



**RELACIÓN ENTRE MICROESTRUCTURA Y RESISTENCIA A CORROSIÓN DE LA
ALEACIÓN BIOCOMPATIBLE Ti6Al4V DEFORMADA EN CALIENTE**

LAURA CATALINA CÓRDOBA ROMÁN

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE MINAS
MAESTRÍA EN INGENIERÍA – MATERIALES Y PROCESOS
MEDELLÍN
2009



**RELACIÓN ENTRE MICROESTRUCTURA Y RESISTENCIA A CORROSIÓN DE LA
ALEACIÓN BIOCOMPATIBLE Ti6Al4V DEFORMADA EN CALIENTE**

Trabajo de grado presentado para aspirar por el título de
Magíster en Ingeniería - Materiales y Procesos

Por:

LAURA CATALINA CÓRDOBA ROMÁN

Director:

Ph.D. Alejandro Toro

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
FACULTAD DE MINAS
MAESTRÍA EN INGENIERÍA – MATERIALES Y PROCESOS
MEDELLÍN
2009

Dedicado a

Luis Tobón

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	10
2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	12
2.1 GENERALIDADES SOBRE EL Ti	12
2.1.1 Estructura cristalina del Ti cp.....	14
2.1.2 Diagramas de fase.....	15
2.1.3 Transformaciones de fase	18
2.2 ALEACIÓN Ti6Al4V.....	20
2.2.1 PROCESOS DE DEFORMACIÓN EN CALIENTE	22
2.2.1.1 Fallas durante procesos convencionales de deformación en caliente.....	23
2.2.1.2 Mapas de procesamiento.....	24
2.2.1.3 Superplasticidad.....	26
2.2.2 PROCESAMIENTO Y MICROESTRUCTURA	27
2.2.2.1 Microestructuras laminares	27
2.2.2.2 Microestructuras bimodales	28
2.2.3 RESISTENCIA A CORROSIÓN	29
3. OBJETIVOS.....	33
3.1 OBJETIVO GENERAL	33
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	33
4. MATERIALES Y MÉTODOS.....	34
4.1 MATERIAL ESTUDIADO	34
4.2 FORJADO EN CALIENTE CON VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA	34
4.3 TÉCNICAS EXPERIMENTALES.....	37
4.3.1 Microscopía Óptica de Luz Reflejada (MOLR) y Electrónica de Barrido (MEB)	37
4.3.2 Análisis Digital de Imágenes.....	37
4.3.3 Dilatometría	38
4.3.4 Difracción de Rayos-X (DRX)	39
4.3.5 Dureza y Microdureza.....	41
4.4 PRUEBAS DE CORROSIÓN ELECTROQUÍMICA.....	41
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	43
5.1 MICROESTRUCTURA Y CARACTERÍSTICAS DE LA ALEACIÓN Ti6Al4V ELI EN ESTADO DE ENTREGA	43

5.2 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE TEMPERATURA SOBRE LA MICROESTRUCTURA RESULTANTE DEL PROCESO DE DEFORMACIÓN.....	52
5.3 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A CORROSIÓN EN FUNCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA.....	67
6. SÍNTESIS DE RESULTADOS	79
7. CONCLUSIONES	81
8. RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS.....	82
9. REFERENCIAS	83

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Estructuras cristalinas presentes en el Ti: (a) fase α de baja temperatura y (b) fase β de alta temperatura indicando los valores de los parámetros de red y los índices de Miller de los planos de mayor densidad para cada estructura [2].

Figura 2.2 Microestructura (a) equiaxial, (b) martensítica y (c) *Widmanstätten* del Ti cp grado 3 [1].

Figura 2.3 Diagrama de fase representativo donde se observa el efecto de la adición de Al al Ti [2].

Figura 2.4 Diagramas representativos del titanio con la adición de (a) vanadio como elemento β -isomorfo y (b) cobre como elemento β -eutectoide [2].

Figura 2.5 Secciones isotérmicas a 800°C, 900°C y 1000°C del extremo rico en Ti del diagrama de fase ternario Ti-Al-V. El punto sólido indica la composición Ti6Al4V [2].

Figura 2.6 Representación esquemática de la relación cristalográfica entre β y las laminillas de α pertenecientes a una misma colonia [2].

Figura 2.7 Microestructura (a) *mill-annealed* y (b) duplex del Ti6Al4V [1].

Figura 2.8 Microestructura (a) martensítica y (b) *Widmanstätten* del Ti6Al4V [1].

Figura 2.9 Microestructura bimodal del Ti6Al4V [1].

Figura 2.10 Grieta a los límites de grano de una aleación Ti6Al4V trabajada en caliente con microestructura del tipo *Widmanstätten* [5].

Figura 2.11 Dependencia de la reducción de área con la temperatura en una prueba de tensión de muestras de Ti6Al4V con microestructura A: α equiaxial, B: α deformada, C: α' parcialmente globulizada, D: β recocida y α' enfriada al aire en una matriz interconectada de α [5].

Figura 2.12 Variación del esfuerzo de flujo con la temperatura a diferentes tasas de deformación para la aleación Ti6Al4V [6].

Figura 2.13 (a) Mapa de procesamiento construido para una aleación Ti6Al4V y (b) micrografía de una zona de deformación inestable [6].

Figura 2.14 Efecto de la temperatura y la fracción de volumen de α en la sensibilización de la tasa de deformación [6].

Figura 2.15 Etapas del procesamiento del material para la obtención de una microestructura laminar en aleaciones $\alpha+\beta$ [2].

Figura 2.16 Etapas del procesamiento del material para la obtención de una microestructura bimodal en aleaciones $\alpha+\beta$ [2].

Figura 2.17 Microestructura bimodal de la aleación Ti6Al4V enfriada a diferentes tasas desde el campo monofásico de β para (a) una tasa de enfriamiento baja y (b) una tasa de enfriamiento alta [2].

Figura 2.18 Curvas de polarización cíclica de Ti cp y Ti6Al4V en solución Ringer (pH = 8, T = 37±1 °C) aireada con electrodo de referencia de SCE antes y después de someterlas a un proceso de pasivación en HNO₃ [7].

Figura 2.19 Micrografías de (a) TEM mostrando la presencia de la fase α secundaria y (b) SEM indicando la presencia de picaduras en la fase α [8].

Figura 4.1. (a) Fotografía de la prensa universal, (b) detalle de los cabezales para posicionamiento de las matrices y (c) detalle del sistema de mando de la prensa.

Figura 4.2. (a) Sistema de sujeción de la matriz superior, (b) fotografía del montaje de las matrices en los cabezales de la prensa.

Figura 4.3. Geometría de las muestras de la aleación Ti6Al4V, (a) en estado no deformado y (b) sometidas al proceso de deformación.

Figura 4.4. Diagrama esquemático del dilatómetro marca DIL 402C [NