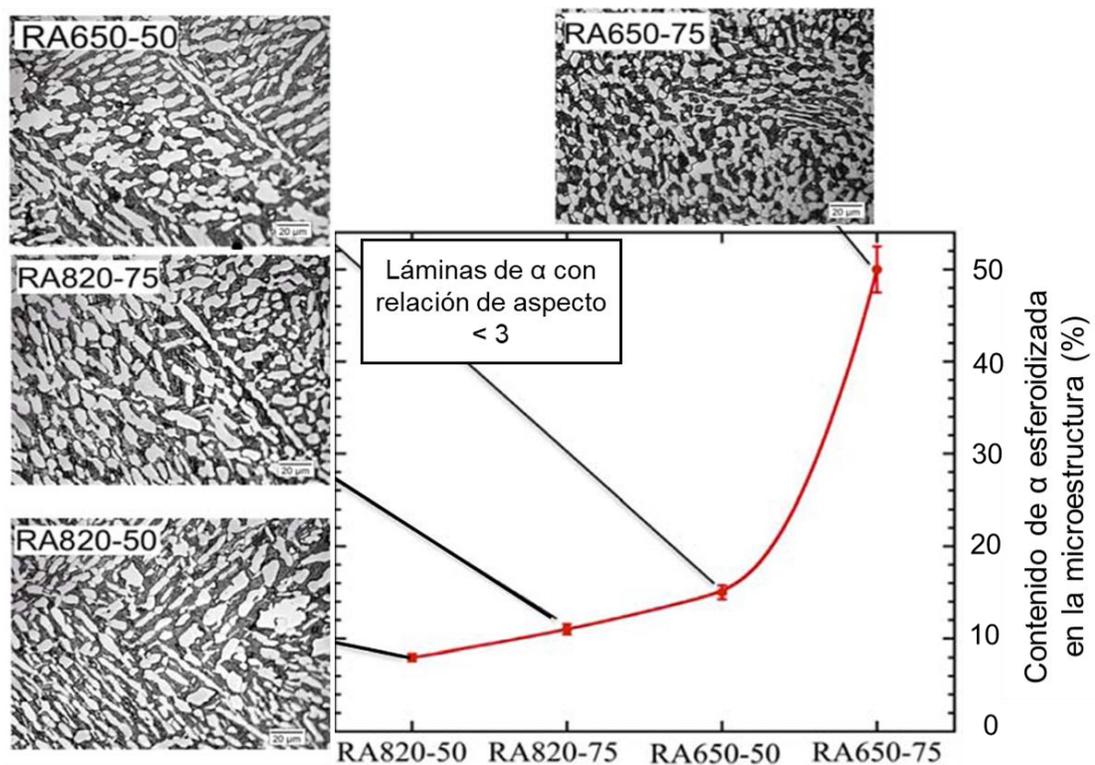


Figura 19. Variación del contenido de alfa primaria en la condición de recocido (partículas claras en las fotomicrografías) [5].

Con base en los antecedentes antes mencionados, se diseñaron una serie de experimentos para comprobar la hipótesis planteada, con el fin de elucidar el

efecto de la temperatura y la magnitud de la deformación en la morfología y distribución de las fases alfa y beta resultantes, partiendo de microestructuras predeterminadas; para optimizar su procesamiento termomecánico y obtener un balance óptimo de resistencia a la cedencia y ductilidad a temperatura ambiente en la aleación Ti-407. La metodología experimental se describe detalladamente en el Capítulo III.

## CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

### 3.1 Introducción

En el presente capítulo se describen los materiales utilizados, así como los procedimientos experimentales llevados a cabo para comprobar la hipótesis planteada en este trabajo de investigación.

La aleación Ti-407 fue proporcionada por la empresa FRISA Aerospace en forma de un segmento de anillo rolado de 70 x 280 x 1200 milímetros (Figura 20), el cual fue procesado termo mecánicamente utilizando una temperatura de forja por arriba de beta transus ( $T > T_{\beta_t}$ ) al inicio del proceso, y posteriormente en la región bifásica  $\alpha + \beta$  al final de este ( $T < T_{\beta_t}$ ). La composición química del segmento utilizado se muestra en la Tabla 5.



Figura 20. Segmento de anillo rolado que fue utilizado para la realización de los experimentos

Tabla 5. Composición química de la colada utilizada para la realización de los experimentos con la aleación Ti-407.

Fe	V	Si	Al	C	O	N	Y	H	Ti
0.268	3.67	0.21	0.84	0.02	0.14	0.006	<0.0005	17 ppm	94.83

La temperatura de beta transus ( $T_{\beta t}$ ) de la aleación Ti-407 (la temperatura a partir de la cual la microestructura del material es 100% fase beta), se obtuvo experimentalmente utilizando la técnica de dilatometría, a partir de una geometría cilíndrica de 10 mm de diámetro y 30 mm de longitud, la cual fue calentada en un dilatómetro vertical Linseis modelo L75 (Figura 21), a una tasa constante de 10 °C/min desde temperatura ambiente hasta alcanzar 950°C.



Figura 21. Dilatómetro vertical utilizado para determinar la  $T_{\beta t}$  de la aleación Ti-407.

A partir del segmento de anillo antes mencionado, se maquinaron especímenes cilíndricos para realizar ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura, dado que es el modo de deformación dominante en el proceso de forja [41], utilizando dos geometrías distintas, las cuales fueron identificadas

como A y B, siendo sus dimensiones: 10 mm de diámetro por 15 mm de altura para la geometría tipo A; y 60 mm de diámetro por 90 mm de altura para la geometría B (véase la Figura 22); de manera que ambos tipos de geometrías tuvieran la misma relación longitud/diámetro (1.5/1) para que los resultados sean comparables entre sí.

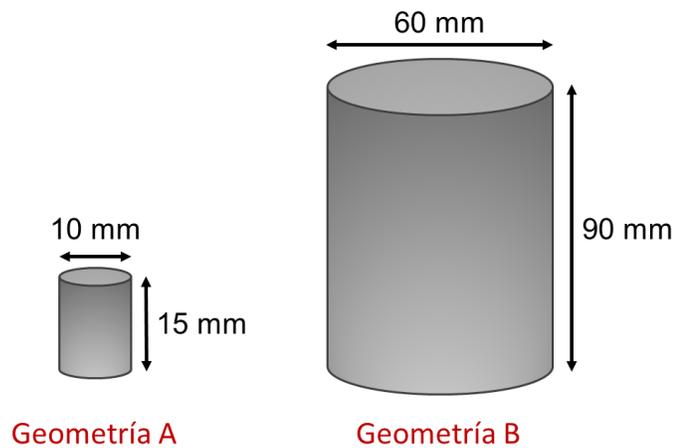


Figura 22. Dimensiones de los especímenes identificados como geometrías “A” y “B”.

Los cilindros con geometría tipo A se diseñaron con la finalidad de ser ensayados en una máquina universal, y de este modo, obtener los esfuerzos de flujo de la aleación Ti-407 en función de la microestructura inicial, promovida mediante enfriamientos a distintas velocidades, y de la temperatura de deformación. Una vez deformados los cilindros tipo A, se caracterizó su microestructura resultante,

Por otro lado, los cilindros tipo B fueron diseñados con tales dimensiones para que fuese posible deformarlos a escala industrial, mediante el uso de una prensa hidráulica.

Dada la condición del material utilizado para la fabricación de los cilindros, el cual fue procesado termo-mecánicamente en la empresa FRISA Aerospace, se realizó un tratamiento térmico de recocido beta en los cilindros maquinados a partir de las dos geometrías (A y B).

El tratamiento térmico recocido beta transforma la microestructura de las aleaciones de titanio a la fase beta, dado que se realiza a una temperatura superior a la beta transus ( $T_{\beta_t}$ ), para, de este modo, restablecer la microestructura a una condición muy cercana a aquella en la que se recibe típicamente una barra de aleación Ti-407 para ser forjada.

El recocido beta se realizó en una mufla calentada por resistencia a la temperatura de 940 °C durante una hora; posteriormente los cilindros se enfriaron hasta temperatura ambiente utilizando tres medios de enfriamiento con la finalidad de promover la formación de tres microestructuras distintas como resultado de la diferencia en las tasas de enfriamiento desde el rango de la fase beta. Los medios de enfriamiento que se emplearon fueron: temple en agua, enfriamiento en aire y enfriamiento en horno (enfriamiento lento dentro de la mufla). La Figura 23 muestra los cilindros después de haber sido tratados térmicamente y enfriados hasta alcanzar la temperatura ambiente con los medios de enfriamiento mencionados.



Figura 23. Cilindros de geometría “B”, tratados térmicamente a  $T > T_{\beta_t}$  y enfriados en aire (izquierda), agua (centro) y horno (derecha), y segmentos tratados de la misma manera para su subsecuente caracterización mecánica y microestructural.

Se utilizó un segmento de un cilindro con geometría B por cada condición de enfriamiento (véase la Figura 23), con el objetivo de caracterizar la morfología y la distribución de las fases alfa y beta; así como sus propiedades mecánicas de tensión a temperatura ambiente, como se indica en el estándar internacional ASTM E8.

Asimismo, se obtuvo la dureza Brinell para cada condición inicial, de acuerdo con la norma internacional ASTM E110, para lo cual se empleó un durómetro portátil utilizando una carga de 3,000 kg, y un aditamento para analizar el diámetro de las huellas y convertirlo a unidades de dureza Brinell (HBW), como se observa en la Figura 24.



Figura 24. Durómetro portátil y analizador de huellas de dureza Brinell.

De forma esquemática, la Figura 25, muestra la ruta experimental para los cilindros con geometría tipo A y B, desde el recocido beta, pasando por la deformación en caliente, y finalmente la caracterización mecánica y microestructural.

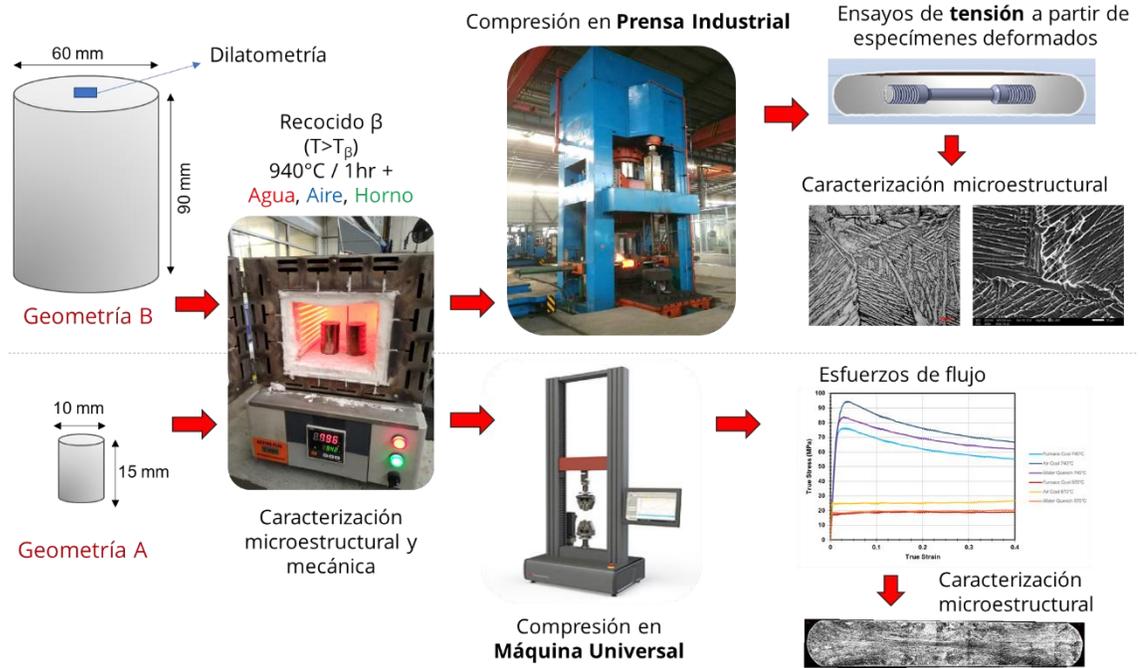


Figura 25. Diagrama esquemático de la metodología experimental.

### 3.2 Ensayos de compresión con cilindros de geometría “A” (10 x 15 mm).

Los especímenes de menor dimensión (geometría A) se utilizaron para realizar ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura, en una máquina universal electromecánica MTS, modelo QTEST/100, la cual se observa en la Figura 26. Esto con el objetivo de determinar el esfuerzo de flujo y la evolución microestructural de la aleación Ti-407 en función de la microestructura inicial, obtenida como resultado del recocido beta empleando distintos medios de enfriamiento, y de la temperatura a la cual se efectuó la deformación en el ensayo de compresión.

Los ensayos de compresión se realizaron a una velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, hasta alcanzar una deformación real de 0.8, utilizando una atmósfera inerte de gas argón para minimizar la oxidación en los especímenes durante los ensayos.

Las temperaturas a las cuales se efectuaron los ensayos fueron las siguientes: 750 °C, 770 °C, 790 °C, 815 °C, 830 °C, 850 °C, 870 °C, 890 °C, y 910 °C, respectivamente, buscando cubrir un barrido de temperaturas por debajo y por encima de la temperatura beta transus. Los especímenes cilíndricos fueron calentados a las temperaturas previamente mencionadas, y posteriormente se mantuvieron por 30 minutos a la temperatura de ensayo antes de ser deformadas isotérmicamente (véase la Tabla 6).

Tabla 6. Condiciones experimentales para ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura, en máquina universal

Condición Inicial	Geometría	Temperatura de deformación (°C)	Magnitud de la deformación	Velocidad de deformación mm/s
940°C / 1 h / Horno	Tipo A (10 x 15 mm)	750, 770, 790, 815, 830, 850, 870, 890, 910	0.8	0.05
940°C / 1 h / Aire				
940°C / 1 h / Agua				

Para reducir la fricción existente entre los dados de la máquina universal y las probetas cilíndricas de aleación Ti-407, se utilizó un lubricante base grafito coloidal. Al alcanzar la magnitud de la deformación establecida, los especímenes deformados se enfriaron al aire hasta alcanzar la temperatura ambiente. Con base en estos ensayos, se obtuvieron curvas de flujo para las distintas temperaturas y microestructuras iniciales a partir de los valores registrados por el software de adquisición de datos de carga y desplazamiento de la máquina universal.

Posterior a los ensayos de compresión, los cilindros deformados fueron seccionados en un plano paralelo a la dirección de la deformación, para caracterizar la microestructura por medio de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés).

Las muestras seccionadas fueron pulidas utilizando lijas de carburo de silicio con grano desde # 320 hasta # 1200; posteriormente, se pulieron utilizando un paño y solución de pasta de diamante hasta conseguir un acabado espejo en la superficie de las muestras. Enseguida, se atacaron químicamente utilizando una solución de 2mL HF + 4mL HNO<sub>3</sub> + 100 mL H<sub>2</sub>O para revelar la microestructura.



Figura 26. Máquina universal MTS modelo QTEST / 100 equipada con horno para ensayos de compresión a alta temperatura.

### 3.3 Ensayos de compresión con cilindros de geometría “B” (60 x 90 mm)

Los especímenes de mayor tamaño (geometría B) se deformaron axialmente en compresión a velocidad constante de 4 mm/s, utilizando una prensa hidráulica a escala industrial. La magnitud de la deformación, expresada en porcentaje de reducción de altura fue de 40% y 80%, mientras que las temperaturas de forja fueron 840°C y 740°C. Estas temperaturas se seleccionaron con base en los experimentos de compresión con especímenes de geometría tipo A. Los parámetros experimentales utilizados están condensados en la Tabla 7.

Tabla 7. Condiciones experimentales para ensayos de compresión uniaxial a alta temperatura, en prensa hidráulica industrial.

Condición Inicial	Geometría	Temperatura de deformación (°C)	%Reducción de Altura	Velocidad de deformación mm/s
940°C / 1 h / Horno	Tipo B (60 x 90 mm)	750, 850	40, 80%	4
940°C / 1 h / Aire				
940°C / 1 h / Agua				

Con el objetivo de minimizar las pérdidas de temperatura en los cilindros como resultado de la transferencia de calor por conducción entre los dados de la prensa y los cilindros, se utilizó como aislante en las caras superior e inferior de los cilindros una fibra cerámica refractaria de 12 mm de espesor compuesta de sílice y alúmina.

Posterior a la compresión uniaxial en prensa hidráulica industrial, los cilindros fueron enfriados en aire quieto hasta alcanzar la temperatura ambiente; enseguida, fueron seccionados de forma paralela a la dirección de compresión, como se indica en la utilizando una sierra cinta de carburo de tungsteno.

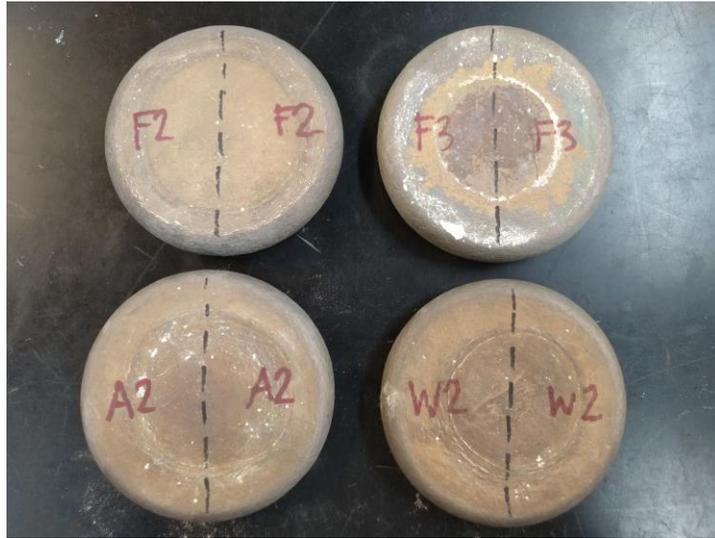


Figura 27. Cilindros de geometría tipo B deformados en compresión a alta temperatura, marcados con líneas discontinuas que indican las zonas de corte para su posterior análisis.

Cada segmento de los cilindros fue solubilizado a 835°C durante una hora, utilizando una mufla calentada por resistencias (véase la Figura 28), seguido de un enfriamiento en agua y en aire, respectivamente, para simular las condiciones de tratamiento térmico que establece la industria aeroespacial para esta aleación.

A continuación, se realizó un relevado de esfuerzos a 500°C por 8 horas, indicado en especificaciones de la industria aeroespacial para esta aleación, y finalmente se maquinaron especímenes de tensión en la dirección perpendicular al eje de compresión para cada condición experimental, a partir de los cilindros deformados y tratados térmicamente, como se indica esquemáticamente en la Figura 29. Tanto el maquinado como la ejecución de los ensayos de tensión a temperatura ambiente fueron realizados en conformidad con el estándar internacional ASTM E8.



Figura 28. Distribución de muestras de geometría B en la mufla de tratamiento térmico durante el ciclo de solubilizado a 835°C.

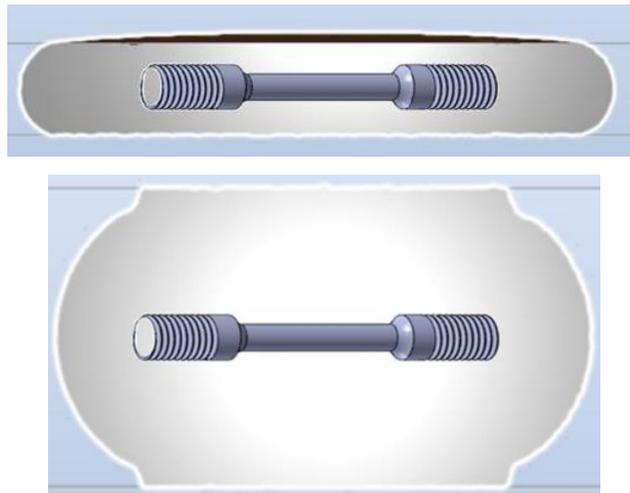


Figura 29. Representación esquemática de la extracción de probetas de tensión a partir de los cilindros con geometría B deformados en compresión (vista en sección transversal). Arriba, muestra deformada al 80% de reducción de altura; abajo, muestra deformada al 40% de reducción de altura.

A partir de los ensayos de tensión se obtuvieron las siguientes propiedades mecánicas para cada condición experimental: resistencia a la cedencia, esfuerzo último, y ductilidad, expresada en términos de la reducción de área a la fractura.

Los especímenes fracturados en tensión se seccionaron en una cortadora de disco Struers modelo Labotom-5 (Figura 30), utilizando una velocidad rotacional de 3,450 rpm y empleando un líquido de enfriamiento soluble en agua direccionado hacia la zona de corte, para evitar que el material se sobrecaliente durante el proceso de corte.



Figura 30. Cortadora de disco utilizada para realizar los cortes de las probetas de tensión ensayadas.

Posteriormente, los segmentos obtenidos a partir de probetas de tensión ensayadas se prepararon metalográficamente para correlacionar las propiedades mecánicas de tensión a temperatura ambiente con su microestructura correspondiente.

La morfología y distribución de las fases alfa y beta fue caracterizada inicialmente mediante la técnica de microscopía óptica para evaluar de forma general la microestructura obtenida, utilizando un microscopio Zeiss, modelo Axio Observer; posteriormente se caracterizaron las muestras en un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-IT200, con el objetivo de evaluar la morfología de la fase alfa y su fracción en área. Las mediciones de los microconstituyentes fueron realizadas con el software de análisis de imágenes ImageJ. Los resultados obtenidos se presentan en el Capítulo IV.

## CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos a partir de los experimentos descritos en el Capítulo III, incluyendo: dilatometría, caracterización microestructural por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, dureza Brinell, y propiedades mecánicas de tensión a temperatura ambiente.

### 4.1 Caracterización de la condición inicial

#### 4.1.1 Dilatometría

En la Figura 31 se muestra el perfil dilatométrico de la aleación Ti-407, y se indica de manera esquemática el rango de temperatura en el cual se presentan las fases  $\alpha$  y  $\beta$ . En el eje vertical primario se muestra la dilatación de la muestra, expresada en micrómetros; el eje vertical secundario indica la derivada de la dilatación con respecto al tiempo (velocidad de dilatación) en micrómetros por segundo; mientras que el eje horizontal indica la temperatura. La línea punteada de la izquierda a 796 °C señala un cambio de pendiente en la curva dilatación – temperatura (línea roja), indicando que la fase  $\alpha$  (hcp) comienza a transformarse en  $\beta$  (bcc). Por otro lado, la línea punteada de la derecha a 869 °C señala el punto a partir del cual la pendiente de la curva dilatación – temperatura deja de cambiar y se mantiene constante, sugiriendo que la transformación  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  ha sido completada ( $T_{\beta_t} = 869$  °C). Por lo tanto, el rango de transformación  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  ocurre entre 796 °C y 869 °C, y el cambio más pronunciado en la curva de velocidad de dilatación – temperatura (línea azul) a 839 °C indica el cambio de pendiente máximo de la curva dilatación – temperatura (línea roja), sugiriendo que a esta temperatura se alcanza la mayor parte de la transformación  $\alpha + \beta \rightarrow$

β. Estos resultados permitieron identificar con precisión las temperaturas de transformación de ambas fases en el material estudiado.

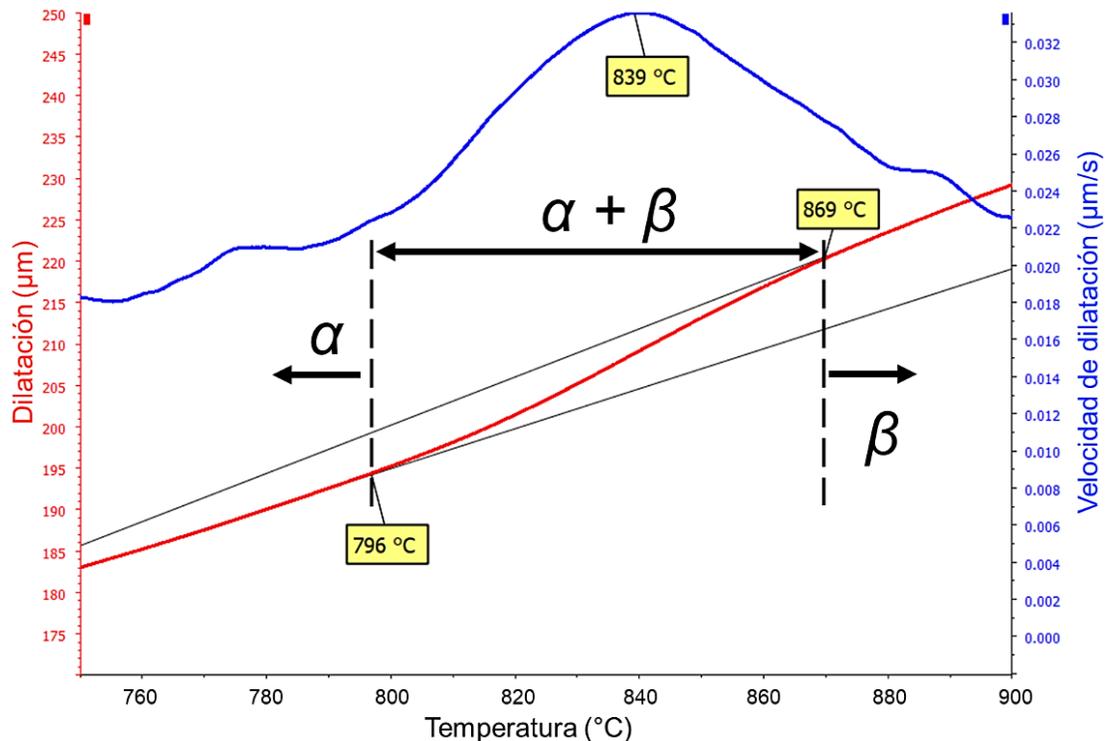


Figura 31. Perfil dilatométrico de la aleación Ti-407 obtenido a una velocidad de calentamiento de 10°C/min en un dilatómetro vertical calentado por resistencia.

#### 4.1.2 Análisis microestructural en la condición de recocido beta.

La Figura 32 muestra imágenes de microscopía electrónica de barrido correspondientes a las tres condiciones iniciales, las cuales fueron obtenidas tras someter la aleación a un tratamiento térmico de recocido beta y enfriamiento subsecuente en horno, aire quieto y agua, respectivamente.

Las microestructuras obtenidas consisten en granos previos de beta y láminas de alfa intergranulares, cuyo espesor varía de manera inversa a la velocidad de enfriamiento. Es importante notar que la velocidad de enfriamiento se va incrementando de la notación de la Figura 32 (a), después a (b), y finalmente a (c), siendo esta última la rapidez más grande.

Como se observa en la Figura 32(a), las muestras enfriadas lentamente en la mufla desarrollaron una combinación de láminas de alfa Widmanstätten ( $\alpha_w$ ), y granos de beta previos decorados con láminas gruesas de alfa en las fronteras de grano ( $\alpha_{GB}$ ). Lo anterior se muestra acorde con los hallazgos reportados por Kherrouba, et. al. [42] para la aleación Ti-6Al-4V bajo enfriamiento lento desde el campo de la fase beta, la cual mostró una microestructura laminar gruesa, caracterizada por la presencia de alfa en las fronteras de grano, y láminas de alfa Widmanstätten ( $\alpha_w$ ) que nuclean en la capa de alfa presente en los límites de los granos beta, y crecen de forma intragranular.

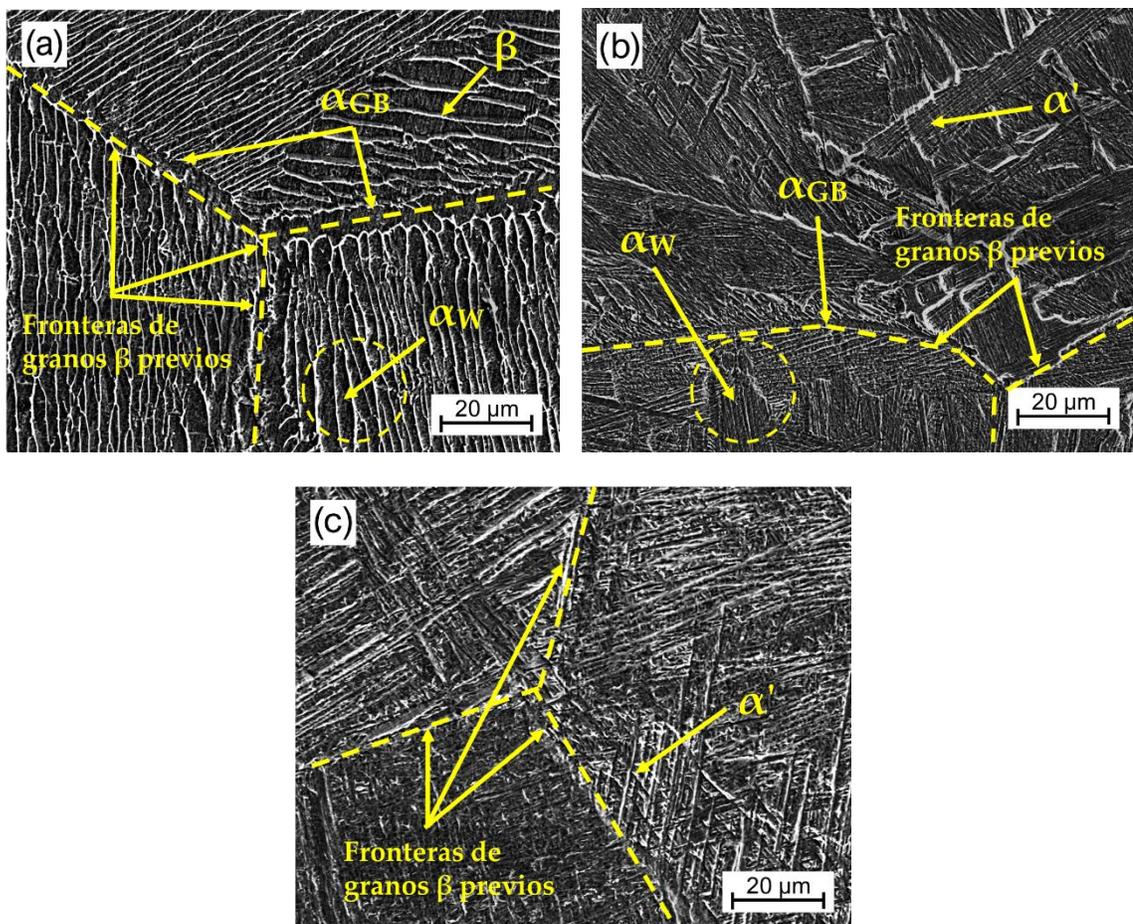


Figura 32. Imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM), de la aleación Ti-407 después de un tratamiento térmico de recocido beta a 940°C por 1 h, seguido de: a) enfriamiento en horno, b) enfriamiento en aire, y c) temple en agua.

Por otro lado, en la Figura 32(b) se observa la microestructura de la muestra enfriada en aire, mostrando una combinación de alfa martensítica ( $\alpha'$ ) con morfología acicular, láminas de alfa Widmanstätten intragranulares, y algunas fronteras de granos beta previos decoradas con fase alfa ( $\alpha_{GB}$ ), lo cual indica que a esta tasa intermedia de enfriamiento, la transformación martensítica no pudo ser alcanzada completamente, ya que una cierta cantidad de alfa laminar tuvo tiempo suficiente para nuclear y crecer.

Finalmente, como se observa en la Figura 32(c), los especímenes templados en agua mostraron una microestructura predominantemente martensítica, caracterizada por la presencia de alfa con morfología acicular ( $\alpha'$ ), dado que, bajo esta condición, la tasa de enfriamiento fue lo suficientemente alta para evitar el crecimiento de la fase alfa laminar, cuyo mecanismo es de difusión.

El espesor de la fase alfa resultante, así como el contenido de alfa primaria posterior al enfriamiento desde la fase beta en horno, en aire, y en agua, fueron cuantificados utilizando el software ImageJ para análisis de imágenes de microscopía; los resultados están condensados en la Tabla 8.

Tabla 8. Espesor promedio de las láminas de alfa y fracción en área obtenida al enfriar la aleación Ti-407 desde una temperatura de 940°C empleando distintos medios de enfriamiento.

Característica	Enfriamiento en Horno	Enfriamiento en Aire	Temple en Agua
Espesor de láminas de alfa ( $\mu\text{m}$ )	$1.7 \pm 0.8$	$0.6 \pm 0.3$	$0.5 \pm 0.2$
Contenido de fase alfa (% en área)	82	70	65

Como se puede observar, conforme la tasa de enfriamiento se incrementa desde la condición de enfriamiento en horno hasta temple en agua, el espesor de las láminas de alfa va en decremento, indicando que el crecimiento de las láminas de alfa es dependiente del tiempo.

Por otro lado, el contenido de fase alfa disminuye de 82% a 65% conforme se incrementa la velocidad de enfriamiento, dado que una mayor fracción de la fase beta es retenida con enfriamientos rápidos como el caso del temple en agua.

#### 4.1.3 Dureza Brinell

Los resultados de dureza Brinell para las distintas condiciones iniciales, obtenidas mediante el enfriamiento desde una temperatura de 940°C y utilizando tres medios de enfriamiento (agua, aire y horno), se presentan en la Figura 33.

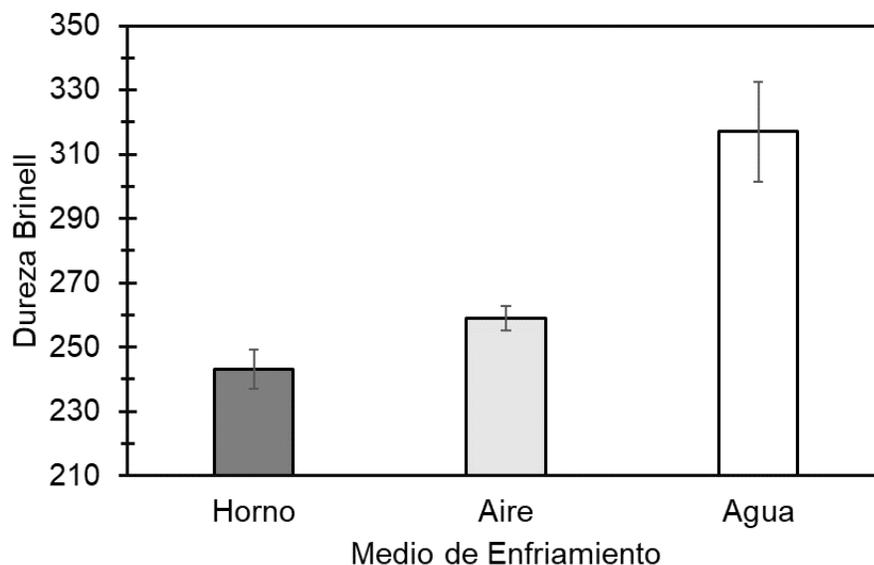


Figura 33. Dureza Brinell de las muestras calentadas a 940°C por 1 hora y enfriadas en agua, aire y horno, respectivamente.

A partir de los ensayos de dureza Brinell, es posible observar que el endurecimiento es directamente proporcional a la velocidad de enfriamiento desde el rango de la fase beta ( $T > T_{\beta}$ ); esto es, las muestras enfriadas en agua alcanzaron la mayor dureza, mientras que las muestras enfriadas lentamente en el horno desarrollaron la dureza más baja.

Lo anterior implica, por consecuencia, que la dureza de la aleación Ti-407 está en función principalmente del contenido de alfa primaria, y en menor grado del espesor de las láminas de alfa (véase la Tabla 8).

#### 4.1.4 Tensión a temperatura ambiente

Después de los tratamientos termomecánicos descritos anteriormente, se maquinaron probetas y fueron ensayadas en tensión como se indica en la Figura 29 del Capítulo III. De estas pruebas se obtuvo la resistencia a la cedencia y el esfuerzo último para cada condición experimental, como se indica en la Figura 34, la cual incluye como referencia el requerimiento de la industria para la resistencia a la cedencia a temperatura ambiente.

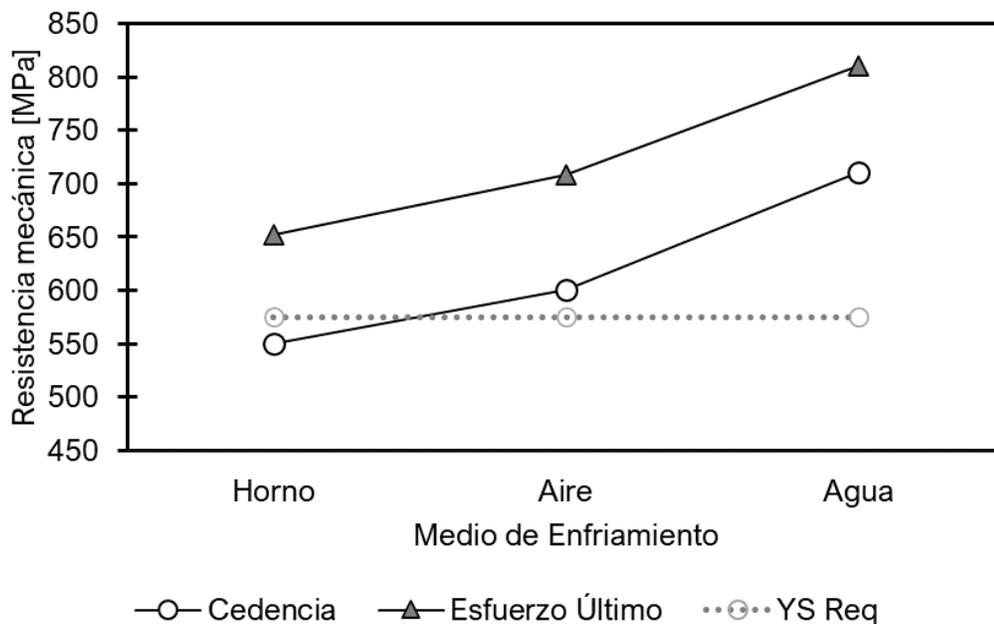


Figura 34. Resistencia mecánica de la aleación Ti-407 en función del medio de enfriamiento utilizado en el ciclo de recocido  $\beta$  (940°C, 1h).

Como se puede apreciar, el comportamiento del material en cuanto a resistencia mecánica está en función del medio de enfriamiento, siguiendo la misma tendencia que se observó en los ensayos de dureza Brinell de la Figura 33. Por lo que tanto la dureza como la resistencia mecánica de la aleación Ti-407 dependen del espesor y del contenido de la fase  $\alpha$  que se haya obtenido durante

el enfriamiento desde el rango de temperatura de la fase  $\beta$ . En cuanto al requerimiento de resistencia a la cedencia, tanto las muestras enfriadas en agua como las enfriadas en aire cumplieron con este requerimiento.

Por su parte, la Figura 35 muestra los resultados de ductilidad obtenidos de acuerdo con el estándar internacional ASTM E8. Asimismo, se incluye como referencia el requerimiento de la industria para el porcentaje de reducción de área a la fractura. Como puede observarse, la ductilidad es inversamente proporcional a la velocidad de enfriamiento; por lo tanto, la ductilidad de esta aleación es inversamente proporcional al espesor de las láminas de  $\alpha$  obtenidas durante el enfriamiento a partir del rango de la fase  $\beta$ .

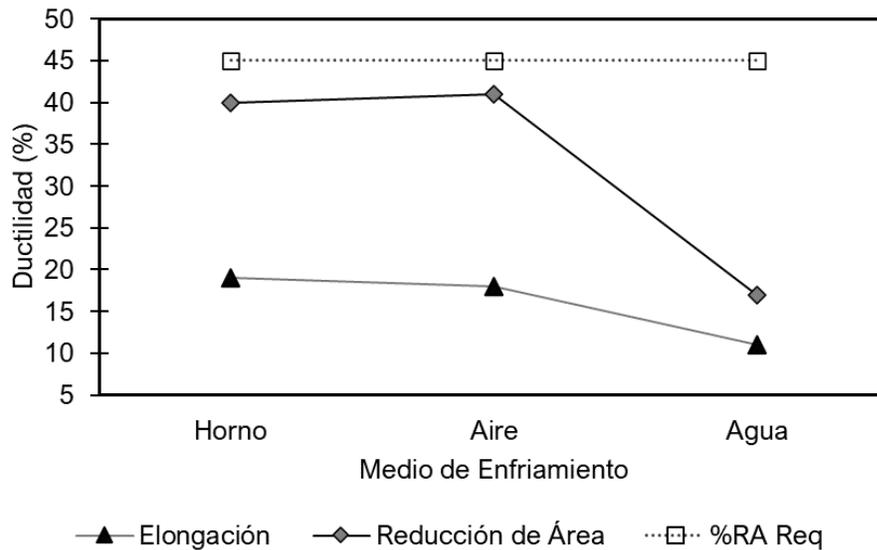


Figura 35. Ductilidad expresada en términos de elongación y reducción de área a la fractura en función del medio de enfriamiento utilizado en el ciclo de recocido  $\beta$  (940°C, 1h).

En cuanto al requerimiento industrial para la reducción de área a fractura, ninguna de las condiciones experimentales alcanzó el mínimo requerido, lo cual indica que este proceso de recocido beta no es suficiente para conseguir una microestructura adecuada tanto para la resistencia mecánica como para la ductilidad de la aleación Ti-407.

## 4.2 Ensayos de compresión a alta temperatura en máquina universal

### 4.2.1 Análisis de esfuerzos de flujo en función de la temperatura y la microestructura inicial

Los resultados de los ensayos de compresión a temperatura elevada correspondiente a las tres microestructuras iniciales, usando una velocidad constante de cabezal y distintas temperaturas, fueron utilizados para evaluar el comportamiento de los esfuerzos de flujo y la evolución microestructural de la aleación Ti-407.

A partir de los datos brutos de carga y desplazamiento obtenidos por medio del software de adquisición de datos de la máquina de ensayos universal, se generaron curvas de esfuerzo verdadero contra deformación real, como se puede observar en la Figura 36 para las muestras recocidas en la región de  $\beta$  y enfriadas en horno. Asimismo, en la Figura 37 se observan estas curvas para las muestras enfriadas en aire posterior al recocido  $\beta$ . Finalmente, las curvas de flujo para las muestras recocidas en  $\beta$  y templadas en agua se muestran en la Figura 38.

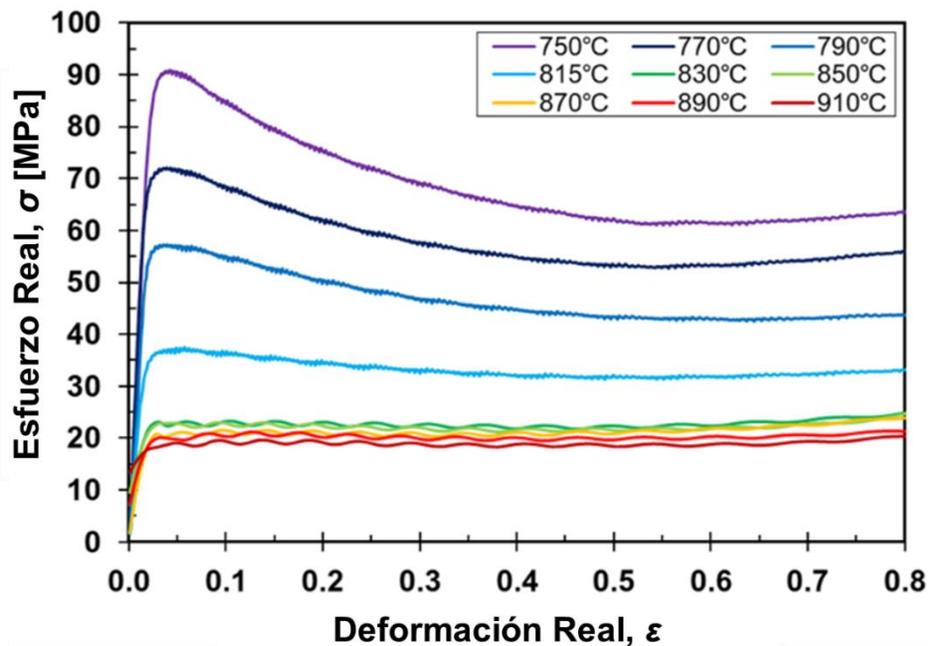


Figura 36. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación Ti-407 obtenida a velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, para la condición inicial de recocido beta y enfriamiento lento en horno.

Una vez alcanzado el esfuerzo máximo, las muestras experimentaron un ablandamiento, caracterizado por la disminución de los esfuerzos de flujo, el cual continuó hasta que se alcanzó un estado estacionario, en el que los esfuerzos de flujo permanecieron constantes durante el ensayo.

Finalmente, los esfuerzos de flujo se incrementaron a  $\epsilon > 0.6$  debido a la intensificación de la fuerza de fricción entre los especímenes y los dados de la máquina de ensayos universal.

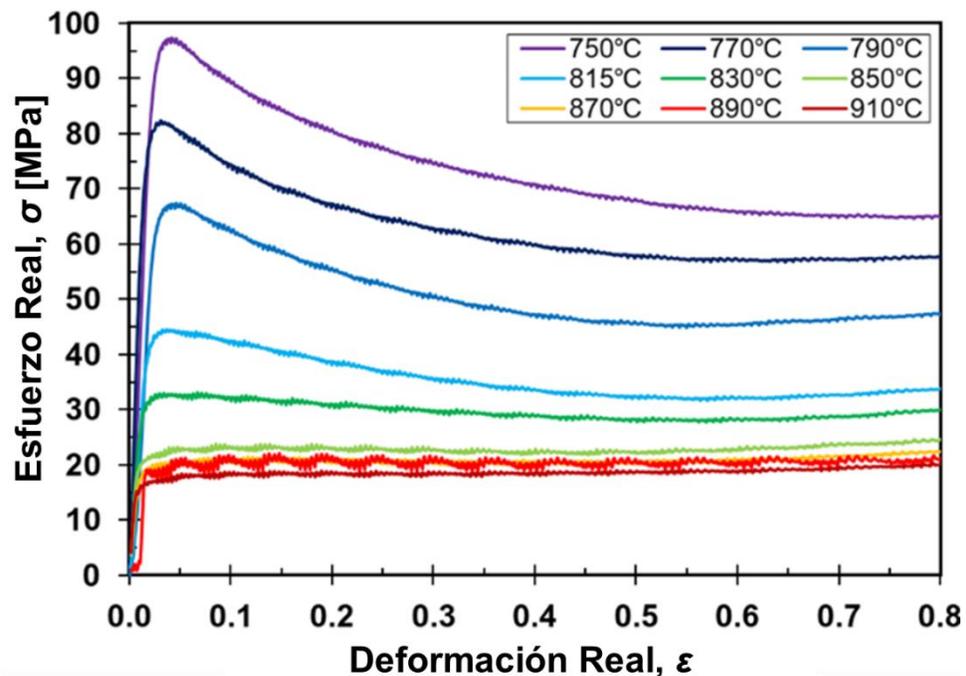


Figura 37. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación Ti-407 obtenida a velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, para la condición inicial de recocido beta y enfriamiento en aire.

En los ensayos realizados a las temperaturas más altas ( $T > 830^{\circ}\text{C}$ ), el esfuerzo máximo y la resistencia a la cedencia alcanzaron valores muy cercanos entre sí, y se alcanzó el estado de esfuerzo estacionario tan pronto como se alcanzó el punto de cedencia, indicando que prevaleció un fenómeno de recuperación dinámica, en el cual existen cambios en la estructura de dislocaciones en el material, tales como la aniquilación y/o el reacomodo de

dislocaciones durante la deformación, hacia configuraciones de menor energía [43].

El endurecimiento por deformación, observado durante la etapa inicial de los ensayos y el subsecuente ablandamiento ha sido reportado para la aleación Ti-6Al-4V con microestructura laminar inicial, sometida a compresión uniaxial en caliente, a temperaturas de ensayo  $T < T_{\beta t}$  [44].

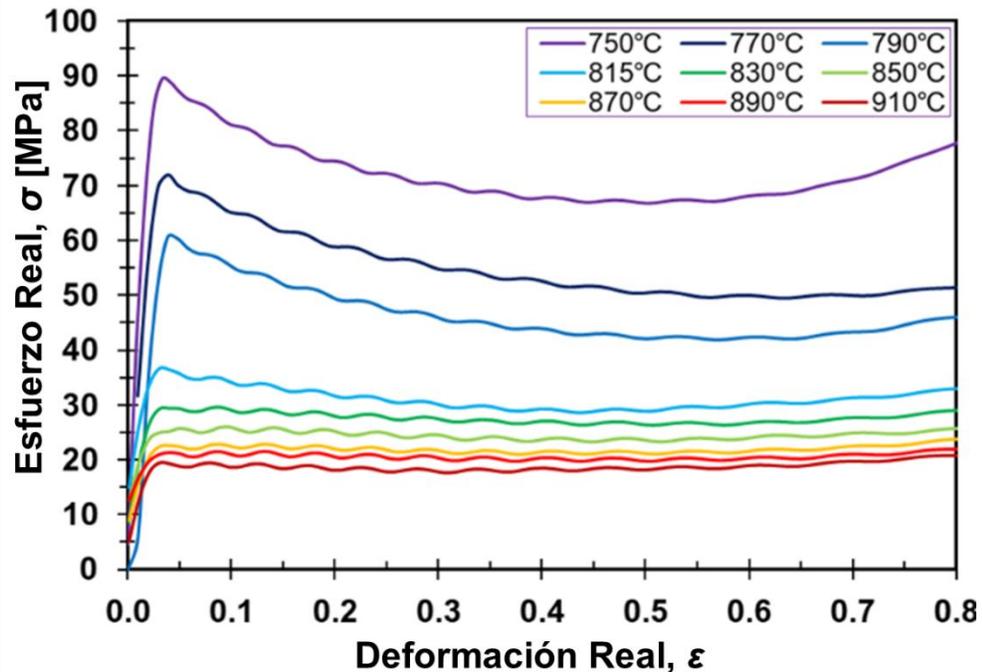


Figura 38. Curvas esfuerzo-deformación de la aleación Ti-407 obtenida a velocidad de cabezal constante de 0.05 mm/s, para la condición inicial de recocido beta y temple en agua.

Por otro lado, el comportamiento de ablandamiento puede ser atribuido a distintas causas, incluyendo:

- La formación de bandas de corte y localización de la deformación [30].
- Globularización dinámica de las láminas de alfa [31].
- Calentamiento por deformación, dado que cuando las aleaciones de titanio se deforman a temperaturas elevadas, el calor inducido por la deformación no puede ser conducido y disipado hacia los lados lo

suficientemente rápido, debido a su baja conductividad térmica, lo cual ocasiona un incremento en la temperatura, mismo que promueve la movilidad de dislocaciones reduciendo el esfuerzo de flujo [45].

d) Rizado de las láminas de alfa, el cual se ha reportado que ocurre en aleaciones de titanio, usualmente a bajas magnitudes de la deformación ( $\epsilon < 0.3$ ), lo cual ocurre antes de la globularización dinámica [45].

El comportamiento de ablandamiento observado en los ensayos de compresión de la aleación Ti-407, se asemeja al reportado para la aleación Ti-6Al-4V, el cual fue atribuido a la globularización de la estructura laminar inicial, esto es, la partición de las láminas de alfa hasta formar glóbulos, así como la realineación progresiva de las láminas de alfa perpendiculares a la dirección en que se aplicó la carga [46].

En cuanto al efecto del medio de enfriamiento utilizado en la etapa de recocido beta en la resistencia la cedencia (Figura 39) y el esfuerzo máximo (Figura 40), las muestras que se enfriaron lentamente en el horno mostraron los menores esfuerzos de cedencia, mientras que los especímenes templados en agua y enfriados en aire, desarrollaron los más altos esfuerzos de cedencia, indicando una relación inversa de la resistencia mecánica con el espesor de las láminas de alfa.

Finalmente, a las temperaturas de ensayo  $T > 830^{\circ}\text{C}$ , la influencia de la microestructura inicial previa a la deformación fue prácticamente despreciable, tanto para el esfuerzo de cedencia como para el esfuerzo máximo, puesto que la fase alfa laminar se transforma gradualmente a la fase beta. Este comportamiento está reportado para una aleación de titanio Ti-55 conforme la temperatura del ensayo se aproxima a la  $T_{\beta t}$  [47].

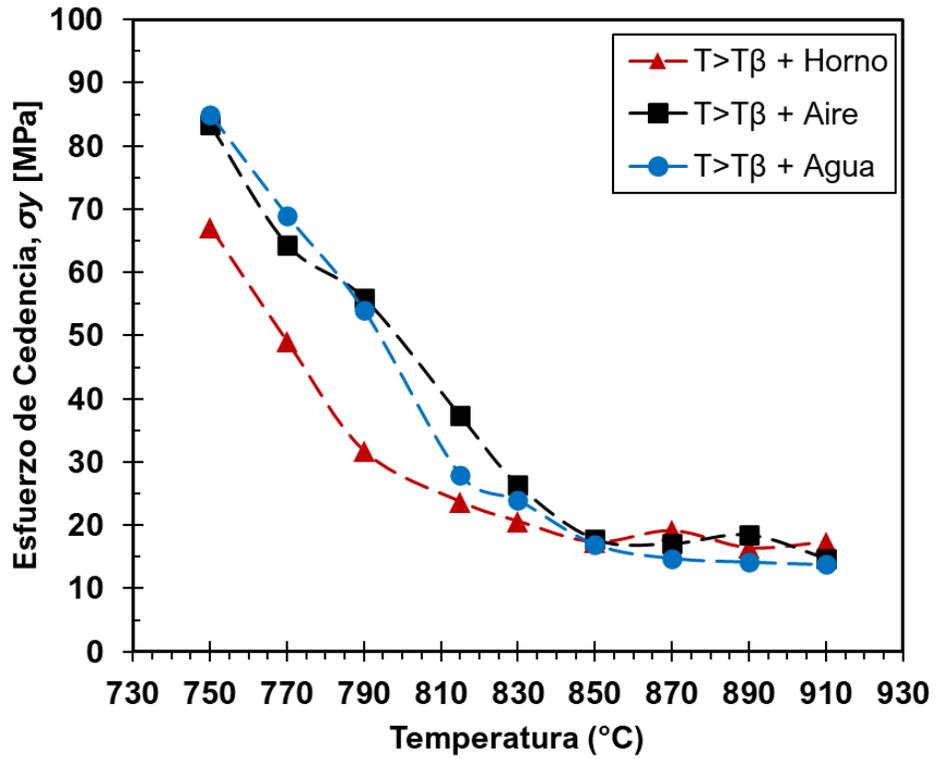


Figura 39. Efecto del medio de enfriamiento en la etapa de recocido a  $T > T_{\beta t}$  en el esfuerzo de cedencia en compresión a diferentes temperaturas.

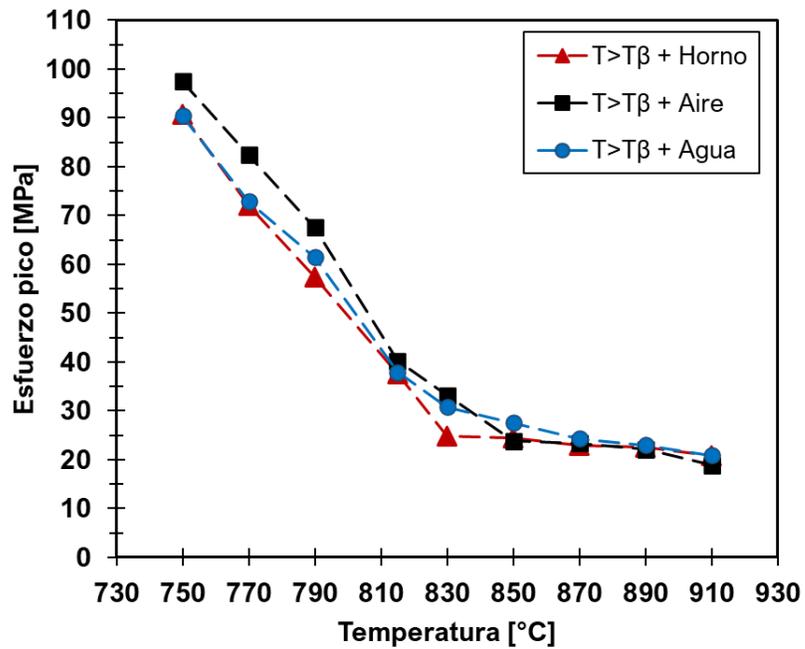


Figura 40. Efecto del medio de enfriamiento en la etapa de recocido a  $T > T_{\beta t}$  en el esfuerzo máximo en compresión a diferentes temperaturas.

Como se puede observar, existe un cambio abrupto tanto en la pendiente del esfuerzo de cedencia como del esfuerzo máximo en el rango de temperaturas  $830\text{ }^{\circ}\text{C} < T < 870\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Este comportamiento puede ser atribuido a la transformación de fase  $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ , la cual fue confirmada por medio de dilatometría y por examinación metalográfica de los especímenes deformados, lo cual se discutirá a continuación.

#### 4.2.2 Caracterización microestructural de los especímenes deformados en compresión

Los cilindros deformados en compresión uniaxial fueron seccionados a través del plano paralelo a la dirección de aplicación de la carga, como se indica en la Figura 41, utilizando una cortadora de disco Struers modelo Labotom-5 (Figura 30), la cual fue operada a una velocidad rotacional de 3,450 rpm y empleando un líquido de enfriamiento soluble en agua para evitar sobrecalentamiento durante el proceso de corte.



Figura 41. Plano de corte de las probetas ensayadas en compresión uniaxial (sección transversal) para caracterización microestructural.

Posterior al corte, los especímenes se prepararon metalográficamente siguiendo una secuencia de pulido con lija #320 hasta #1200; posteriormente se les dio acabado espejo por medio de un paño y pasta de diamante, para finalmente atacarlas con el reactivo #192 del estándar internacional ASTM E407, el cual contiene 2mL HF + 4mL HNO<sub>3</sub> + 100mL H<sub>2</sub>O.

Una vez atacados químicamente, se analizaron por medio de microscopía óptica y se observaron distintas zonas caracterizadas por diferencias significativas en la morfología de los granos, como se puede observar en la Figura 42 que corresponde a una muestra deformada a 750°C, la cual previamente había sido recocida a 940°C por una hora, seguido de enfriamiento lento en el horno. La Figura 42 es la reconstrucción de toda la pieza, ensamblando una serie de imágenes de microscopía óptica tomadas a 50 aumentos, debido su tamaño.

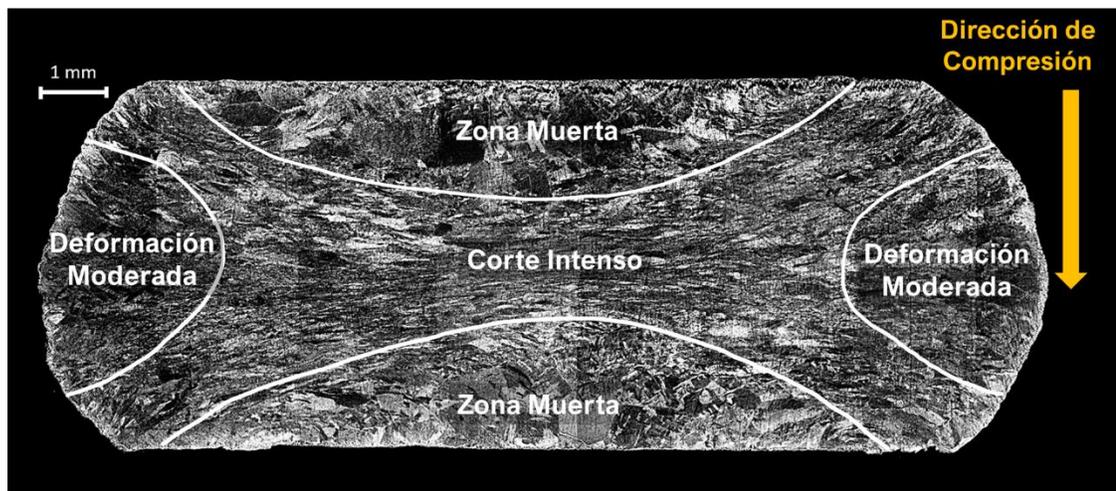


Figura 42. Reconstrucción de imágenes de microscopía óptica que muestra las distintas zonas de deformación. Vista en sección transversal de una muestra tratada a  $T > T_{\beta t}$  (940°C/1h/Horno), recalentada a 750°C, y deformada axialmente en compresión uniaxial.

En cuanto a las zonas con distintas morfologías de grano identificadas en la sección transversal de los cilindros deformados a  $T < T_{\beta t}$ , se observó que en las regiones contiguas a las superficies en contacto con los dados de la máquina de ensayos universal, se mantuvo la microestructura obtenida mediante el calentamiento a  $T > T_{\beta t}$  durante el ciclo de recocido beta, la cual está constituida

por granos de beta previos, la fase alfa decorando los límites de grano, y alfa laminar con patrón de cesta, o Widmanstätten, como se observa en la Figura 43.

Lo anterior implica que la deformación efectiva aplicada en estas regiones de la muestra no fue suficiente para promover cambios microestructurales significativos en las láminas de alfa iniciales.

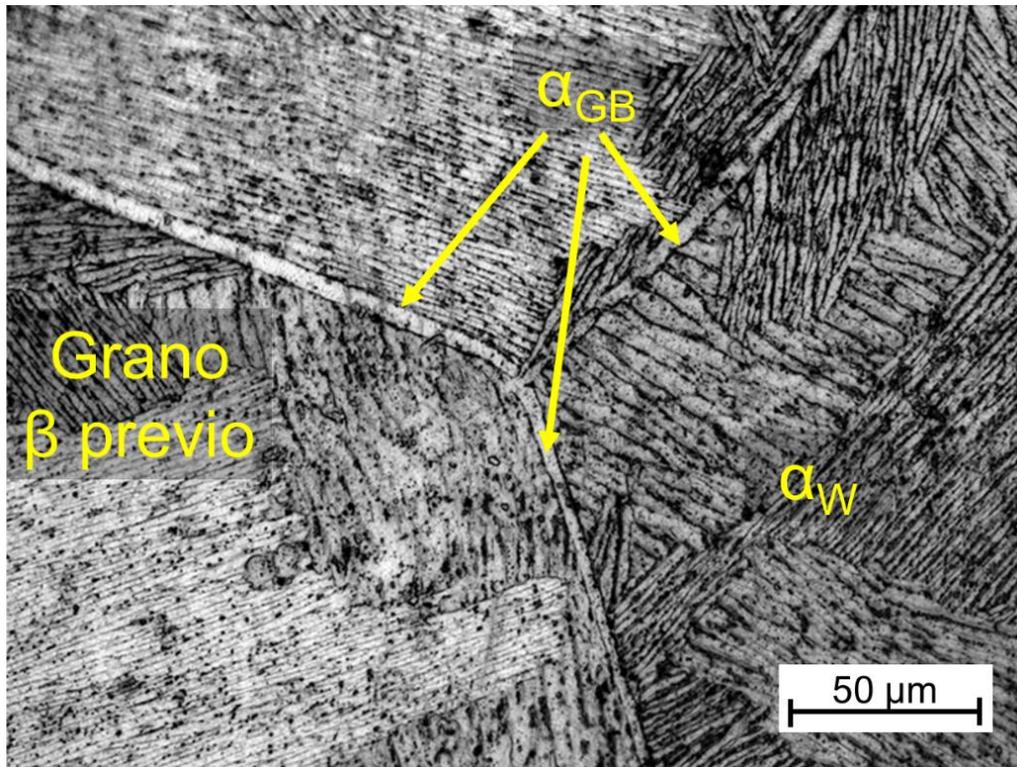


Figura 43. Microestructura de la región contigua a la superficie en contacto con los dados de la máquina de ensayos universal, para una muestra deformada a 750°C, previamente recocida a 940°C / 1h / Horno. En la imagen se observan granos beta previos, alfa decorando las fronteras de grano ( $\alpha_{GB}$ ) y láminas de alfa Widmanstätten ( $\alpha_W$ ).

Por otro lado, en el centro de las muestras, esto es, a la mitad de la altura, se encontró que la microestructura sufrió cambios importantes en cuanto a la morfología de la fase alfa, pasando de una morfología inicialmente laminar a otra cuyas características variaron en función de la temperatura a la cual se realizó la deformación en el ensayo de compresión en caliente.

Como se puede observar en la Figura 44, la muestra ensayada a 750°C presentó una combinación de alfa elongada y equiaxial en una matriz de beta, cuya dirección de elongación es perpendicular a la dirección de aplicación de carga en el ensayo de compresión.

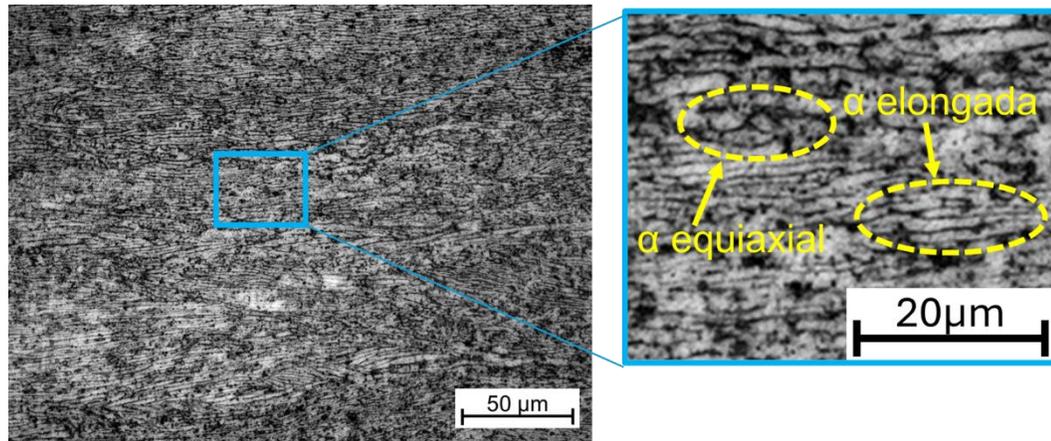


Figura 44. Microestructura de la región central de una muestra deformada a 750°C, previamente recocida a 940°C / 1h / Horno, constituida por la fase alfa (zonas claras) en una matriz de beta (zonas oscuras). Las flechas en la imagen de la derecha indican regiones constituidas por la fase  $\alpha$  con morfología equiaxial y elongada.

Dado que la deformación efectiva para estos experimentos de compresión fue diseñada considerando la deformación en el centro de las muestras, se prepararon metalográficamente todos los especímenes ensayados siguiendo el mismo procedimiento, con el objetivo de evaluar la microestructura resultante en la región de corte intenso y comparar las distintas condiciones de microestructura inicial en función de la temperatura de ensayo, como se indica en la Figura 45, Figura 46, y Figura 47 para enfriamiento en horno, aire y agua, respectivamente. En estas Figuras, las flechas apuntan a partículas de alfa equiaxiales, las elipses indican alfa elongada, los triángulos señalan alfa curvada y el rectángulo punteado muestra alfa laminar dentro de granos de beta previos.

A la temperatura más baja de ensayo (750 °C), la deformación plástica causa crecimiento y realineación de las láminas de alfa en la dirección

perpendicular a la dirección del esfuerzo aplicado, independientemente de la microestructura inicial (comparar Figura 45 a, Figura 46 a, y Figura 47 a).

Conforme la temperatura de ensayo se incrementó a 790 °C, el crecimiento de la fase alfa elongada ocurrió con mayor rapidez, y la alineación perpendicular al eje de compresión se volvió evidente en el material que fue recocido a 940 °C y posteriormente enfriado en horno (Figura 45 b). Por otro lado, en las muestras enfriadas en aire y en agua, las partículas de alfa se tornaron curvadas, como se indica con triángulos en la Figura 46 b y en la Figura 47 b.

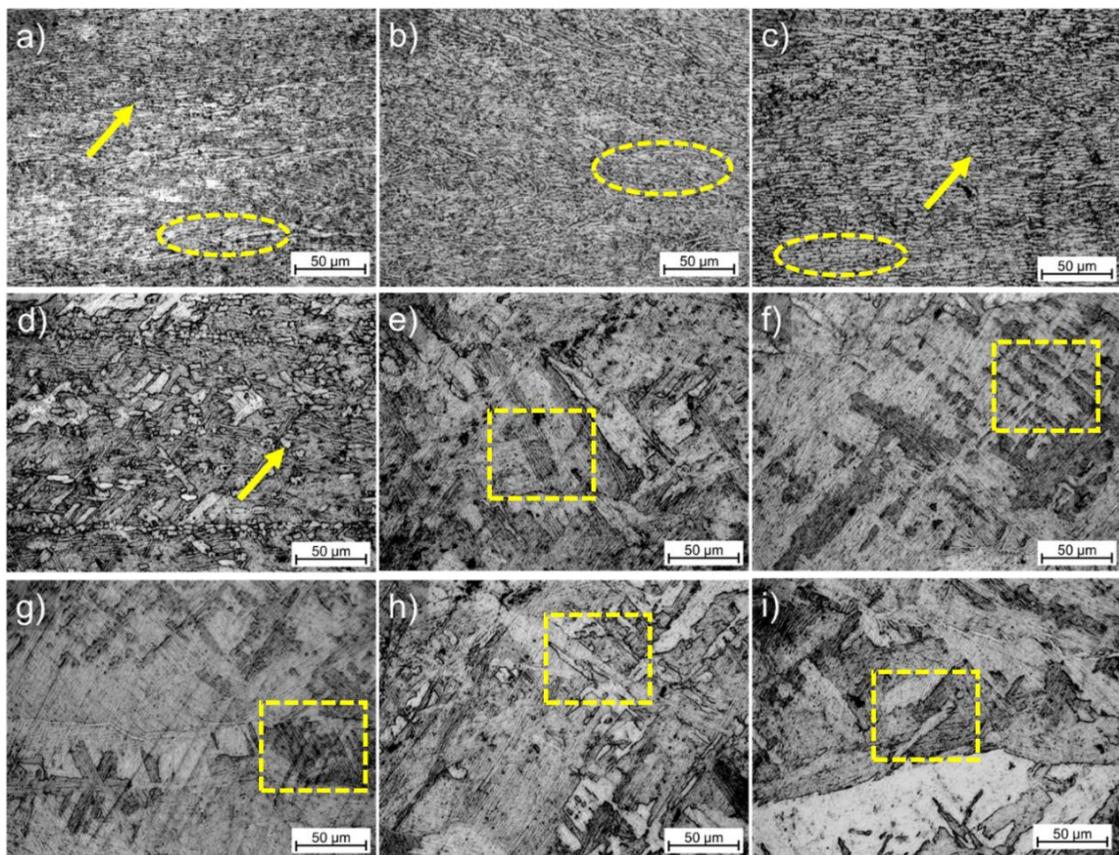


Figura 45. Microestructura de las muestras recocidas a 940°C por una hora y enfriadas lentamente en el horno, posterior a la deformación a distintas temperaturas: a) 750°C, b) 770°C, c) 790°C, d) 815°C, e) 830°C, f) 850°C, g) 870°C, h) 890°C, e i) 910°C.

La deformación en compresión a 830 °C, y a temperaturas superiores promovió cambios drásticos en la microestructura. Como puede observarse en la

Figura 46 e, y en la Figura 47 e, posterior a la deformación a 830 °C, las muestras que fueron enfriadas en aire y en agua en el tratamiento de recocido- $\beta$ , revelaron la presencia de granos de alfa equiaxiales en una matriz de fase beta transformada; lo anterior indica que en este rango de temperatura ocurre la transformación de la mayor parte de alfa a beta, como se observó mediante dilatometría al obtener el punto de máximo cambio en pendiente en la curva velocidad de dilatación - temperatura. Un comportamiento similar ha sido reportado para la aleación de titanio TA15, en el cual la deformación por encima de un esfuerzo crítico para la globularización [48], a temperaturas cercanas a  $T_{\beta}$  influyó la fracción en volumen y la relación de aspecto de la fase alfa [49].

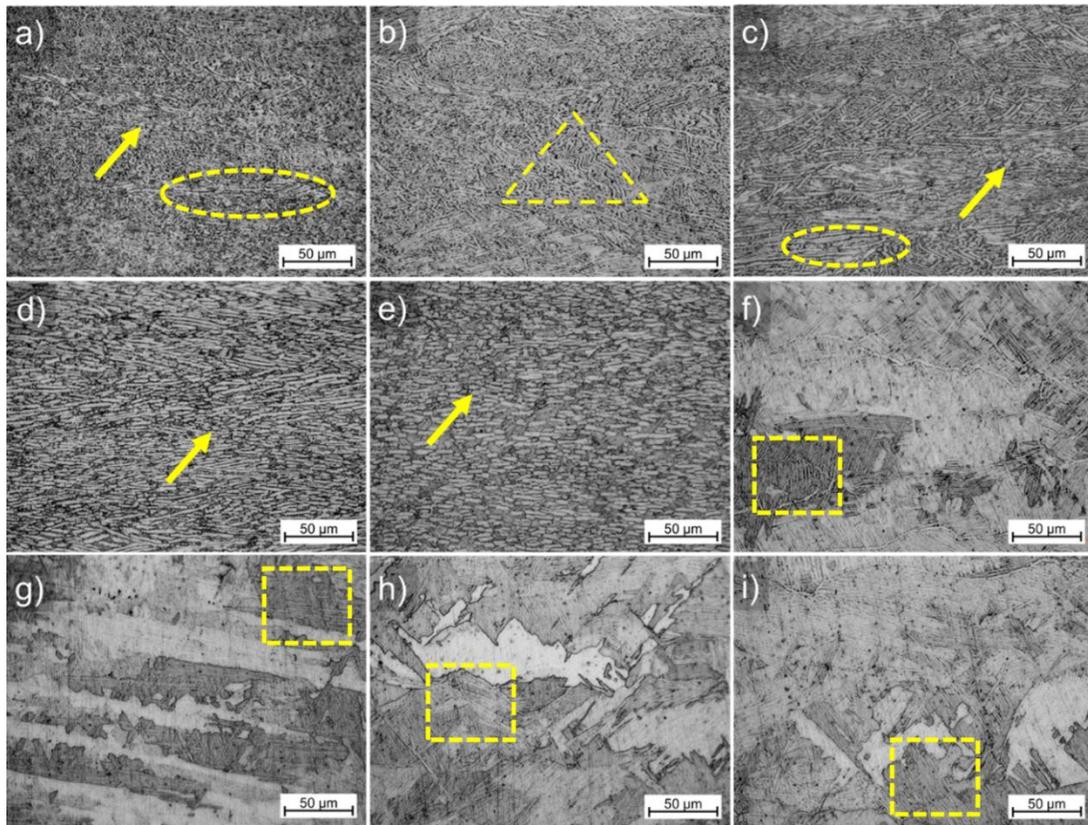


Figura 46. Microestructura de las muestras recocidas a 940°C por una hora y enfriadas al aire, posterior a la deformación a distintas temperaturas: a) 750°C, b) 770°C, c) 790°C, d) 815°C, e) 830°C, f) 850°C, g) 870°C, h) 890°C, e i) 910°C.

Por otro lado, la muestra que fue enfriada en horno en el tratamiento térmico de recocido- $\beta$  (Figura 46 c) exhibió una microestructura constituida por

alfa laminar en una matriz de beta transformada, sugiriendo que, para esta condición inicial se alcanza la  $T_{\beta t}$  a una temperatura ligeramente inferior que en las condiciones de enfriamiento al aire y en agua.

La microestructura obtenida a temperaturas de ensayo superiores a 850 °C permaneció sin cambios considerables, presentando granos beta gruesos y alfa laminar (Figura 45 f-i; Figura 46 f-i; Figura 47 f-i), independientemente de la temperatura de deformación, confirmando las observaciones documentadas en la etapa de análisis de las curvas de flujo en función de la temperatura, sobre la presencia de un fenómeno de recuperación dinámica, ya que los granos beta previos permanecen sin cambios notables en tamaño; es decir, no hay evidencia de recristalización ni globularización dinámica a  $T > 850^{\circ}\text{C}$ .

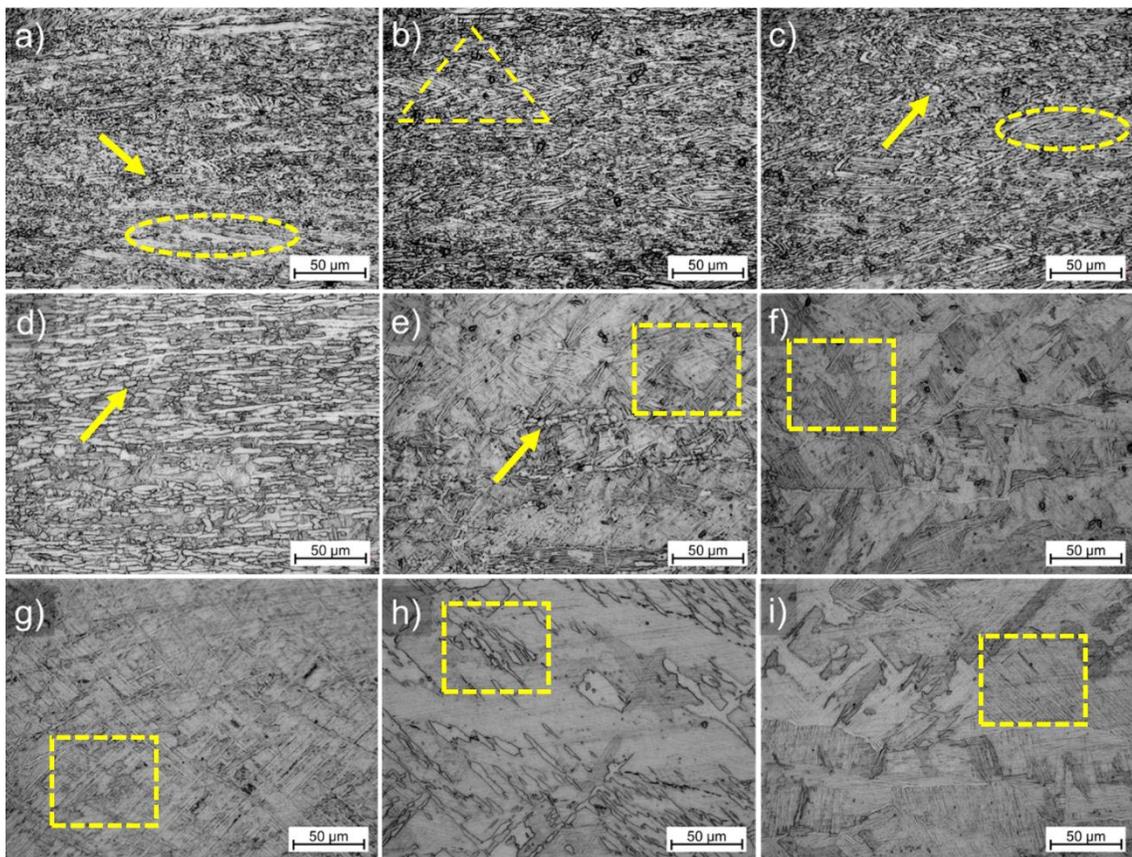


Figura 47. Microestructura de las muestras recocidas a 940°C por una hora y templadas en agua, posterior a la deformación a distintas temperaturas: a) 750°C, b) 770°C, c) 790°C, d) 815°C, e) 830°C, f) 850°C, g) 870°C, h) 890°C, e i) 910°C.

Aun bajo la aplicación de una alta magnitud de la deformación ( $\epsilon = -0.8$ ), en este rango de temperatura ( $T > 850 \text{ }^\circ\text{C}$ ), no se consiguió la globularización de la fase alfa, puesto que a temperaturas de ensayo por encima de  $T_{\beta t}$  no hay fase alfa presente en el material.

Para analizar más detalladamente la morfología y la distribución de las fases alfa y beta para cada condición de medio de enfriamiento en el recocido- $\beta$ , y subsecuente temperatura de deformación en compresión, fueron caracterizadas por medio de microscopía electrónica de barrido.

En la Figura 48, correspondiente a las muestras enfriadas en horno y deformadas en compresión a las temperaturas previamente mencionadas, es posible observar la evolución microestructural de la fase alfa, la cual pasa de ser laminar (indicada con elipses) a globular (señalada con flechas) conforme la temperatura de deformación fue incrementada, alcanzando una globularización máxima a los  $815^\circ\text{C}$ .

A partir de  $850^\circ\text{C}$ , la morfología de la fase alfa fue predominantemente laminar, como se indica con elipses en la Figura 48 e-i, en una matriz de granos beta-previos; esto es, granos que a alta temperatura se constituyeron de la fase beta y que, durante el enfriamiento, una fracción de la fase beta se transformó a fase alfa con morfología laminar, tal como se observó en las muestras inicialmente recocidas a una temperatura superior a la beta transus.

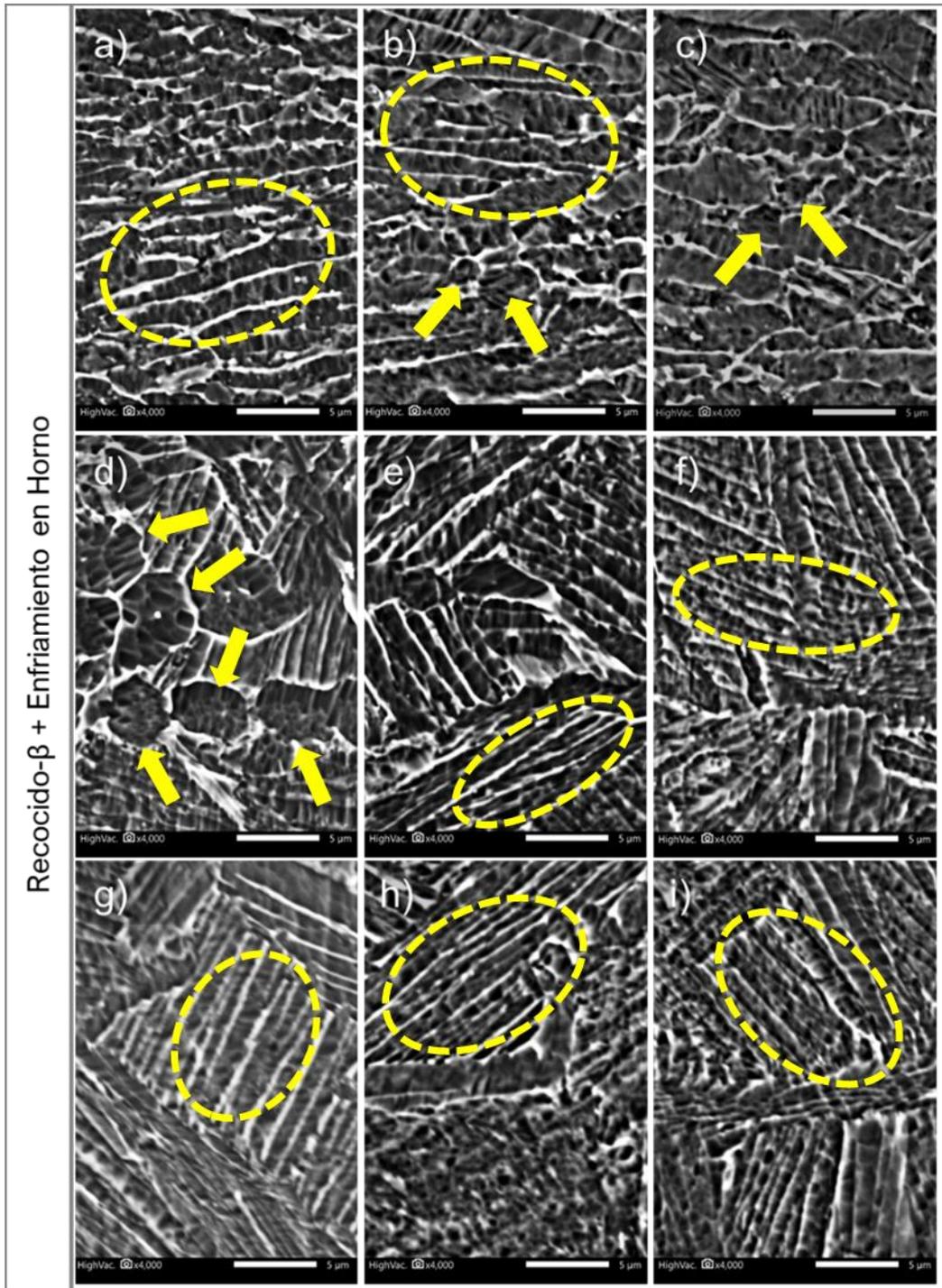


Figura 48. Micrografías de los especímenes tratados térmicamente a 940°C / 1h / enfriamiento en horno, y posteriormente deformados en compresión a 750°C (a), 770°C (b), 790°C (c), 815°C (d), 830°C (e), 850°C (f), 870°C (g), 890°C (h), y 910°C (i).

Por su parte, los especímenes provenientes del tratamiento térmico de recocido- $\beta$  con enfriamiento en aire estático, mostraron un comportamiento similar en cuanto a la tendencia a formar fase alfa globular conforme la temperatura de deformación fue incrementada hasta los 830 - 850°C (como se indica con flechas en la Figura 49), mientras que a bajas temperaturas (750 - 790°C), la fase alfa presentó una morfología predominantemente laminar (elipses en la Figura 49).

En cuanto al espesor de las láminas de alfa para la condición de enfriamiento en aire, se observó que tiende a incrementar conforme se aumentó la temperatura de los ensayos de compresión; asimismo, se redujo la longitud de las láminas, dando lugar gradualmente a la morfología globular previamente mencionada.

Finalmente, en las muestras deformadas en compresión posterior al recocido- $\beta$  con enfriamiento en agua (Figura 50), también se observó una transición de morfología laminar (indicada con elipses en la Figura 50 a-c) a globular (señalada con flechas) en los granos de alfa conforme se incrementó la temperatura de los ensayos; sin embargo, el espesor de las láminas de alfa en estas muestras fue inferior al de las láminas de alfa observadas en los especímenes que fueron sometidos a enfriamientos más lentos durante sus respectivos tratamientos térmicos de recocido- $\beta$ .

Este comportamiento era esperado dada la microestructura inicial constituida por agujas de alfa en estas muestras templadas en agua en el tratamiento térmico inicial de recocido- $\beta$

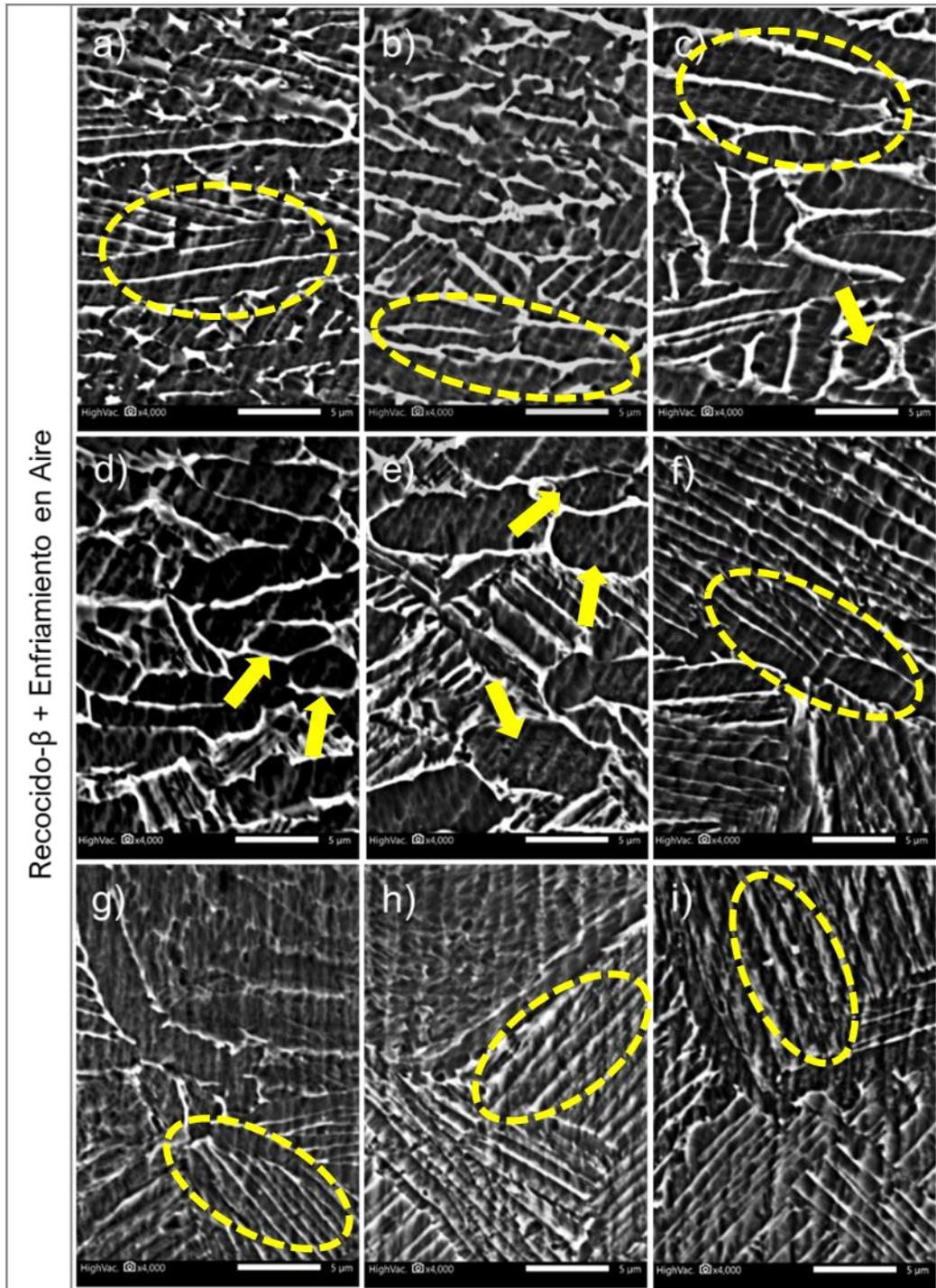


Figura 49. Micrografías de los especímenes tratados térmicamente a  $940^{\circ}\text{C}$  / 1h / enfriamiento en aire, y posteriormente deformados en compresión a  $750^{\circ}\text{C}$  (a),  $770^{\circ}\text{C}$  (b),  $790^{\circ}\text{C}$  (c),  $815^{\circ}\text{C}$  (d),  $830^{\circ}\text{C}$  (e),  $850^{\circ}\text{C}$  (f),  $870^{\circ}\text{C}$  (g),  $890^{\circ}\text{C}$  (h), y  $910^{\circ}\text{C}$  (i).

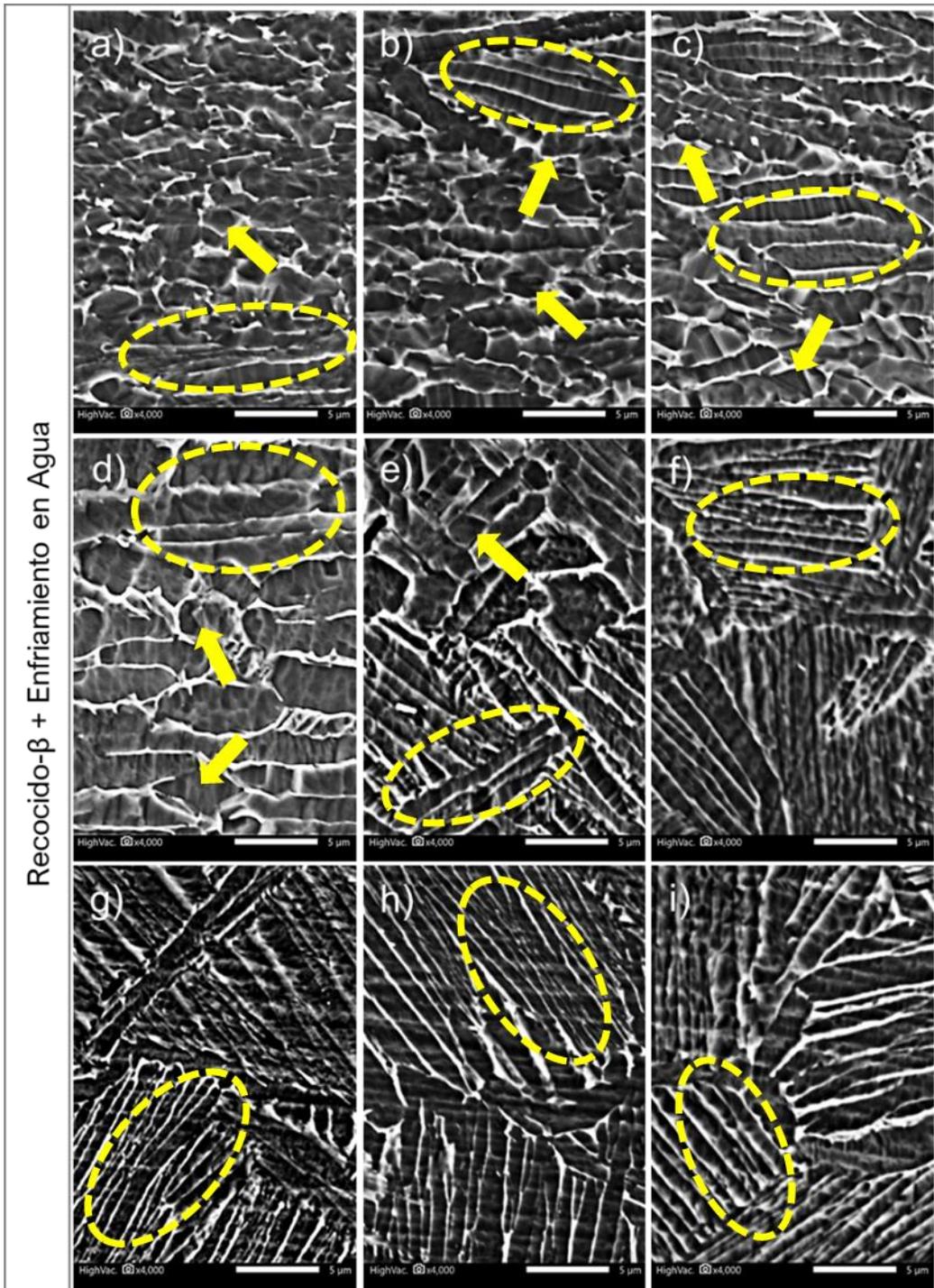


Figura 50. Micrografías de los especímenes tratados térmicamente a 940°C / 1h / enfriamiento en agua, y posteriormente deformados en compresión a 750°C (a), 770°C (b), 790°C (c), 815°C (d), 830°C (e), 850°C (f), 870°C (g), 890°C (h), y 910°C (i).

La Figura 52 describe la evolución de la fase alfa en términos de la fracción de alfa globular y el espesor de los granos de alfa, los cuales presentaron una morfología predominantemente laminar a bajas temperaturas, y parcialmente globular a temperaturas cercanas a los 815 - 830°C. Este rango de temperatura se encuentra muy cercano a la temperatura del cambio máximo en la velocidad de dilatación obtenida por dilatometría (Figura 31), y al rango de temperatura en el cual se observó el cambio pronunciado de pendiente en la curva de resistencia a la cedencia – temperatura (Figura 39) y en la curva de esfuerzo máximo – temperatura (Figura 40). Esto confirma que la mayor parte de la transformación de  $\alpha \rightarrow \beta$  ocurre en este rango de temperatura, y que el comportamiento mecánico observado es precisamente una manifestación de esta transformación. La Figura 51 muestra esquemáticamente la evolución microestructural de la fase alfa antes descrita.

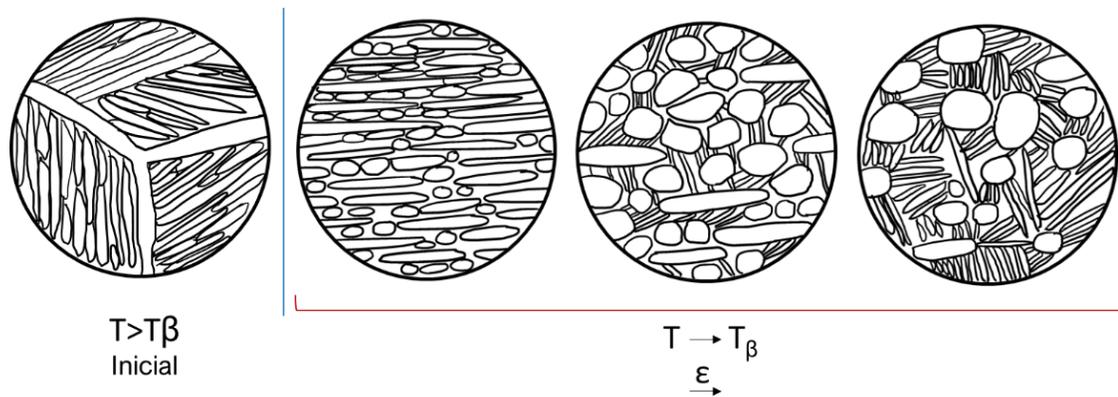


Figura 51. Descripción esquemática de la evolución microestructural de la aleación Ti-407 durante el ensayo de compresión a alta temperatura.

Por otro lado, es posible observar un incremento en el espesor de los granos de alfa en proporción al aumento de temperatura, hasta alcanzar un límite superior a una temperatura de 830°C. A partir de esta temperatura, la morfología de alfa se tornó nuevamente en laminar, y con un espesor similar al de la condición inicial previa a la deformación; lo cual indica que se alcanzó la temperatura beta transus y que la fase alfa laminar se formó durante el enfriamiento posterior al ensayo.

A temperaturas superiores a 830 °C no se observó un cambio significativo en el espesor de las láminas de alfa; esto explica la meseta en la curva esfuerzo de cedencia – temperatura de la Figura 39, puesto que, como se determinó por medio de ensayos de dureza y de tensión en la condición inicial de las muestras, la resistencia mecánica de esta aleación está determinada principalmente por el espesor de las láminas de alfa (véase nuevamente Tabla 8). De este modo, al permanecer constante su espesor en este rango de temperatura, la resistencia mecánica siguió la misma tendencia.

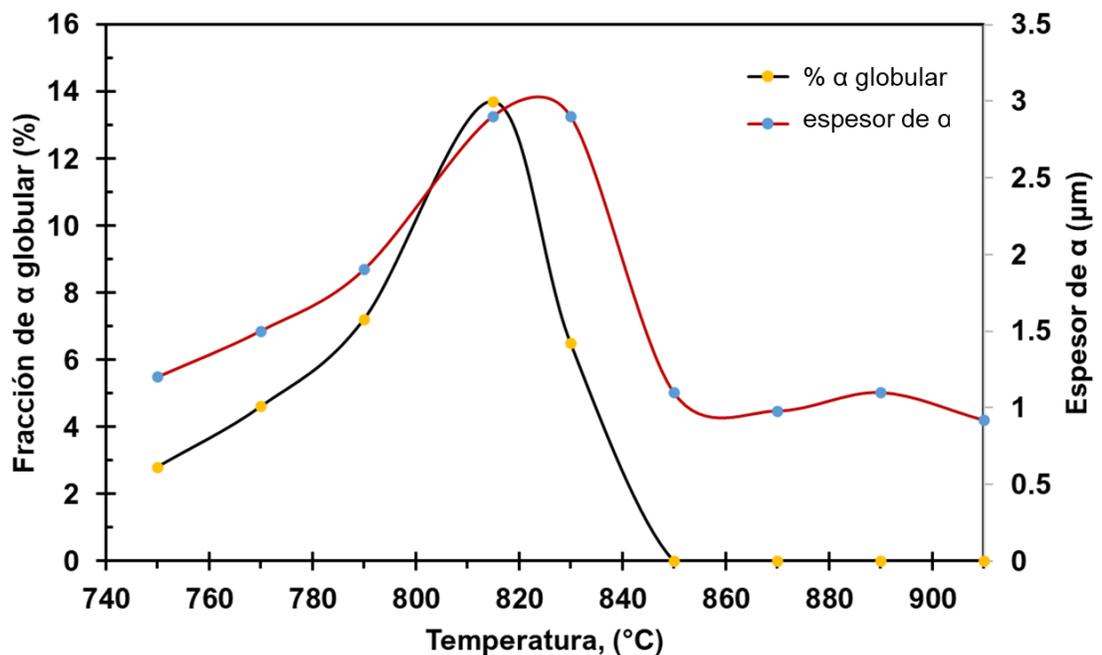


Figura 52. Evolución morfológica de la fase alfa en función de la temperatura de deformación, posterior a los ensayos de compresión uniaxial.

#### 4.3 Ensayos de compresión a alta temperatura en prensa industrial

Los ensayos de compresión realizados a escala laboratorio utilizando una máquina universal, cuyos resultados fueron presentados y discutidos previamente, marcaron la pauta para seleccionar temperaturas y deformaciones específicas para realizar ensayos de compresión a escala industrial. Esto con el objetivo de ensayar muestras en compresión lo suficientemente grandes como

para obtener especímenes de tensión a partir de estas, y evaluar las propiedades mecánicas de tensión a temperatura ambiente, como la resistencia a la cedencia, el esfuerzo último, y la reducción en área a la fractura.

Después de realizar la deformación por compresión uniaxial en una prensa industrial, al 40% y 80% de reducción de altura, respectivamente, se segmentaron los especímenes y se evaluó la macroestructura de estos, tal como se indica en la Figura 53; asimismo, se caracterizó la microestructura de las distintas regiones de las muestras deformadas (véase la Figura 54).

Las zonas superior e inferior de los cilindros deformados presentaron una microestructura muy similar a la de la condición inicial previa a la deformación plástica, caracterizada por la presencia de granos beta previos y colonias de fase alfa laminar intra granular, como se observa en la Figura 54 a) y b).

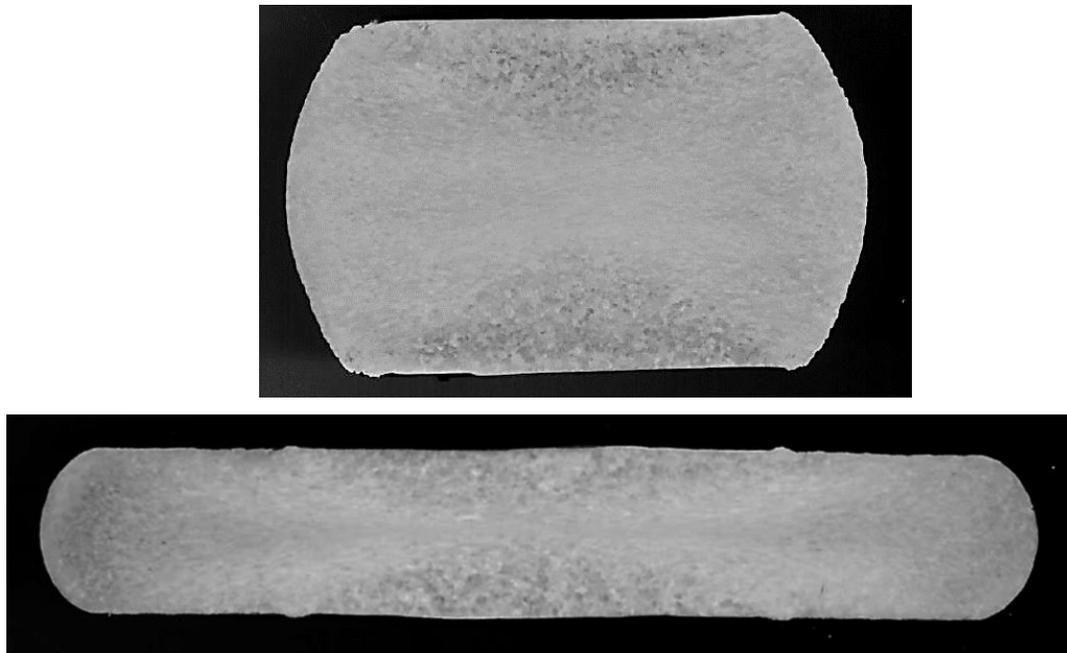


Figura 53. Macroestructura de la sección transversal de especímenes con geometría “B”, después de ser deformados en una prensa industrial; 40% (arriba), y 80% (abajo).

Por otro lado, la zona central; es decir, donde se concentró la máxima deformación, presentó una microestructura constituida por la fase alfa con

morfología laminar curvada (*kinked alpha*, como se conoce en inglés), en una matriz de fase beta, identificable como regiones oscuras entre las láminas de alfa.

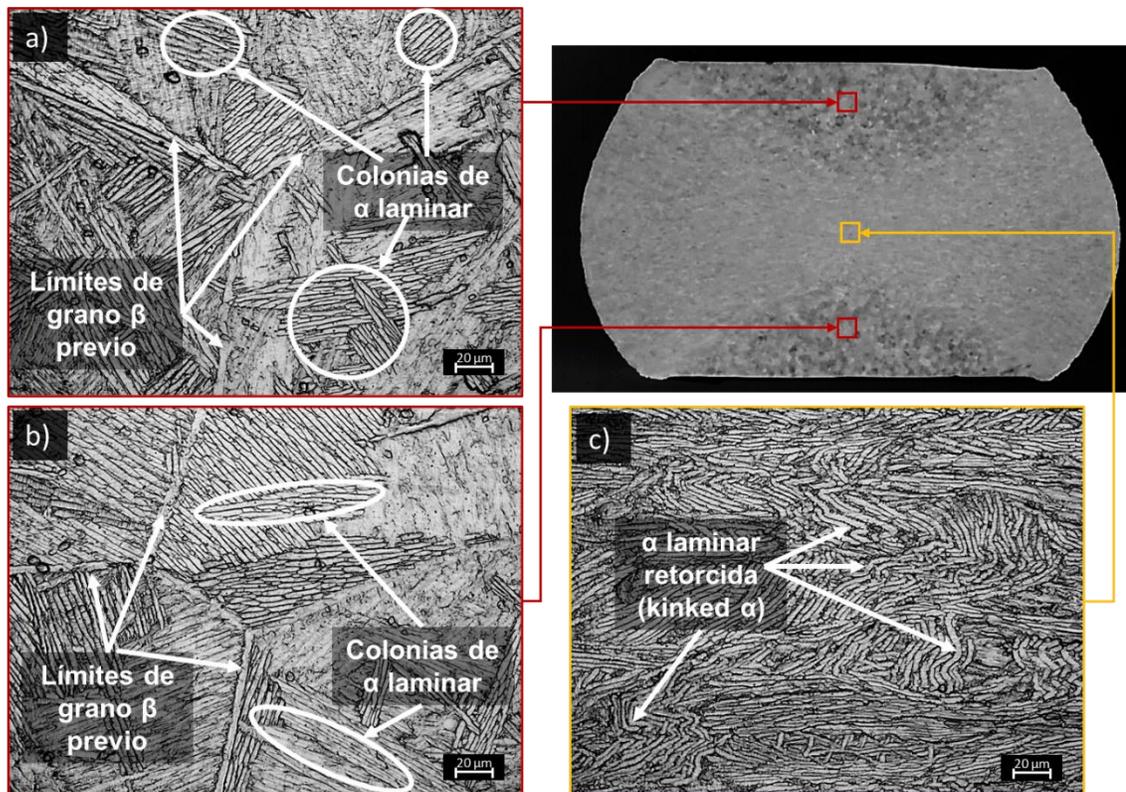


Figura 54. Microestructura representativa de las distintas zonas de un espécimen cilíndrico deformado en compresión uniaxial en una prensa hidráulica industrial: a) zona superior deformada ligeramente, b) zona inferior deformada ligeramente; c) centro de la muestra donde se concentra la mayor deformación.

Cabe mencionar que a pesar de que los especímenes de compresión fueron de mayores dimensiones que los utilizados para los ensayos de compresión en máquina universal (véase la Figura 22), no fue posible registrar la fuerza requerida para deformarlas debido a la sensibilidad de la celda de carga que emplea la prensa hidráulica industrial en la que fueron deformadas, pues está diseñada para la manufactura de componentes que demandan una fuerza mayor a la que se requirió para la realización de estos experimentos. Por lo tanto, no se presentan en este trabajo las curvas esfuerzo-deformación para estos ensayos realizados a escala industrial.

### 4.3.1 Ensayos de tensión a temperatura ambiente a partir de especímenes deformados en compresión en prensa industrial

Los cilindros deformados axialmente en compresión en una prensa hidráulica industrial fueron seccionados y tratados térmicamente como se indicó en el Párrafo 3.3. Posteriormente, se obtuvieron especímenes de tensión en la dirección perpendicular al eje de compresión (véase nuevamente la Figura 29), los cuales fueron ensayados a temperatura ambiente bajo el estándar internacional ASTM E8. Los resultados de estos ensayos de tensión se presentan a continuación.

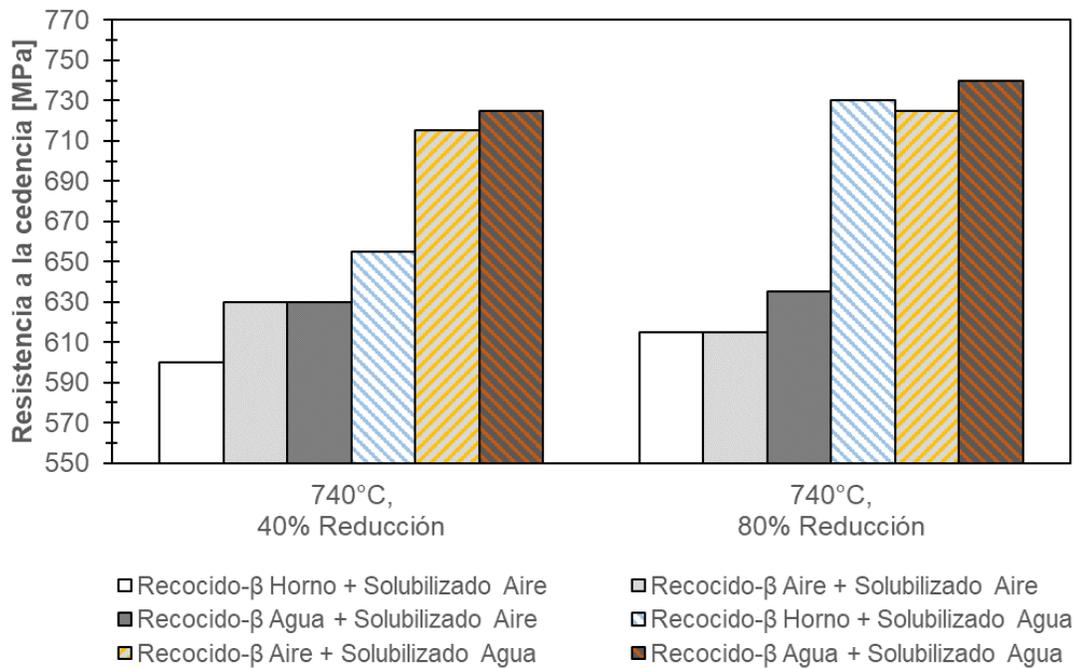


Figura 55. Resistencia a la cedencia para las muestras deformadas a 740°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 740°C + 80% de reducción de altura (derecha).

Como se puede observar en la Figura 55, la resistencia a la cedencia en los especímenes deformados a una temperatura de 740°C es directamente proporcional a la velocidad de enfriamiento en el solubilizado final, favoreciendo a las muestras que fueron templadas en agua.

Asimismo, se observa una tendencia al aumento de la resistencia a la cedencia en proporción directa a la velocidad de enfriamiento utilizada en el ciclo de recocido- $\beta$  previo a la deformación en caliente, siendo la condición de recocido- $\beta$  con enfriamiento en horno la que desarrolló la resistencia a la cedencia más baja, indistintamente del medio de enfriamiento utilizado en el ciclo de solubilizado.

En cuanto a la resistencia a la tensión de las muestras deformadas a 740°C (Figura 56), se observó la misma tendencia que en la resistencia a la cedencia, tendiendo al incremento conforme se utilizaron velocidades más altas de enfriamiento tanto en el recocido- $\beta$  previo a la deformación, como en el tratamiento térmico de solubilizado aplicado posterior a la deformación.

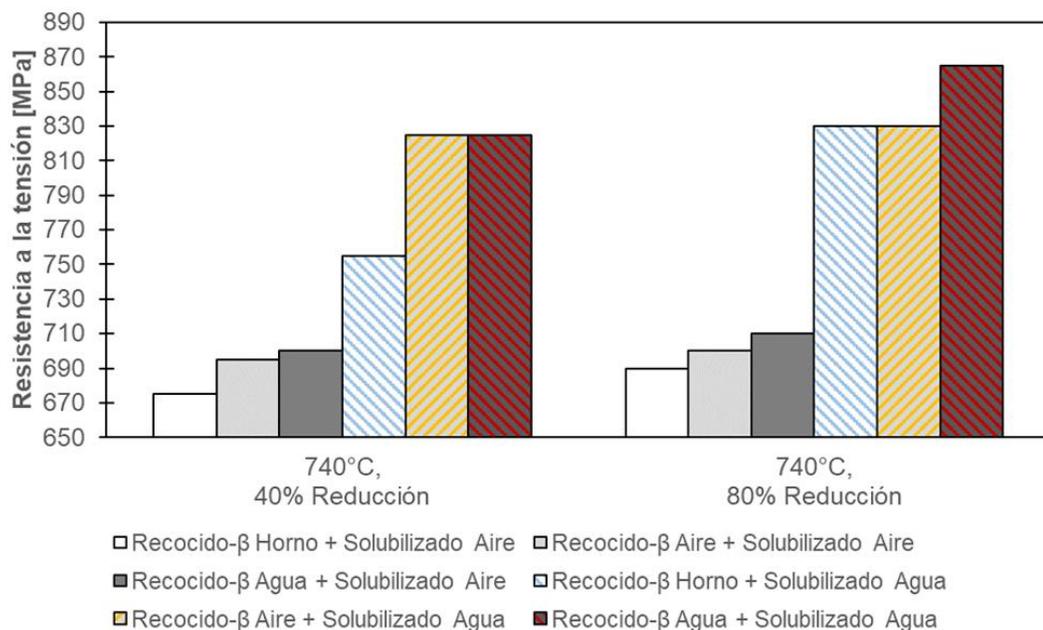


Figura 56. Resistencia a la tensión para las muestras deformadas a 740°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 740°C + 80% de reducción de altura (derecha).

Finalmente, la ductilidad expresada en términos de la reducción de área a fractura (Figura 57) para las muestras deformadas a 740°C y 40% de reducción de altura mostró un notable incremento proporcional a la velocidad de enfriamiento utilizada tanto en el recocido- $\beta$ , como en el solubilizado posterior a

la deformación en caliente. Sin embargo, las muestras deformadas a esta misma temperatura en combinación con un 80% de reducción de altura, mostraron una caída importante en la ductilidad; especialmente aquellas que fueron enfriadas en agua.

El comportamiento antes mencionado para la resistencia mecánica y la ductilidad confirma que a la temperatura de 740°C existe una clara influencia de la microestructura inicial en las propiedades mecánicas finales desarrolladas por medio de tratamiento térmico.

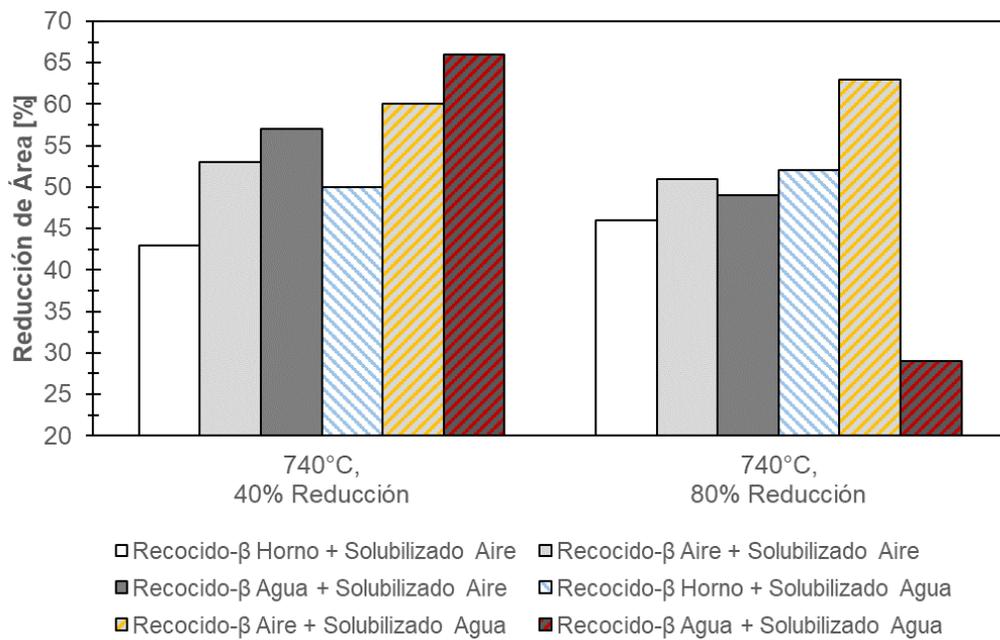


Figura 57. Reducción de área a fractura para las muestras deformadas a 740°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 740°C + 80% de reducción de altura (derecha).

En cuanto a los cilindros deformados a una temperatura de 840°, el medio de enfriamiento en el recocido-β no promovió algún incremento significativo en la resistencia a la cedencia (Figura 58) o en la resistencia la tensión (Figura 59); no obstante, se observó una influencia de la magnitud de la deformación aplicada, siendo la condición de 80% en reducción de altura la que presentó los resultados más altos de resistencia mecánica. Por el contrario, la ductilidad fue

incrementada ligeramente por la baja magnitud de la deformación (40% en reducción de altura), tal como se observa en la Figura 60.

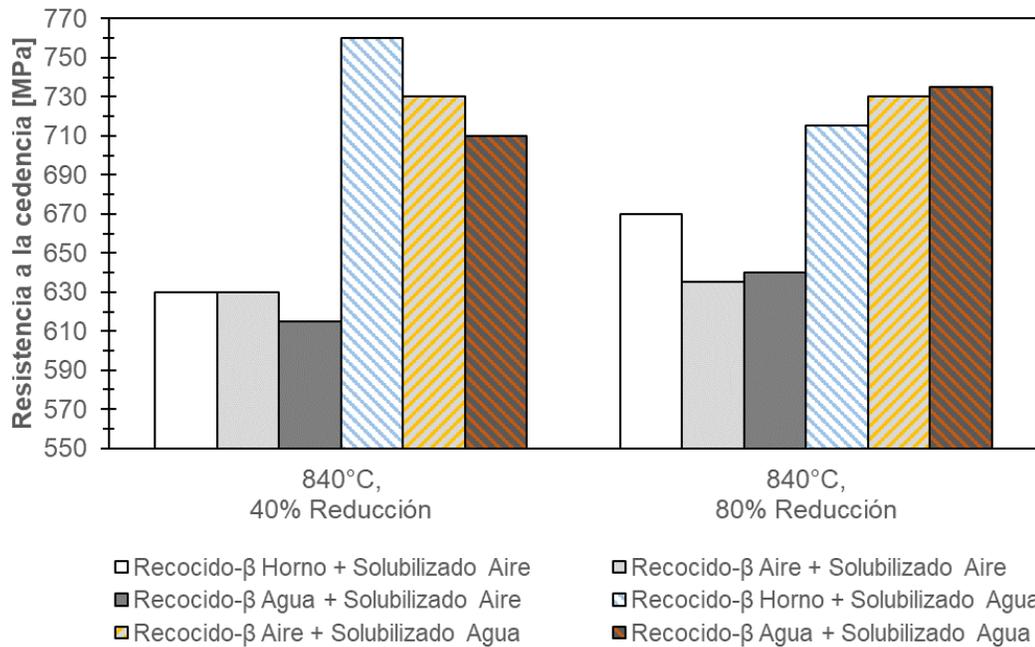


Figura 58. Resistencia a la cedencia para las muestras deformadas a 840°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 840°C + 80% de reducción de altura (derecha).

La baja influencia del medio de enfriamiento utilizado en el recocido-β se esperaba, dado el comportamiento observado en la resistencia a la compresión en máquina universal a una temperatura cercana (835°C), en la cual no se observó una correlación entre la velocidad de enfriamiento utilizada en el recocido-β inicial y la resistencia a la compresión (véase nuevamente la Figura 39).

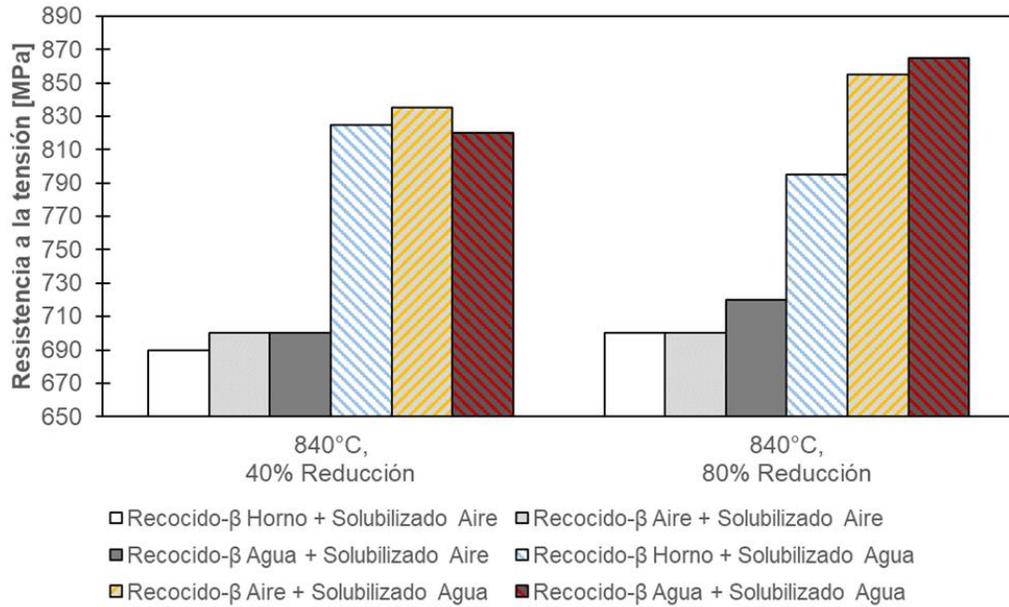


Figura 59. Resistencia a la tensión para las muestras deformadas a 840°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 840°C + 80% de reducción de altura (derecha).

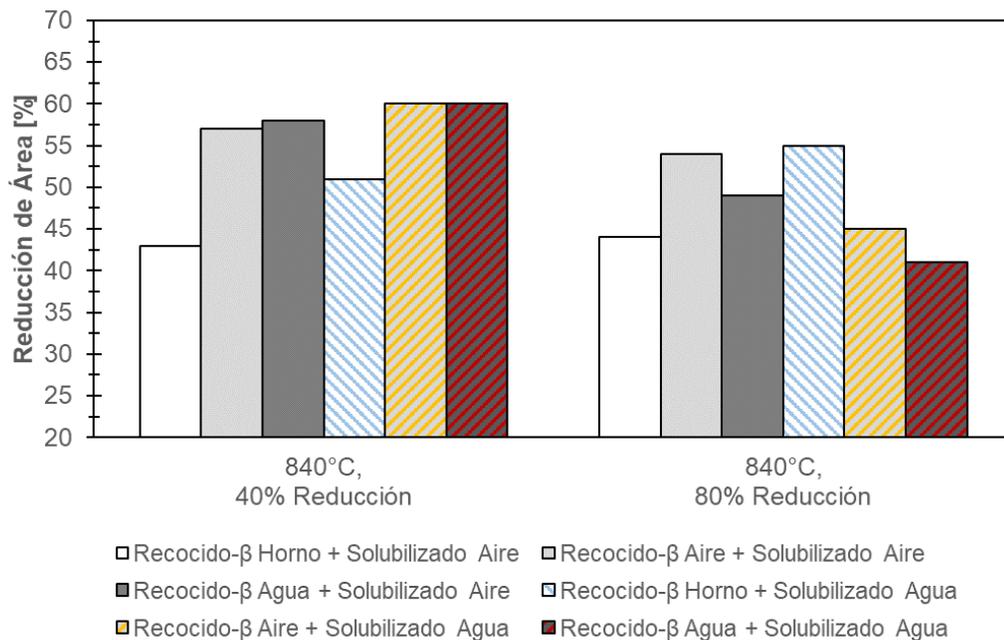


Figura 60. Reducción de área a fractura para las muestras deformadas a 840°C + 40% de reducción de altura (izquierda), y a 840°C + 80% de reducción de altura (derecha).

### 4.3.2 Caracterización microestructural a partir de probetas ensayadas en tensión a temperatura ambiente

A continuación, se presentan los resultados de la caracterización microestructural realizada a partir de los especímenes ensayados en tensión a temperatura ambiente. Como puede observarse en la Figura 61 y en la Figura 62, en las muestras deformadas a baja temperatura (740°C), la morfología de la fase alfa fue predominantemente laminar (identificada con elipses), mientras que, a 840°C incrementó la fracción de alfa globular (señalada con flechas) con respecto a la laminar.

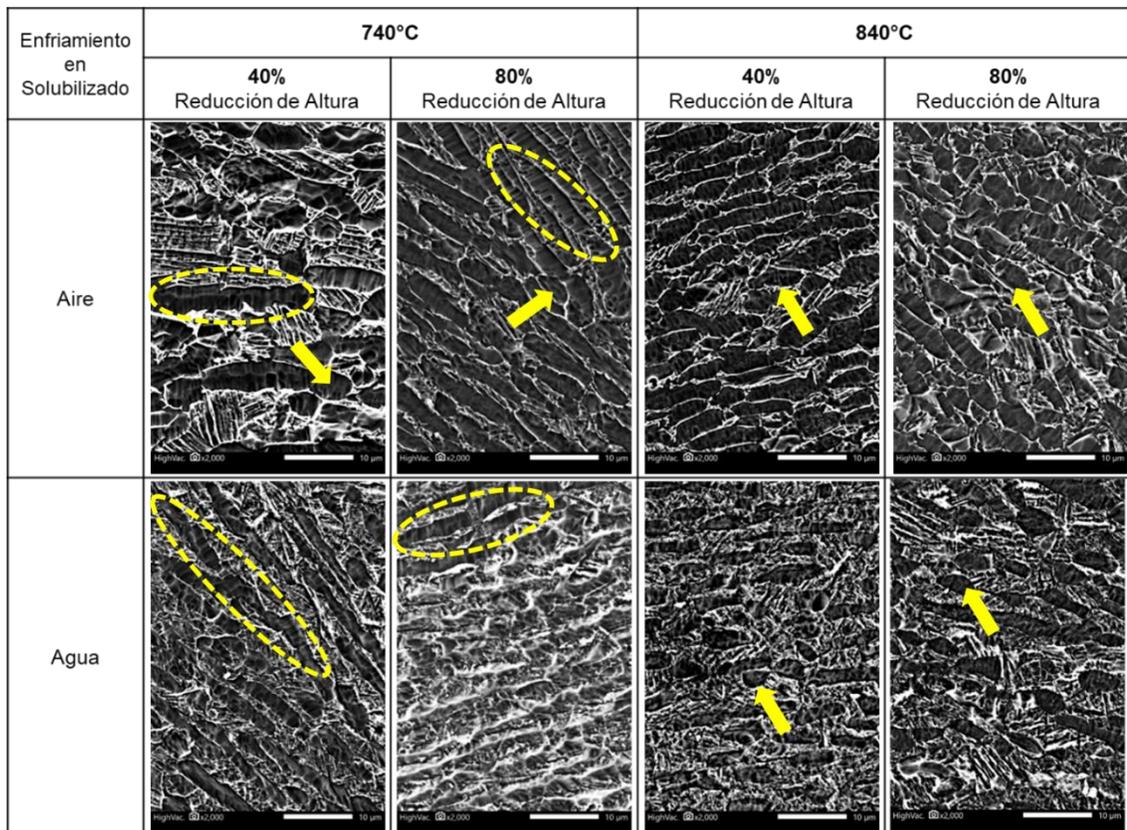


Figura 61. Micrografías obtenidas a partir de especímenes de tensión, extraídos de muestras deformadas en compresión, previamente expuestas a un recocido- $\beta$  con enfriamiento en horno, 2000x.

El hecho de que a mayor temperatura se haya obtenido una morfología de la fase  $\alpha$  predominantemente globular, sugiere que el proceso de globularización no sólo depende de la magnitud de la deformación, sino primordialmente de la

temperatura, tal como se observó en los ensayos de compresión uniaxial realizados a escala laboratorio (véase nuevamente la Figura 52).

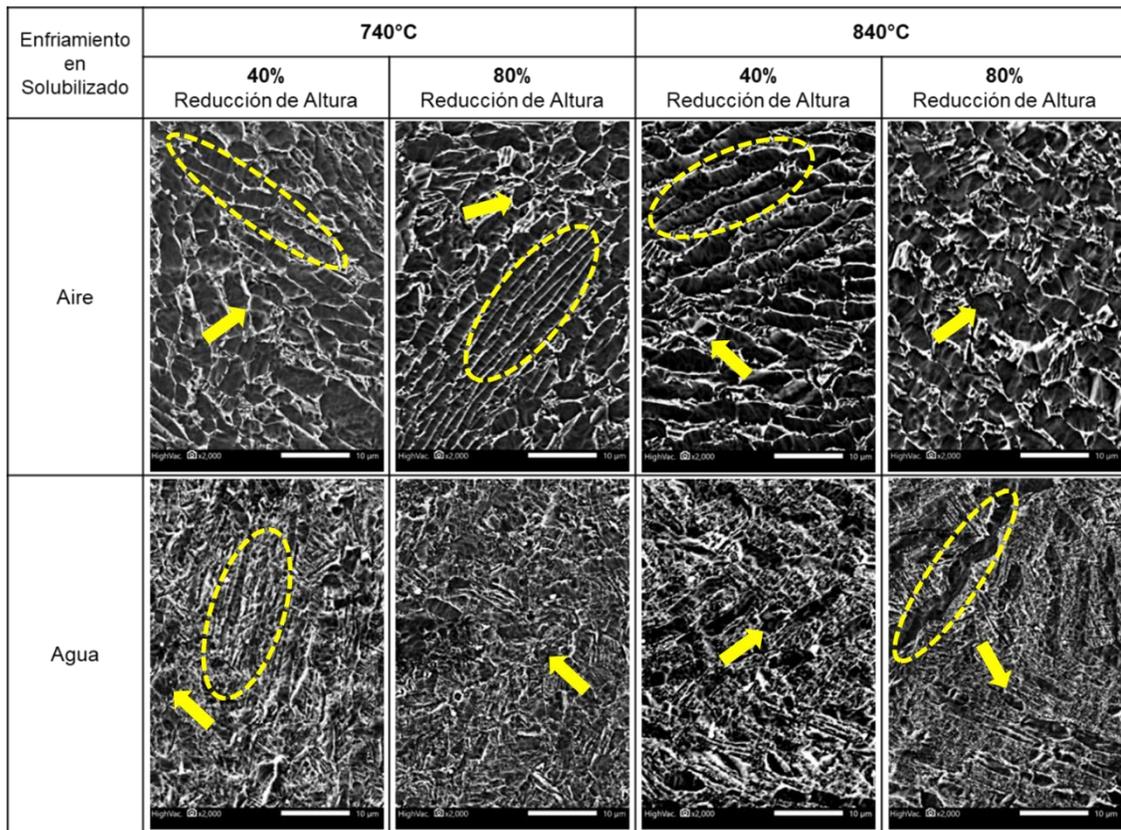


Figura 62. Micrografías obtenidas a partir de especímenes de tensión, extraídos de muestras deformadas en compresión, previamente expuestas a un recocido- $\beta$  con enfriamiento en aire, 2000x.

En cuanto al efecto de la velocidad de enfriamiento en el solubilizado posterior a la deformación en caliente, es posible observar una diferencia en la morfología de la fase alfa debido a que el enfriamiento en agua promueve la formación de  $\alpha$  martensítica, cuya morfología es acicular y se diferencia de la fase  $\alpha$  laminar obtenida al enfriar más lentamente la aleación en que esta última se constituye de láminas de mayor espesor que las agujas de  $\alpha$  martensítica. En la Figura 63, las partículas de alfa laminar están indicadas con elipses, las regiones de alfa martensítica se señalan con rectángulos, y las flechas indican partículas de alfa globular.

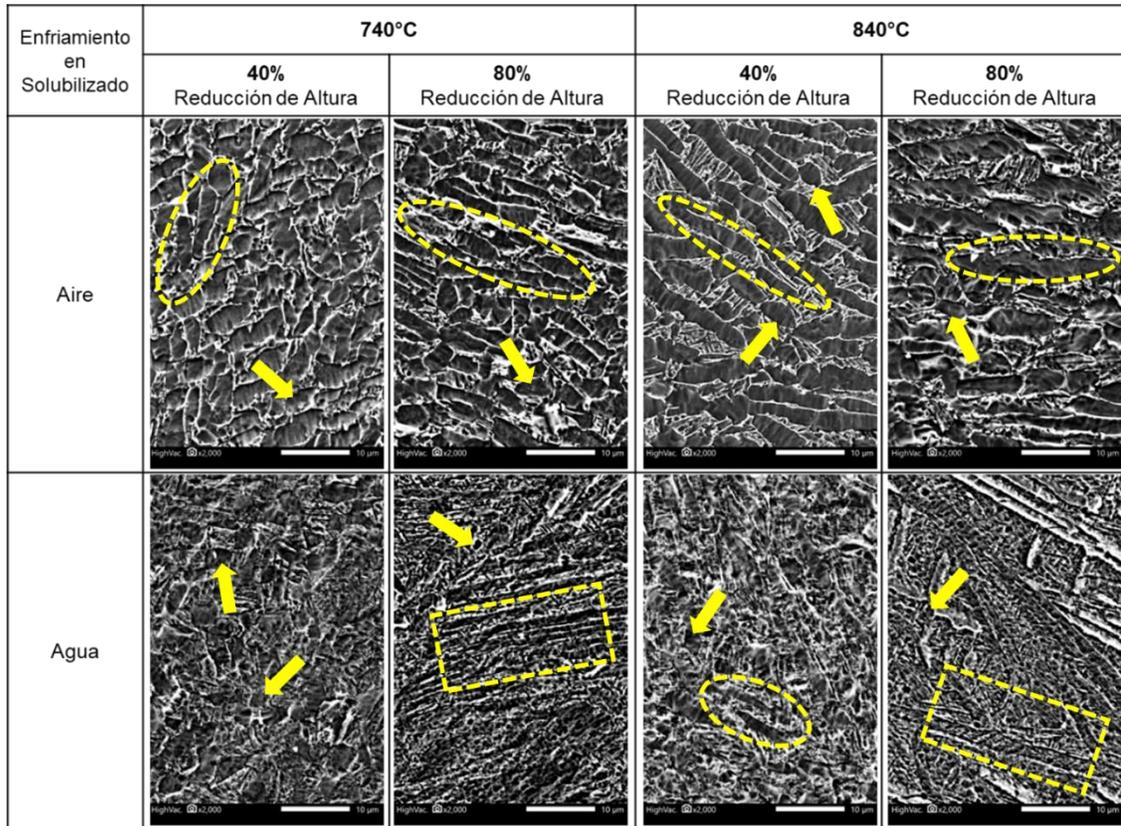


Figura 63. Micrografías obtenidas a partir de especímenes de tensión, extraídos de muestras deformadas en compresión, previamente expuestas a un recocido- $\beta$  con enfriamiento en agua, 2000x.

Con base en las microestructuras obtenidas a partir de los especímenes ensayados en tensión a temperatura ambiente, los cuales fueron extraídos de cilindros procesados termo-mecánicamente, fue posible explicar la relación entre el procesamiento, la microestructura y las propiedades mecánicas de la aleación Ti-407.

De forma general, el recocido- $\beta$  efectuado a 940°C (temperatura superior a la  $T_{\beta_t}$ ) promueve la transformación hcp  $\rightarrow$  bcc, así como un incremento generalizado en el tamaño de grano  $\beta$ . Esta microestructura está presente únicamente a alta temperatura ( $T > T_{\beta_t}$ ). Durante el enfriamiento, la fase  $\alpha$  nuclea a partir de la fase  $\beta$  y adopta una morfología dependiente de la velocidad de enfriamiento, de tal manera que es posible obtener  $\alpha$  martensítica (acicular) con

altas velocidades de enfriamiento, y  $\alpha$  laminar enfriando más lentamente (en horno).

Tal como se observó en la Figura 33 y en la Figura 34, la resistencia mecánica de la aleación Ti-407 en esta etapa de procesamiento es directamente proporcional a la velocidad de enfriamiento. Ahora bien, la deformación a alta temperatura promueve cambios morfológicos en la fase  $\alpha$ , transformándola de puramente laminar a curvada, y posteriormente a globular si la temperatura a la cual se efectúa la deformación es lo suficientemente alta.

El efecto de la magnitud de la deformación en la resistencia mecánica fue moderado, favoreciendo a las muestras deformadas a un 80% de reducción de altura, principalmente en los ensayos realizados a baja temperatura (Figura 56), mientras que a mayor temperatura (Figura 59), la influencia de la magnitud de la deformación fue mínima. Este hallazgo sugiere que a medida que la temperatura de deformación se incrementa, el endurecimiento por deformación pierde efectividad como consecuencia de la recuperación dinámica, como se observó en los ensayos de compresión en maquina universal en este rango de temperatura (véase nuevamente la Figura 36, Figura 37, y Figura 38); mientras que a temperaturas inferiores predomina el endurecimiento por deformación.

Finalmente, el medio de enfriamiento utilizado en el solubilizado posterior a la deformación en caliente promueve cambios en la morfología de la fase  $\alpha$  de la misma manera que en el recocido- $\beta$ ; esto es, el espesor de las láminas de  $\alpha$  es inversamente proporcional a la velocidad de enfriamiento, como se observó en la Tabla 8, con la diferencia de que el solubilizado se efectúa a una temperatura inferior a la  $T_{\beta_i}$ ; por lo tanto, la fase  $\alpha$  no se transforma en su totalidad a la fase  $\beta$ , y no se presenta un crecimiento de grano considerable, de tal manera que el resultado final es una microestructura bimodal, compuesta por granos de  $\alpha$  globular/laminar en una matriz de fase  $\beta$  transformada.

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El estudio de los esfuerzos de flujo para la aleación Ti-407, la cual fue deformada en compresión uniaxial en el rango de 750 °C – 910 °C, partiendo de tres microestructuras iniciales obtenidas por medio de un recocido beta a 940 °C por una hora y enfriando en agua, aire y en el horno, respectivamente, así como su evolución microestructural y su correspondiente respuesta mecánica a temperatura ambiente fueron determinados. Las conclusiones se enuncian a continuación:

- La resistencia a la cedencia y la ductilidad a temperatura ambiente pueden ser moduladas en función de la microestructura inicial y su interacción con el procesamiento termo mecánico, en el cual las láminas iniciales de alfa recristalizan dinámicamente a  $T < T_{\beta t}$  y su morfología se vuelve más globular conforme  $T$  se acerca a  $T_{\beta t}$  y la magnitud de la deformación se incrementa.
- El comportamiento de los esfuerzos de flujo reveló dos regímenes dependientes de la temperatura, basados en la forma de las curvas esfuerzo-deformación verdaderos:

1) El régimen de baja temperatura (750 °C – 815 °C) mostró un esfuerzo máximo a  $\epsilon < 0.1$ , como resultado del endurecimiento por deformación, seguido de una etapa de ablandamiento, caracterizada por cambios morfológicos en la fase alfa (doblamiento, y luego globularización), así como localización de la deformación, y finalmente un ligero incremento en el esfuerzo de

flujo, como resultado de la intensificación de fuerzas de fricción entre el espécimen y los dados de la máquina universal.

2) El régimen de alta temperatura ( $T > 830 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), en el cual el esfuerzo de flujo permaneció prácticamente sin cambios al alcanzar el esfuerzo máximo, indicando una continua competencia entre el endurecimiento por deformación y la recuperación dinámica de los granos de beta.

- La resistencia a la cedencia en compresión, la cual mostró ser inversamente proporcional a la temperatura, reveló una marcada dependencia de la microestructura inicial, como se describe a continuación:
  - Los especímenes enfriados en el horno presentaron valores más bajos consistentemente en todas las temperaturas de ensayo, hasta aproximadamente  $850 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , donde todas las microestructuras convergieron a un esfuerzo de cedencia de  $14 \text{ MPa}$ . Este comportamiento se atribuye al mayor espesor de láminas de alfa de los especímenes enfriados en horno ( $1.7 \pm 0.8 \text{ }\mu\text{m}$ ) en comparación con las muestras enfriadas en aire y en agua ( $0.6 \pm 0.3 \text{ }\mu\text{m}$ , y  $0.5 \pm 0.2 \text{ }\mu\text{m}$ , respectivamente), dado que hay menos ligamentos de beta entre las láminas de alfa por unidad de área que eviten el movimiento de dislocaciones.
  - Las muestras enfriadas en aire y en agua mostraron un comportamiento equivalente entre ellas, dado que el espesor de las láminas de alfa es muy similar.
- La fracción de fase alfa con morfología globular incrementó con la temperatura, alcanzando un máximo de  $15 - 16\%$  en el rango de  $815 -$

830 °C, justo por debajo de la temperatura beta transus, mientras que por debajo de 815 °C, la fase alfa se encontró predominantemente elongada, indicando que la magnitud de la deformación por sí misma no es suficiente para promover la globularización de la fase alfa, sino que se requiere alcanzar un umbral de temperatura lo suficientemente alto, sin exceder la  $T_{\beta_t}$ .

Con base en las conclusiones antes mencionadas y considerando las limitaciones de los experimentos realizados, se presentan las siguientes recomendaciones para futuras investigaciones:

- Evaluar el efecto de la velocidad de deformación en la evolución microestructural.
- Determinar el efecto de la textura del material antes y después de la deformación en caliente, utilizando la técnica de difracción de electrones retro dispersados (EBSD, por sus siglas en inglés).
- Construir curvas de enfriamiento continuo para definir con precisión, el efecto de la velocidad de enfriamiento en la formación de la fase alfa a partir de la fase beta presente a altas temperaturas ( $T > T_{\beta_t}$ ).

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. Matthew J. Donachie, *Titanium a Technical Guide*, OH: ASM International, 2000.
- [2] V. A. R. Henriques, «Production of titanium alloys for advanced aerospace systems by powder metallurgy,» *Materials Research*, vol. VIII, nº 4, pp. 443-446, 2005.
- [3] Y. Millet, «TIMETAL 407: A titanium alloy to enable cost reduction,» de *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium*, 2016.
- [4] M. P. C. Leyens, *Titanium and Titanium Alloys, Fundamentals and Applications*, Weinheim: Wiley-VCH, 2003.
- [5] G. Singh, «Microstructure evolution and deformation texture during rolling of TIMETAL®407,» *Materialia*, vol. 9, 2020.
- [6] S. Sneddon, «Deformation and failure behavior of a titanium alloy Ti-407 with reduced aluminum content: A comparison with Ti-6Al-4V in tension and compression,» *Materials Characterization*, nº 172, pp. 1-8, 2021.
- [7] C. Veiga, «Properties and applications of titanium alloys: a brief review,» *Advanced Materials Science*, nº 32, pp. 14-34, 2012.
- [8] M. E. Khalloufi, «Titanium: An Overview of Resources and Production Methods,» *Minerals*, vol. 11, nº 1425, pp. 1-21, 2021.
- [9] F. F.H.S, «Cost-affordable titanium: The component fabrication perspective,» *JOM*, vol. 59, pp. 28-31, 2007.

- [10] M. Behera, «Effect of cooling rate on mechanism of beta-alpha phase transformation on continuous cooling in Ti-5Ta-1.8Nb alloy,» *Journal of Alloys and Compounds*, n° 553, pp. 59-68, 2013.
- [11] F. J. Humphreys, *Recrystallization and related annealing phenomena*, Oxford: ELSEVIER, 2004.
- [12] A. Andrade, «Deformation and fracture of an alpha/beta titanium alloy,» *Revista Matéria*, vol. 15, n° 2, pp. 364-370, 2010.
- [13] H. Fuji, «Continuous cooling characteristics of alpha+beta titanium alloys,» Nippon Steel Technical Report, 1994.
- [14] P. P. F. Donald R. Askeland, *Essentials of Materials Science and Engineering*, Toronto, ON: Cengage Learning, 2009.
- [15] G. Lütjering, «Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (alpha + beta) titanium alloys,» *Materials Science & Engineering*, pp. 32-45, 1998.
- [16] J. Sieniawski, «Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys,» de *Titanium alloys - advances in properties control*, IntechOpen, 2013, pp. 69-80.
- [17] V. A. Joshi, *Titanium Alloys, An Atlas of Structures and Fracture Features*, Boca Raton, FL: CRC Press, 2006.
- [18] A. J. A. Rostamian, «A numerical model for the description of the lamellar and massive phase transformations in TiAl alloys,» *Intermetallics*, n° 16, pp. 1227-1236, 2008.
- [19] J. D. C. Teixeira, «Transformation kinetics and microstructures of Ti17 titanium alloy during continuous cooling,» *Materials Science & Engineering*, n° 448, pp. 135-145, 2007.

- [20] S. Feng, «Phase transformation during the continuous cooling in near alpha titanium alloy Ti60,» *Rare Metal Materials and Engineering*, vol. 44, n° 4, pp. 848-853, 2015.
- [21] P. Tarín, «Study of alpha-beta transformation in Ti-6Al-4V-ELI. Mechanical and microstructural characteristics,» *Materials Science Forum*, Vols. %1 de %2638-642, pp. 712-717, 2010.
- [22] E. Brandl, «Morphology, microstructure, and hardness of titanium (Ti-6Al-4V) blocks deposited by wire-feed additive layer manufacturing (ALM),» *Materials Science & Engineering*, n° 532, pp. 295-307, 2012.
- [23] N. Poondla, «A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: Commercially pure and Ti-6Al-4V,» *Journal of Alloys and Compounds*, n° 486, pp. 162-167, 2009.
- [24] S. L. Semiatin, «Dynamic-coarsening behavior of an alpha+beta titanium alloy,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, n° 37A, pp. 1125-1136, 2006.
- [25] P. Vo, «Recrystallization during beta working of IMI834,» *Advanced Materials Research*, Vols. %1 de %215-17, pp. 965-969, 2007.
- [26] G. Seward, «In situ SEM-EBSD observations of the hcp to bcc phase transformation in commercially pure titanium,» *Acta Materialia*, n° 52, pp. 821-832, 2003.
- [27] F. Warchomicka, «Microstructure evolution during hot deformation of Ti-6Al-4V double cone specimens,» *International Journal of Material Forming*, vol. 3, pp. 215-218, 2010.
- [28] D. E. Ervin Tal-Gutelmacher, «The hydrogen embrittlement of titanium-based alloys,» *JOM*, vol. 57, n° 9, pp. 46-49, 2005.

- [29] O. De-lai, «Dynamic recrystallization of Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V in beta forging process,» *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, n° 22, pp. 761-767, 2012.
- [30] S. L. Semiatin, «The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys,» *JOM*, pp. 33-68, 1997.
- [31] T. Seshacharyulu, «Microstructural mechanisms during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure,» *Materials Science & Engineering*, pp. 112-125, 2002.
- [32] Z. W.-f. XU Chun, «Transformation mechanism and mechanical properties of commercially pure titanium,» *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, n° 20, pp. 2162-2167, 2010.
- [33] D. R. B. Sander, «Texture inhomogeneity in a Ti-Nb based beta-titanium alloy after warm rolling and recrystallization,» *Materials Science & Engineering*, n° 479, pp. 236-247, 2008.
- [34] W. Davey, «Fatigue performance of the novel titanium alloy Timetal 407,» *MATEC Web of Conferences*, vol. 165, pp. 1-7, 2018.
- [35] M. Bache, «Microstructural control of fatigue behavior in a novel alpha+beta titanium alloy,» *Metals*, vol. 1200, n° 9, pp. 1-18, 2019.
- [36] D. Truax, «Plastic behavior of titanium-aluminum alloys,» *Materials Science and Engineering*, vol. 13, n° 2, pp. 125-139, 1974.
- [37] A. Kimura, «A Free Machining Titanium Alloy for Connecting Rods,» SAE International, 1991.
- [38] ASTM International, «Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials,» de *ASTM E-23*, West Conshohocken, PA, ASTM International, 2024, pp. 1-27.

- [39] C. Dredge, «A low-cost machinability approach to accelerate titanium alloy development,» *Journal of Engineering Manufacture*, vol. 235, pp. 1618-1632, 2021.
- [40] S. Huan, «Strengthening effects of Al element on strength and impact toughness in titanium alloy,» *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 26, pp. 504-516, 2023.
- [41] X. Wang, «Deformation mode dependent mechanism and kinetics of dynamic recrystallization in hot working of titanium alloy,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 772, 2022.
- [42] N. Kherrouba, «Beta to alpha transformation kinetics and microstructure of Ti-6Al-4V alloy during continuous cooling,» *Materials Chemistry and Physics*, vol. 181, pp. 462-469, 2016.
- [43] F. Humphreys, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Oxford: Elsevier, 2004.
- [44] W. Zhang, «Hot deformation behavior and processing maps of Ti-6Al-4V alloy with starting fully lamellar structure,» *Journal of Materials Research*, vol. 33, n° 22, pp. 3677-3688, 2018.
- [45] P. Gao, «Deformation behavior and microstructure evolution of titanium alloys with lamellar microstructure in hot working process: A review,» *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 39, pp. 56-73, 2020.
- [46] B. Perumal, «The effect of hot deformation parameters on microstructure evolution of the alpha-phase in Ti-6Al-4V,» *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 47A, pp. 4128-4136, 2016.
- [47] F. Wu, «Study on hot deformation behavior and microstructure evolution of Ti-55 high temperature titanium alloy,» *Metals*, vol. 319, n° 7, pp. 1-17, 2017.

- [48] L. e. a. Wang, «Revisiting the lamellar globularization behavior of a two-phase titanium from the perspective of deformation modes,» *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 289, 2021.
- [49] R. Ji, «Microstructure evolution, mechanical response and strengthening models for TA15 titanium alloy during thermal processes: A brief review,» *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 28, pp. 1644-1656, 2024.
- [50] e. a. Feng Sun, «Beta phase transformation kinetics in Ti60 alloy during continuous cooling,» *Journal of Alloys and Compounds*, n° 576, pp. 108-113, 2013.
- [51] R. Dabrowski, «The phase transformations during continuous cooling of Ti6Al7Nb alloy from the two-phase alpha+beta range,» *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 59, n° 1, pp. 7-12, 2013.
- [52] e. a. Hui Yu, «Study of non-isothermal transformation of Ti-6Al-4V in solution heating stage,» *Metals*, vol. 968, n° 9, pp. 1-10, 2019.
- [53] N. Kherrouba, «Effect of solution treatment on the microstructure, micromechanical properties, and kinetic parameters of the beta-alpha phase transformation during continuous cooling of Ti-6Al-4V titanium alloy,» *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 28, pp. 6921-6930, 2019.
- [54] S. Malinov, «Application of artificial neural network for prediction of time-temperature-transformation diagrams in titanium alloys,» *Materials Science & Engineering*, pp. 1-10, 2000.
- [55] G. Kanel, «Impact response of titanium alloys at elevated temperatures,» *Journal de Physique*, vol. IV, n° 110, pp. 839-844, 2003.

- [56] K. Kim, «Ring-rolling process for manufacturing Ti-6Al-4V plane and profiled ring-products,» *Advanced Materials Research*, Vols. 1 de 226-28, pp. 429-432, 2007.
- [57] M. Ahmed, «The effect of cooling rates on the microstructure and mechanical properties of thermo-mechanically processed Ti-Al-Mo-V-Cr-Fe alloys,» *Materials Science & Engineering*, n° 576, pp. 167-177, 2013.
- [58] G. Dyakonov, «An EBSD investigation of ultrafine grain titanium for biomedical applications,» *Materials Science & Engineering*, n° 648, pp. 305-310, 2015.
- [59] S. Wu, «Microstructural evolution and microhardness of a selective-laser-melted Ti-6Al-4V alloy after post heat treatments,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 672, pp. 643-652, 2016.
- [60] S. Patil, «Effect of alpha and beta phase volume fraction on machining characteristics of titanium alloy Ti6Al4V,» *Procedia Manufacturing*, vol. 6, pp. 63-70, 2016.
- [61] X. Gao, «A study of epitaxial growth behaviors of equiaxed alpha phase at different cooling rates in near alpha titanium alloy,» *Acta Materialia*, vol. 122, pp. 298-309, 2017.
- [62] B. Zhu, «Effect of thermal stresses on the microstructure of the continuous cooling TiAl alloys,» *Intermetallics*, vol. 90, pp. 152-158, 2017.
- [63] L. Xiang, «Characteristics of the dynamic recrystallization behavior of Ti-45Al-8.5Nb-0.2W-0.2B-0.3Y alloy during high temperature deformation,» *Metals*, vol. 261, n° 7, pp. 1-10, 2017.
- [64] K. A. Lee, «Effect of heat treatment on microstructure and impact toughness of Ti-6Al-4V manufactured by selective laser melting process,» *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 62, pp. 1341-1346, 2017.

- [65] X. Wang, «Hot deformation behavior and dynamic recrystallization of melt hydrogenated Ti-6Al-4V alloy,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 728, pp. 709-718, 2017.
- [66] Z. Zhang, «Hot deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy: Effect of initial microstructure,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 718, pp. 170-181, 2017.
- [67] J. Lapin, «Effect of continuous cooling on solid phase transformations in TiAl-based alloy during Jominy end-quench test,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 735, pp. 338-348, 2018.
- [68] O. Hatt, «The effect of titanium alloy chemistry on machining induced tool crater wear characteristics,» *Wear*, Vols. %1 de %2408-409, pp. 200-207, 2018.
- [69] G. R. Bak, «Effect of iron content on beta-alpha phase transformation behavior of Ti-5Al-xFe (x=1, 2.5, 4) alloys during continuous cooling,» *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, n° 3, pp. 2887-2897, 2019.
- [70] S. M. JagadeeshBabu, «Phase transformation and microstructure evolution study in various alloy systems: An insight,» *IOP Conf Series: Materials Science and Engineering*, vol. 505, pp. 1-6, 2019.
- [71] I. Polmear, *Light Alloys Metallurgy of the Light Metals*, Oxford, UK: Butterworth-Heinemann, 2017.

Article

# Effect of Initial Microstructure on the Temperature Dependence of the Flow Stress and Deformation Microstructure under Uniaxial Compression of Ti-407

Luis Barboza <sup>1,\*</sup>, Enrique López <sup>1</sup>, Hugo Guajardo <sup>1</sup> and Armando Salinas <sup>2,\*</sup> 

- <sup>1</sup> Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, San Nicolás de los Garza, Nuevo León 66455, Mexico; enrique.lopezcl@uanl.edu.mx (E.L.); hugo.guajardog@uanl.edu.mx (H.G.)  
<sup>2</sup> Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN, Ramos Arizpe, Coahuila 25900, Mexico  
 \* Correspondence: luis.barbozagn@uanl.edu.mx (L.B.); armando.salinas@cinvestav.edu.mx (A.S.); Tel.: +52-811-760-9774 (L.B.); +52-844-438-9600 (ext. 8649) (A.S.)

**Abstract:** In this study, the influence of initial microstructure and deformation temperature on the flow stress behavior and microstructural evolution of TIMETAL<sup>®</sup> 407 (Ti-407) alloy are investigated. For this purpose, compression cylinders were  $\beta$ -annealed at 940 °C and then cooled to room temperature using furnace cooling, static air, and water quenching to promote three initial microstructures with different  $\alpha$  lath thicknesses. The annealed cylinders were compressed isothermally in the range of 750 °C to 910 °C at a constant crosshead speed of 0.05 mm/s up to an engineering strain of  $-0.8$ . The resulting stress–strain curves are discussed in terms of the morphology and distribution of the  $\alpha$  and  $\beta$  phases. It was found that flow stress is inversely proportional to deformation temperature for all initial microstructures. At the lowest temperatures, compressive yield strength was higher in water-quenched and air-cooled samples than in furnace-cooled specimens, suggesting that the acicular  $\alpha$ -phase morphology obtained by rapid cooling could enhance mechanical strength by hindering dislocation motion. Two high-temperature flow regimes were determined based on the shape of the flow stress curves, indicating microstructural changes occurring during deformation. At higher temperatures, the effect of the initial microstructure is negligible as the primary  $\alpha$  phase is transformed to the  $\beta$  phase at around 850 °C irrespective of the initial  $\alpha$ -lath thickness.

**Keywords:** Ti-407; uniaxial compression; microstructural evolution;  $\beta$  anneal



**Citation:** Barboza, L.; López, E.; Guajardo, H.; Salinas, A. Effect of Initial Microstructure on the Temperature Dependence of the Flow Stress and Deformation Microstructure under Uniaxial Compression of Ti-407. *Metals* **2024**, *14*, 505. <https://doi.org/10.3390/met14050505>

Academic Editor: Andrey Belyakov

Received: 28 February 2024

Revised: 15 April 2024

Accepted: 18 April 2024

Published: 26 April 2024



**Copyright:** © 2024 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

## 1. Introduction

Titanium alloys are widely used in aerospace, power generation, chemical processing, and marine applications due to their high specific strength, good thermal stability, and excellent corrosion resistance, despite their high buy-to-fly ratio and associated forging and machining difficulties. This has led to a strong drive for near-net titanium fabrication [1] as well as the development of titanium alloys with lower associated manufacturing costs.

Titanium alloy TIMETAL<sup>®</sup> 407, or Ti-407 (Ti-4V-0.8Al-0.08Fe-0.2Si, in wt.%), is an ( $\alpha + \beta$ ) alloy developed by TIMET as a lower cost direct replacement of Ti-6Al-4V alloy, the most commonly used titanium alloy worldwide [2]. Ti-407 may be used with advantage for applications where energy absorption during fracture and High Cycle Fatigue (HCF) endurance limit are the key design criteria [3], such as engine fans and compressor casings. In terms of fabrication, Ti-407 alloy was designed for improved manufacturability, including low-temperature forming and increased machining speeds.

One of the main benefits and most important features offered by Ti-407, compared with Ti-6Al-4V, is a significant improvement in ductility, offering superior manufacturability and increased machining speeds with lower contact forces. In terms of thermomechanical processing, the lower flow stress, greater malleability, and wider process window of Ti-407

should allow it to be forged using a lower quantity of reheats while exhibiting less surface cracking and requiring less machining.

In regard to its performance in service, due to its relatively low strength, Ti-407 may not be able to substitute all Ti-6Al-4V components, but promisingly, Ti-407 demonstration casings have shown 2.5 times the lateral expansion and more than twice the impact energy was absorbed compared to Ti-6Al-4V [4]. In tension, Ti-407 alloy has significantly increased ductility (quasi-static strain to failure increase of 60%) but reduced strength (quasi-static ultimate strength reduction of 34%) in comparison to Ti-6Al-4V. The combination of an increase in ductility and a reduction in strength gives similar toughness values for the two alloys [5].

Ti-407 alloy was designed by starting with the same vanadium content as Ti-6Al-4V to retain the  $\beta$  phase at room temperature, but with lower aluminum (~0.8 wt.%). Reducing Al content improves ductility [6] and machinability of titanium alloys [7],  $\beta$ -eutectoid elements like Si and Fe are also added to provide some solid solution strengthening [8]. Although Ti-407 has a similar amount of  $\beta$  stabilizers, its density is higher when compared to Ti-6Al-4V, due to the overall reduction in aluminum content. However, with an appropriate component design, Ti-407 could be incorporated as a weight-neutral, alternative alloy [9]. In terms of its  $\beta$ -transus temperature ( $T_{\beta t}$ ), the temperature at which the alloy is constituted by 100%  $\beta$  phase, it is expected to be significantly lower than that of Ti-6Al-4V due to the aluminum reduction, as described in the titanium–aluminum binary diagram [10]. The  $T_{\beta t}$  has been reported as high as 890 °C by the alloy supplier. However, recently, Singh and Souza reported  $T_{\beta t} = 875$  °C [11].

Regarding the effect of ( $\alpha + \beta$ ) processing on room-temperature mechanical properties, it has been reported that the toughness of Ti-407 alloy after solution and aging treatments (STAs) is significantly improved using oil quenching rather than air cooling or water quenching after the solution treatment. Samples tested under uniaxial compression at room temperature exhibited a higher strain to fracture [12], indicating that the cooling rate from the ( $\alpha + \beta$ ) field influences the room-temperature flow stress behavior.

From the manufacturing standpoint, the effect of multi-pass high-temperature rolling and subsequent annealing on the extent of spheroidization of the  $\alpha$  phase as well as the texture development has been assessed, and it has been reported that high stored energy prior to annealing and the activation of deformation twinning when samples were deformed at 650 °C and rolled to 75% reduction resulted in greater spheroidization of primary  $\alpha$  phase and transformed  $\beta$  phase [8]. While these findings shed light on the microstructural development of Ti-407 alloy, the interaction of the lamellar microstructure typically present in the initial steps of the forging process with the deformation temperature and its effects on the flow stress behavior remain unclear.

Microstructural evolution in titanium alloys has been broadly studied [13–15], recently including the incorporation of mathematical modeling, computational simulation [16,17], and machine learning algorithms [18] that can predict phase diagrams, material properties, crystal structures [19], martensite formation [20], and  $\beta$ -transus temperature [21] to a certain extent based on existing materials databases, which rely heavily on the accumulated literature [22]. Nevertheless, the addition of multiple elements to new titanium alloys may cause more phases to form, making available a wide variety of microstructures, especially for engine components obtained through a long thermomechanical processing route [23]. Therefore, the characterization of newly introduced titanium alloys in terms of microstructural manipulation via thermomechanical processing is still of paramount importance.

The objective of this study is to characterize the hot deformation behavior of Ti-407 in uniaxial compression, as it is the dominant deformation mode in forging [24], over a wide range of temperatures with different initial lamellar microstructures varying in  $\alpha$ -lath thickness. The results of this work allow correlating high-temperature flow stress with microstructural evolution in terms of  $\alpha$ -phase globularization for the optimization of sub- and super- $\beta$ -transus forging processes, typically used in the manufacture of large titanium alloy components.

## 2. Materials and Methods

Ti-407 material was supplied in the form of a seamless rolled ring processed with a combination of temperatures above and below the  $\beta$  transus ( $T_{\beta t}$ ), that is, in the  $\beta$ -phase field and in the ( $\alpha + \beta$ ) temperature region, respectively.  $T_{\beta t}$  was determined by non-isothermal dilatometry, as this technique is an effective method for studying the phase transformation process [25,26] since the expansion curve and its first derivative can indicate the onset, development, and completion of the phase transformation [27]. The thermal dilatometry test was performed using a Linseis model L75 vertical dilatometer at a constant heating rate of 5 °C/min from room temperature to 900 °C. The thermal expansion of a cylindrical sample measuring 10 mm in diameter and 30 mm in length was plotted as a function of temperature, and its first derivative with respect to time was obtained to indicate the rate of expansion. The chemical composition of the as-received material is listed in Table 1.

**Table 1.** Chemical composition of the as-received Ti-407 material, in wt. %.

V	Al	Si	Fe	O	C	N	Ti
3.6	0.85	0.21	0.26	0.15	<0.03	<0.008	Bal.

Once the  $T_{\beta t}$  was determined, a set of compression cylinders measuring 10 mm in diameter and 15 mm in height were machined to have their axes parallel to the axial direction of the rolled ring. To reset the microstructure of the incoming material, the machined cylinders were  $\beta$ -annealed at 940 °C for one hour using a resistance-heated muffle furnace and then cooled to room temperature in water, still air, or within the furnace to promote the formation of different lamellar  $\alpha$ -phase morphologies. It is noteworthy that the cooling rate after solution treatments is considered the principal and most critical processing variable that affects the nucleation mechanism and the kinetics of the  $\beta \rightarrow \alpha$  phase transformation, as the content of grain boundary  $\alpha$  ( $\alpha_{GB}$ ),  $\alpha$  colony size, and lamellar  $\alpha$  thickness all decrease with an increase in the cooling rate [28].

The  $\beta$ -annealed cylinders were then isothermally deformed in uniaxial compression using an MTS (Materials Testing System) universal testing machine QTest, at a constant crosshead speed of 0.05 mm/s (initial strain rate  $\dot{\epsilon} \approx 5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) to reach an effective strain of  $-0.8$  under an inert atmosphere of argon to minimize oxidation; the isothermal deformation temperatures were 750 °C, 770 °C, 790 °C, 810 °C, 830 °C, 850 °C, 870 °C, 890 °C, and 910 °C. The samples were heated to the defined temperatures for 30 min before being compressed; colloidal graphite was used as a lubricant to reduce friction between the Ti-407 samples and the compression anvils. Upon reaching the target strain, the deformed cylinders were air-cooled to room temperature. Stress–strain curves were constructed with load and displacement data obtained from the universal testing machine for every deformation temperature and initial microstructure combination.

After compression testing, the deformed cylinders were sectioned parallel to the compression axis, and their cross-section microstructure was characterized by means of optical microscopy using a Zeiss microscope model Axio Observer. The samples were ground with silicon carbide sandpapers to 1200 grit and then mechanically polished using a diamond paste solution, followed by chemical etching in a 2 mL HF + 4 mL HNO<sub>3</sub> + 100 mL water solution;  $\alpha$ - and  $\beta$ -phase morphologies and distributions were characterized using a JEOL JSM-IT200 scanning electron microscope.

The globular  $\alpha$  fraction (%) and the  $\alpha$  lath thickness were determined from scanning electron microscope images using ImageJ software (Version 1.53k), based on the relative content of globular  $\alpha$  in the SEM images. In the present work,  $\alpha$  platelets with an aspect ratio (length-to-thickness) < 3 are considered as globular. The value of 3 was selected based on other studies performed on  $\alpha + \beta$  titanium alloys [8,29].

### 3. Results and Discussion

The dilatometric curve of the phase transformation from  $\alpha \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \beta$  on heating is shown in Figure 1. Tangential lines (black lines) have been added to the expansion curve (red curve) to facilitate visualization of the non-linear expansion behavior during the  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  transformation. The first derivative of the expansion with respect to time (blue curve) was included to assess the peak of the  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  transformation. The onset, peak, and completion of the  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  transformation were identified at 796 °C, 839 °C, and 869 °C, respectively. Since titanium has a high solubility of oxygen in both  $\alpha$  and  $\beta$  phases, oxygen present in the atmosphere diffuses into the sample during the dilatometric tests, and with this increase in oxygen content,  $T_{\beta t}$  also increases [30]. Under these conditions,  $T_{\beta t}$  was approximately 869 °C. This value is within 1% of that reported by Singh and Souza [11].

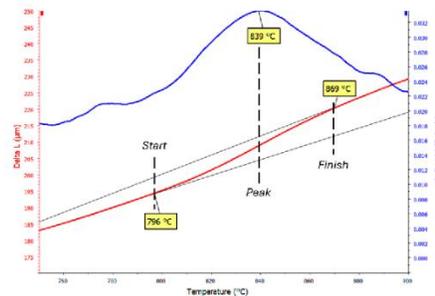


Figure 1. Dilatometric curve during heating process at a constant heating rate of 5 °C/min.

Figure 2 shows SEM secondary electron images corresponding to the three initial conditions of Ti-407 alloy after  $\beta$  annealing and subsequent cooling; these images consist primarily of prior  $\beta$ -grain boundaries and intragranular  $\alpha$  laths which exhibit a decrease in thickness as the cooling rate increased. It must be noted that the cooling rate increases from Figure 2a–c. The different phases found were determined based on their appearance and were identified using a commonly accepted nomenclature for titanium alloy microconstituents [31].

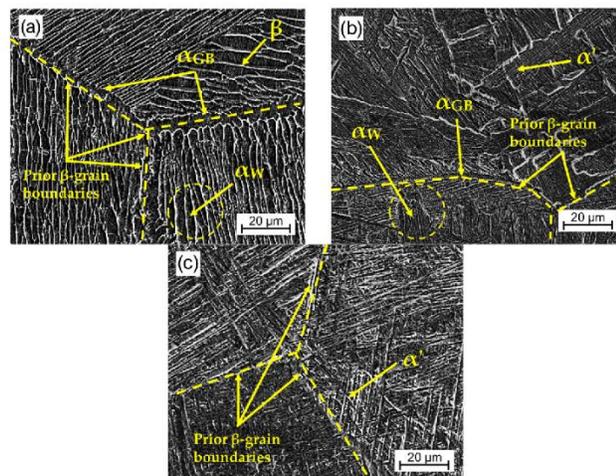


Figure 2. Scanning electron microscope images of Ti-407 alloy after  $\beta$ -anneal heat treatment at 940 °C for 1 h followed by (a) slow furnace cooling, (b) air cooling, and (c) water quenching.

As can be observed in Figure 2a, furnace-cooled samples developed a combination of intragranular  $\alpha$ -Widmanstätten laths ( $\alpha_W$ ) and coarser  $\alpha$ -phase lamellae (grain boundary allotriomorphs) which decorate the prior  $\beta$ -grain boundaries. This type of microstructure is similar to that observed in Ti-6Al-4V alloy slowly cooled from the  $\beta$  field. In this case, however, the coarse lamellar microstructure is characterized by the presence of grain boundary  $\alpha$  ( $\alpha_{GB}$ ) and  $\alpha$ -Widmanstätten ( $\alpha_W$ ) platelets that nucleate on the  $\alpha_{GB}$  layer and grow inside the  $\beta$  grains, while the  $\beta$  phase is stabilized due to the vanadium enrichment during slow cooling.

On the other hand, Figure 2b shows that the air-cooled microstructure developed a combination of acicular martensite ( $\alpha'$ ), intergranular  $\alpha$ -Widmanstätten laths ( $\alpha_W$ ), and some prior  $\beta$ -grain boundaries decorated with  $\alpha_{GB}$ . These observations indicate that at this intermediate cooling rate, a martensitic transformation could not be reached completely, and some amount of lamellar  $\alpha$  nucleated and grew.

Finally, as depicted in Figure 2c, water-quenched specimens showed a predominantly martensitic microstructure, characterized by the presence of intragranular needle-shaped  $\alpha'$ , as under this condition, the cooling rate was high enough to effectively hinder the diffusion-controlled mechanism of  $\alpha$ -phase lamellar growth. This martensitic transformation has also been reported for other titanium alloys, such as Ti 6-Al-4V [32].

The  $\alpha/\alpha'$  lath thickness and primary  $\alpha$  content as a function of cooling rate were measured using ImageJ software (Version 1.53k) for image analysis. The results are summarized in Table 2. It can be noted that as the cooling rate increases from furnace cooling to water quenching, the  $\alpha$ -lath thickness decreases, indicating that  $\alpha$ -lath growth is time-dependent, given that, as the cooling rate decreases, the martensitic transformation changes to a diffusional transformation [33]. Also, the resulting primary  $\alpha$  content decreases from 82% to 65% as the cooling rate increases, suggesting that a larger fraction of metastable  $\beta$  phase is retained upon rapid cooling.

**Table 2.** Primary  $\alpha$  thickness and volume fraction obtained upon cooling from 940° C/1 h in different cooling environments.

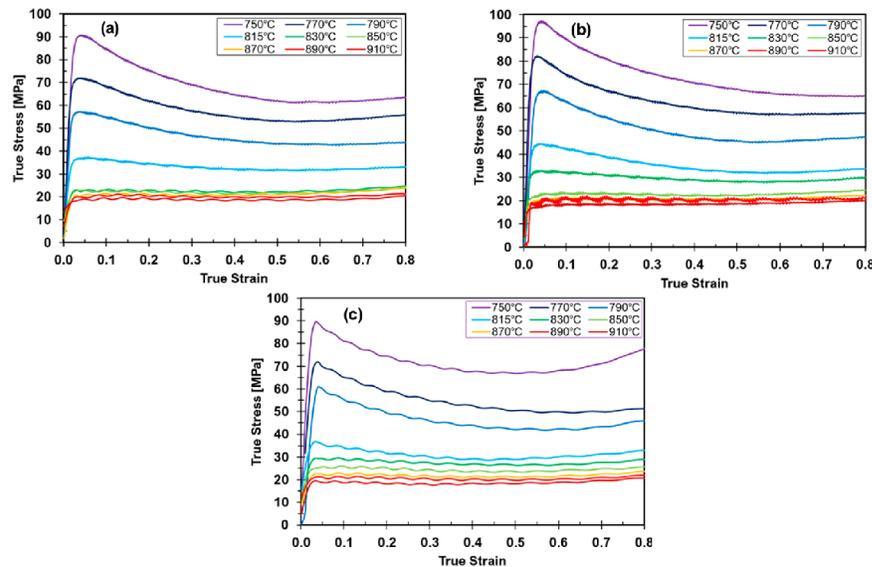
	Furnace Cool	Air Cool	Water Quench
$\alpha$ lath thickness ( $\mu\text{m}$ )	$1.7 \pm 0.8$	$0.6 \pm 0.3$	$0.5 \pm 0.2$
% primary $\alpha$	82	70	65

High-temperature compression results for the three starting microstructures using constant crosshead speed at different temperatures were used to assess the flow stress behavior and microstructural evolution of this alloy. True stress–true strain curves were computed from load and displacement values gathered from the universal testing machine data acquisition software. Figure 3 shows the flow stress curves up to a true strain of  $-0.8$ .

In general, all samples that were deformed at low temperatures (below 830 °C) exhibited, first, an increase in the flow stress at  $0 < \epsilon < 0.1$ , resulting from work hardening up to the peak stress, followed by a flow softening until reaching a steady state flow. It is noteworthy that for strains larger than  $\sim 0.5$ , the stress–strain curves exhibit an apparent increase in stress which is associated with the effects of friction during the uniaxial compression tests. This effect is more relevant for test temperatures lower than 850 °C.

The observed work hardening at the initial deformation stage has been reported as well for Ti-6Al-4V alloy with initial lamellar microstructure under high-temperature uniaxial compression below the  $\beta$ -transus temperature [34]. On the other hand, flow softening has been reported in other titanium alloys, and it may be caused by different physical processes, including deformation heating, dynamic globularization of the prior lamellar  $\alpha$  laths, kinking of  $\alpha$ , shear band formation, and texture change [28]. A similar flow softening behavior is reported for Ti-6Al-4V alloy as a result of the globularization of the lamellar structure, that is, the partition of  $\alpha$  laths into equiaxed  $\alpha$  globules, as well as the progressive realignment of the  $\alpha$  laths perpendicular to the loading direction [35,36]. Also, this flow

softening could be attributed to a dynamic transformation of the microstructure, as it has been reported as one of the primary sources of flow softening during the thermomechanical processing of titanium alloys [37].



**Figure 3.** True stress–true strain curves of Ti-407 alloy at constant crosshead speed of 0.05 mm/s up to a deformation  $\epsilon = -0.8$  at different temperatures for three initial conditions: (a)  $\beta$ -annealed and slowly cooled in furnace, (b)  $\beta$ -annealed and air-cooled, and (c)  $\beta$ -annealed and water-quenched.

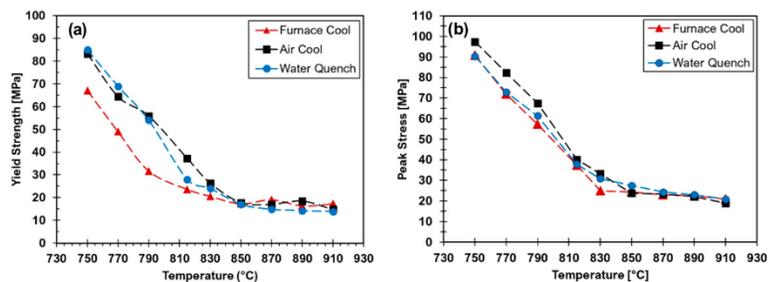
Finally, it was observed that there was an increase in the flow stress at  $\epsilon > 0.5$  due to the intensification of frictional forces between the specimen and the compression anvils. For test temperatures  $T > 830$  °C, the peak stress and the yield strength were very close to each other, and the flow stress went into a steady state upon reaching the peak stress, indicating the prevalence of dynamic recovery throughout the test.

Regarding the effect of cooling media after  $\beta$  annealing of compression specimens on the yield strength and the peak stress (Figure 4), furnace-cooled samples showed the lowest yield strength, while water-quenched and air-cooled specimens displayed the highest yield strengths, indicating an inverse proportion of mechanical strength with initial  $\alpha$ -lath thickness. This behavior is observed especially at the lower deformation temperatures (up to 830 °C). Above this threshold, the influence of initial microstructure on mechanical strength is virtually negligible, as the initial lamellar hcp  $\alpha$  phase is increasingly transforming into the high-temperature bcc  $\beta$  phase. This behavior is also reported for Ti-55 near  $\alpha$ -titanium alloy as temperature approaches  $T_{\beta\alpha}$  [38].

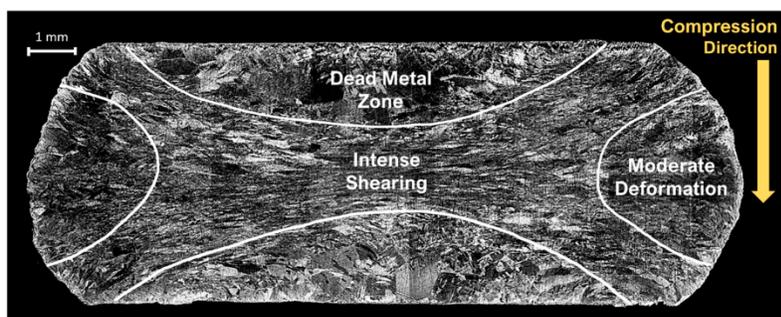
As can be observed in Figure 4, there is a sharp change in the slope of the linear temperature dependence of the yield strength and the peak stress in the temperature range of 830–850 °C. This behavior can be attributed to the  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  transformation, which was confirmed by metallographic examination of the deformed samples as discussed below.

Figure 5 shows a reconstruction of optical microscopy images from the cross-section of a compression specimen deformed to a strain of  $-0.8$  at 750 °C. Metallographic analysis revealed different zones within the specimens, characterized by (a) the presence of a heavily worked microstructure in the center of the sample, where strain was mainly concentrated; (b) a dead metal zone in the vicinity of the surfaces as a result of frictional forces due to the contact with the anvils; and (c) a moderately deformed area concentrated in the periphery,

where a barrel shape is formed also as a consequence of friction. At this scale, all samples showed a similar behavior.



**Figure 4.** Effect of cooling media after  $\beta$  annealing on compressive yield strength (a) and peak stresses (b) at different temperatures.



**Figure 5.** Cross-section view of a  $\beta$ -annealed (940 °C/1 h/furnace cool) sample, reheated at 750 °C for 30 min, uniaxially deformed in compression ( $\epsilon = -0.8$ ), and then prepared metallographically to highlight the deformation zones.

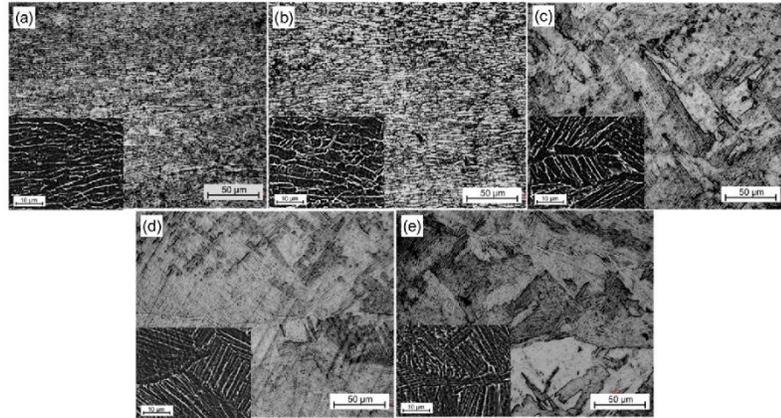
To gain more insight into the microstructural evolution of the deformed samples, higher magnification optical microscopy images from the center (intense shearing zone) of the specimens are presented in Figures 6–8 for the three different starting conditions. In addition, the lower left corner of each of these pictures shows a higher magnification SEM image.

At a low deformation temperature (750 °C), plastic deformation causes coarsening and realignment of elongated  $\alpha$  grains in the direction normal to the applied stress, independently of the initial microstructure (compare Figures 6a, 7a and 8a).

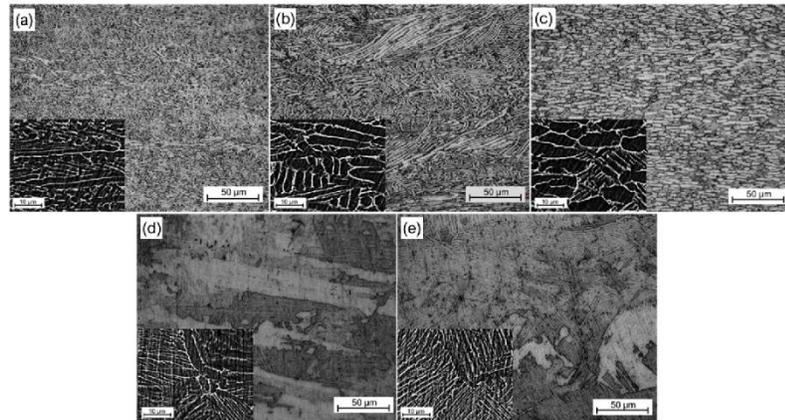
As the deformation temperature increases to 790 °C, coarsening of the elongated  $\alpha$  grains occurs faster, and an alignment perpendicular to the compression axis is also evident in the material that was furnace-cooled after the  $\beta$ -annealing treatment (Figure 6b). In contrast, in deformed air-cooled and water-quenched specimens, the  $\alpha$  laths become kinked, as depicted in Figures 7b and 8b.

Compressive deformation at 830 °C and higher temperatures causes drastic changes in the microstructure. As can be seen in Figures 6c and 8c, after deformation at 830 °C, material furnace-cooled or water-quenched after the  $\beta$ -annealing treatment exhibits the presence of equiaxed  $\alpha$  grains within a transformed  $\beta$  matrix, which indicates that this temperature is just below the  $T_{\beta t}$ . A similar behavior has been reported for titanium alloy TA15, in which the deformation above a critical globularization strain [39] at temperatures close to  $T_{\beta t}$  influenced the volume fraction and aspect ratio of the  $\alpha$  phase [40]. On the other hand,

the sample that was air-cooled after the  $\beta$  annealing (Figure 7c) exhibits a microstructure consisting of a combination of elongated and equiaxed  $\alpha$  grains in a transformed  $\beta$  matrix.

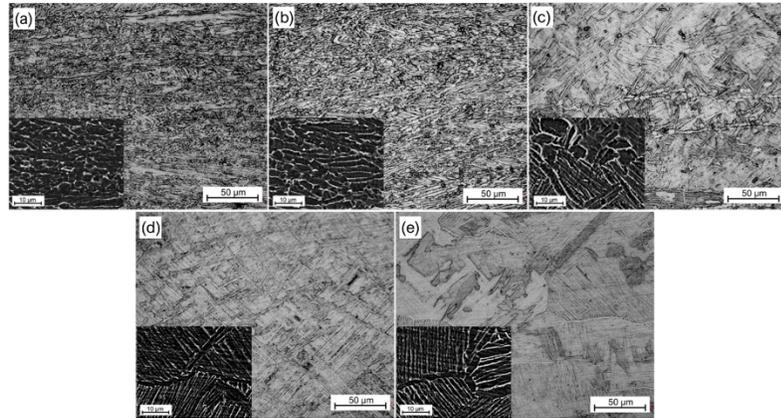


**Figure 6.** Microstructure of Ti-407 alloy after  $\beta$  annealing at 940 °C/1 h, furnace cooling, and subsequent uniaxial compression ( $\epsilon = -0.8$ ) at 0.05 mm/s at different temperatures: 750 °C (a), 790 °C (b), 830 °C (c), 870 °C (d), and 910 °C (e).



**Figure 7.** Microstructure of Ti-407 alloy after  $\beta$  annealing at 940 °C/1 h, air cooling, and subsequent uniaxial compression ( $\epsilon = -0.8$ ) at 0.05 mm/s at different temperatures: 750 °C (a), 790 °C (b), 830 °C (c), 870 °C (d), and 910 °C (e).

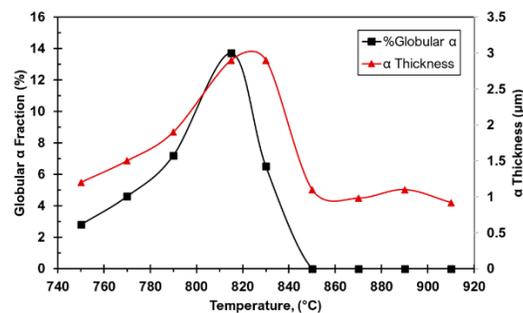
Upon plastic deformation at  $T > 850$  °C, coarse  $\beta$  grains containing intragranular lamellar  $\alpha$  were identified in the deformed samples (Figure 6d,e, Figure 7d,e and Figure 8d,e), confirming that deformation was carried out above the  $T_{\beta\alpha}$ , and  $\alpha$  laths were observed to be nucleated during the cooling stage after compression. Even with the high strain magnitude applied ( $\epsilon = -0.8$ ), at this temperature, globularization of the  $\alpha$  phase was not achieved, as there was no  $\alpha$  phase present during high-temperature deformation.



**Figure 8.** Microstructure of Ti-407 alloy after  $\beta$  annealing at 940 °C/1 h, water quenching, and subsequent uniaxial compression ( $\epsilon = -0.8$ ) at 0.05 mm/s at different temperatures: 750 °C (a), 790 °C (b), 830 °C (c), 870 °C (d), and 910 °C (e).

Comparing the initial microstructure presented in Figure 2a–c with the deformation microstructures presented in Figures 6–8, respectively, it becomes evident that plastic deformation in uniaxial compression at  $T < 790$  °C produces elongated and kinked  $\alpha$  laths. As the temperature increases above 790 °C but below  $T_{\beta t}$ , the elongated and kinked  $\alpha$  laths suffer a change in morphology to globular  $\alpha$  grains with aspect ratios  $< 3$ . A similar transformation of the  $\alpha$  phase towards an equiaxed morphology upon high-temperature deformation close to  $T_{\beta t}$  has also been reported for Ti-6Al-4V and Ti-6Al-2Mo-2V-1Fe, as a result of spheroidization [41–43]. Finally, for deformation at  $T > T_{\beta t}$ , the  $\alpha$  phase observed after cooling to room temperature exhibits a lamellar morphology, regardless of the magnitude of the strain ( $\epsilon = -0.8$ ) applied during uniaxial compression testing.

The globular  $\alpha$  fraction, measured as an area percentage on SEM images with ImageJ software, increased with testing temperature (Figure 9), indicating that the globularization process is highly dependent on temperature. This temperature dependence has been reported as well for Ti60 alloy (Ti-5.6Al-3.7Sn-3.2Zr-0.5Mo-0.4Nb-1.0Ta-0.37Si-0.05C), also influencing the crystallographic orientation evolution of both the  $\alpha$  and  $\beta$  phases [44]. The maximum globular  $\alpha$  fraction was obtained in the range of 815–830 °C, while transformation to the  $\beta$  phase was completed at ~835–870 °C for the three initial conditions. This temperature was estimated from the temperature dependence of the yield strength and the peak stress (Figure 3) and confirmed by non-isothermal dilatometry (Figure 1).



**Figure 9.** Globular  $\alpha$ -phase fraction obtained after  $\beta$  annealing at 940 °C/1 h and cooling in furnace/air/water and subsequent uniaxial compression at different temperatures.

As can be seen in Figure 4, the completion of the  $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$  transformation causes a change in the slope of the strength–temperature relationship. On the other hand, the  $\alpha$ -phase thickness, also measured with ImageJ software, increased with temperature up to 830 °C. Above this threshold, the  $\alpha$ -phase thickness decreases to a minimum and does not change significantly as the deformation temperature increases to 910 °C. This observation suggests that after the plastic deformation of Ti-407 at  $T > T_{\beta t}$ ,  $\alpha$ -lath thickness obtained by cooling from the  $\beta$ -phase field is independent of temperature, irrespective of the initial microstructure. This finding correlates well with the plateau in yield and peak stresses shown in Figure 3 for deformation temperatures  $T > 835$  °C, shown in Figure 4, evidencing the dependence of mechanical strength on  $\alpha$ -lath thickness.

#### 4. Conclusions

The initial microstructure and temperature dependence of the flow stress of Ti-407 alloy was determined using uniaxial compression tests in the range of 750–910 °C. Initial lamellar microstructures with different lath thicknesses were obtained via  $\beta$  annealing at 940 °C for one hour and then furnace cooling, air cooling, or water quenching. The following conclusions are drawn from this investigation:

- (1) Compressive yield strength revealed a marked dependence on the initial microstructure. Yield strengths of furnace-cooled specimens were consistently lower throughout the test temperatures up to about 835 °C, where all initial microstructures converge at a yield strength of 14 MPa. This behavior is attributed to the higher  $\alpha$  lath thickness of furnace-cooled specimens ( $1.7 \pm 0.8$   $\mu\text{m}$ ) in comparison with air-cooled and water-quenched samples ( $0.6 \pm 0.3$   $\mu\text{m}$  and  $0.5 \pm 0.2$   $\mu\text{m}$ , respectively), as there are fewer inter-lath  $\beta$  ligaments per unit area to hinder dislocation motion.
- (2) The globular  $\alpha$  fraction increased with temperature, reaching a maximum of 15–16% in the range of 815–830 °C, just below the  $T_{\beta t}$ . Deformation at temperatures below 815 °C produced predominantly elongated  $\alpha$  phase, indicating that the strain magnitude solely is not enough to promote globularization of the  $\alpha$  phase, but a certain temperature threshold below the  $T_{\beta t}$  must be reached.
- (3) Flow stress behavior revealed two temperature-dependent regimes based on the form of the true stress–true strain curves: (a) the low-temperature regime (750–815 °C) showing a peak stress at  $\epsilon < 0.1$  as a result of work hardening, followed by a softening stage, characterized by morphological changes in the alpha phase (kinking and then globularization) as well as flow localization, and (b) the high-temperature regime (830–910 °C), where flow stress remains virtually constant after reaching the peak stress, indicating a continuous competition of strain hardening and dynamic recovery in the deformed  $\beta$  grains.

**Author Contributions:** Conceptualization, A.S.; methodology, E.L., H.G. and A.S.; investigation, L.B.; writing—original draft, L.B.; writing—review and editing, E.L., H.G. and A.S.; supervision, E.L., H.G. and A.S. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

**Funding:** This research was funded by FRISA Aerospace, funding ID: SA/SAL/IS/2019/001906, and the APC was funded by CINVESTAV.

**Data Availability Statement:** The original contributions presented in the study are included in the article, further inquiries can be directed to the corresponding authors.

**Acknowledgments:** The authors gratefully acknowledge the financial support of FRISA Aerospace as well as UANL and CINVESTAV laboratories for supplying all necessary characterization equipment.

**Conflicts of Interest:** The authors declare no conflicts of interest.

## References

- Henriques, V.A.R.; de Campos, P.P.; Cairo, C.A.A.; Bressiani, J.C. Production of titanium alloys for advanced aerospace systems by powder metallurgy. *Mater. Res.* **2005**, *8*, 443–446. [\[CrossRef\]](#)
- Hatt, O.; Lomas, Z.; Thomas, M.; Jackson, M. The effect of titanium alloy chemistry on machining induced tool crater wear characteristics. *Wear* **2018**, *408–409*, 200–207. [\[CrossRef\]](#)
- James, S.; Kosaka, Y.; Thomas, R.; Garratt, P. TIMETAL 407: A titanium alloy to enable cost reduction. In Proceedings of the 13th World Conference on Titanium, San Diego, CA, USA, 16–20 August 2015; John Wiley & Sons, Inc.: Hoboken, NJ, USA, 2016.
- Davey, W.; Bache, M.; Davies, H.; Thomas, M. Fatigue performance of the novel titanium alloy Timetal 407. *MATEC Web Conf.* **2018**, *165*, 4001. [\[CrossRef\]](#)
- Sneddon, S.; Mulvihill, D.M.; Wielewski, E.; Dixon, M.; Rugg, D.; Li, P. Deformation and failure behavior of a titanium alloy Ti-407 with reduced aluminum content: A comparison with Ti-6Al-4V in tension and compression. *Mater. Charact.* **2021**, *172*, 110901. [\[CrossRef\]](#)
- Truax, D.; McMahon, C. Plastic behavior of titanium-aluminum alloys. *Mater. Sci. Eng.* **1974**, *13*, 125–139. [\[CrossRef\]](#)
- Kimura, A.; Nakamura, S.; Isogawa, S.; Matsubara, T.; Kimura, K.; Sato, Y. *A Free Machining Titanium Alloy for Connecting Rods*; SAE International: Pittsburgh, PA, USA, 1991.
- Singh, G.; da Fonseca, J.Q.; Preuss, M. Microstructure evolution and deformation texture during rolling of TIMETAL®407. *Materialia* **2020**, *9*, 100596. [\[CrossRef\]](#)
- Bache, M.; Davies, H.; Davey, W.; Thomas, M.; Berment-Parr, I. Microstructural control of fatigue behavior in a novel alpha+beta titanium alloy. *Metals* **2019**, *9*, 1200. [\[CrossRef\]](#)
- Murray, J. Calculation of the titanium-aluminum phase diagram. *Metall. Trans. A* **1988**, *19*, 243–247. [\[CrossRef\]](#)
- Singh, G.; Souza, P.M. Hot deformation behavior of a novel alpha+beta titanium alloy TIMETAL®407. *J. Alloys Compd.* **2023**, *935*, 1. [\[CrossRef\]](#)
- Dredge, C.; M'saoubi, R.; Thomas, B.; Hatt, O.; Thomas, M.; Jackson, M. A low-cost machinability approach to accelerate titanium alloy development. *J. Eng. Manuf.* **2021**, *235*, 1618–1632. [\[CrossRef\]](#)
- Semiatin, S.L.; Seetharaman, V.; Weiss, I. The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys. *JOM* **1997**, *49*, 33–39. [\[CrossRef\]](#)
- Seshacharyulu, T.; Medeiros, S.; Frazier, W.; Prasad, Y. Microstructural mechanisms during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure. *Mater. Sci. Eng.* **2002**, *325*, 112–125. [\[CrossRef\]](#)
- Warchomiccka, F.; Poletti, C.; Stockinger, M.; Henke, T. Microstructure evolution during hot deformation of Ti-6Al-4V double cone specimens. *Int. J. Mater. Form* **2010**, *3*, 215–218. [\[CrossRef\]](#)
- Zhang, J.; Li, X.; Xu, D.; Yang, R. Recent progress in the simulation of microstructure evolution in titanium alloys. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* **2019**, *29*, 295–304. [\[CrossRef\]](#)
- Sun, J.; Qi, M.; Zhang, J.; Li, X.; Wang, H.; Ma, Y.; Xu, D.; Lei, J.; Yang, R. Formation mechanism of  $\alpha$  lamellae during  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation in polycrystalline dual-phase Ti alloys. *J. Mater. Sci. Technol.* **2021**, *71*, 98–108. [\[CrossRef\]](#)
- Durodola, J. Machine learning for design, phase transformation and mechanical properties of alloys. *Prog. Mater. Sci.* **2022**, *123*, 100797. [\[CrossRef\]](#)
- Mueller, T.; Kusne, A.G.; Ramprasad, R. Machine learning in materials science: Recent progress and emerging applications. *Rev. Comput. Chem.* **2016**, *29*, 186–273.
- Bignon, M.; Bertrand, E.; Rivera-Díaz-Del-Castillo, P.E.; Tancret, F. Martensite formation in titanium alloys: Crystallographic and compositional effects. *J. Alloys Compd.* **2021**, *872*, 159636. [\[CrossRef\]](#)
- Niu, Y.; Hong, Z.-Q.; Wang, Y.-Q.; Zhu, Y.-C. Machine learning-based beta transus temperature prediction for titanium alloys. *J. Mater. Res. Technol.* **2023**, *23*, 515–529. [\[CrossRef\]](#)
- Guo, K.; Yang, Z.; Yu, C.-H.; Buehler, M.J. Artificial intelligence and machine learning in design of mechanical materials. *Mater. Horiz.* **2021**, *8*, 1153–1172. [\[CrossRef\]](#)
- Banerjee, D.; Williams, J.C. Perspectives on titanium science and technology. *Acta Mater.* **2013**, *61*, 844–879. [\[CrossRef\]](#)
- Wang, X.; Zhan, M.; Gao, P.; Ma, P.; Yang, K.; Lei, Y.; Li, Z. Deformation mode dependent mechanism and kinetics of dynamic recrystallization in hot working of titanium alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2022**, *772*, 138804. [\[CrossRef\]](#)
- Tarín, P.; Gualo, A.; Simón, A.G.; Piris, N.M.; Badía, J.M. Study of alpha-beta transformation in Ti-6Al-4V-ELI. Mechanical and microstructural characteristics. *Mater. Sci. Forum* **2010**, *638–642*, 712–717. [\[CrossRef\]](#)
- Ding, C.; Li, X.; Zhu, H.-Y.; Chen, F.-W.; Li, F.; Chang, H. Microstructure evolution and phase transformation kinetics of low cost Ti-35421 titanium alloy during continuous heating. *J. Mater. Res. Technol.* **2021**, *14*, 620–630. [\[CrossRef\]](#)
- Yu, H.; Li, W.; Zou, H.; Li, S.; Zhai, T.; Liu, L. Study on Non-Isothermal Transformation of Ti-6Al-4V in Solution Heating Stage. *Metals* **2019**, *9*, 968. [\[CrossRef\]](#)
- Gao, P.; Fu, M.; Zhan, M.; Lei, Z.; Li, Y. Deformation behavior and microstructure evolution of titanium alloys with lamellar microstructure in hot working process: A review. *J. Mater. Sci. Technol.* **2020**, *39*, 56–73. [\[CrossRef\]](#)
- Park, C.; Won, J.W.; Park, J.-W.; Semiatin, S.L.; Lee, C.S. Mechanisms and kinetics of static spheroidization of hot-worked Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si with a lamellar microstructure. *Metall. Mater. Trans. A* **2012**, *43*, 977–985. [\[CrossRef\]](#)
- Lindwall, G.; Wang, P.; Kattner, U.R.; Campbell, C.E. The effect of oxygen on phase equilibria in the Ti-V system: Impacts on the AM processing of Ti alloys. *J. Mater.* **2018**, *70*, 1692–1705. [\[CrossRef\]](#)

31. Joshi, V.A. *Titanium Alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features*; CRC Press: Boca Raton, FL, USA, 2006.
32. Feng, Z.; Yang, Y.; Xu, Z.; Shi, Q. Effect of martensitic transformation on elastic modulus anisotropy of Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Res.* **2018**, *21*, 1–8. [[CrossRef](#)]
33. Feng, S.; Jinshan, L.; Hongchao, K.; Wenzhong, L.; Xianghong, L.; Yong, F. Phase transformation during the continuous cooling in near alpha titanium alloy Ti60. *Rare Met. Mater. Eng.* **2015**, *44*, 848–853. [[CrossRef](#)]
34. Zhang, W.; Ding, H.; Zhao, J.; Yang, B.; Yang, W. Hot deformation behavior and processing maps of Ti-6Al-4V alloy with starting fully lamellar structure. *J. Mater. Res.* **2018**, *33*, 3677–3688. [[CrossRef](#)]
35. Perumal, B.; Rist, M.A.; Gungor, S.; Brooks, J.W.; Fitzpatrick, M.E. The effect of hot deformation parameters on microstructure evolution of the alpha-phase in Ti-6Al-4V. *Metall. Mater. Trans. A* **2016**, *47*, 4128–4136. [[CrossRef](#)]
36. Zhang, J.; Li, H.; Zhan, M. Review on globularization of titanium alloy with lamellar colony. *Manufacturing* **2020**, *7*, 18. [[CrossRef](#)]
37. Guo, B.; Liu, Y.; Jonas, J.J. Dynamic transformation of two-phase titanium alloys in stable and unstable states. *Metall. Mater. Trans. A* **2019**, *50*, 4502–4505. [[CrossRef](#)]
38. Wu, F.; Xu, W.; Jin, X.; Zhong, X.; Wan, X.; Shan, D.; Guo, B. Study on hot deformation behavior and microstructure evolution of Ti-55 high temperature titanium alloy. *Metals* **2017**, *7*, 319. [[CrossRef](#)]
39. Wang, L.; Fan, X.; Zhan, M.; Jiang, X.; Liang, Y.; Zheng, H.; Liang, W. Revisiting the lamellar globularization behavior of a two-phase titanium from the perspective of deformation modes. *J. Mater. Process. Technol.* **2021**, *289*, 116963. [[CrossRef](#)]
40. Ji, R.; Zhu, K.; Zhang, H.; Luo, H.; Mao, J. Microstructure evolution, mechanical response and strengthening models for TA15 titanium alloy during thermal processes: A brief review. *J. Mater. Res. Technol.* **2024**, *28*, 1644–1656. [[CrossRef](#)]
41. Yan, Z.; Liu, H.; Dai, X.; Li, L.; Zhang, Z.; Wang, Q.; Xue, Y. Effect of multi-pass cooling compression and subsequent heat treatment on microstructural and mechanical evolution of TC4 alloys. *J. Mater. Res. Technol.* **2023**, *23*, 3137–3150. [[CrossRef](#)]
42. Ge, J.; Zhan, X.; Li, C.; Zhang, X.; Zhou, K. Dynamic spheroidization mechanism and its orientation dependence of Ti-6Al-2Mo-2V-1Fe alloy during subtransus hot deformation. *Materials* **2023**, *16*, 5752. [[CrossRef](#)]
43. Aguirre, J.; Erice, B.; Arrese, P.; Otegi, N.; Galdos, L. Effect of near beta-transus forging parameters on the mechanical and microstructural properties of Ti-6Al-4V—Application to hammer forging. *Mater. Res. Proc.* **2023**, *28*, 675–682.
44. Zhao, Z.; Zhang, B.H.; Sun, H.; Wang, Q.J.; Liu, J.R.; Yang, R. Influence of globularization process on local texture evolution of a near- $\alpha$  titanium alloy with a transformed microstructure. *Metall. Mater. Trans. A* **2023**, *54*, 2849–2857. [[CrossRef](#)]

**Disclaimer/Publisher's Note:** The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.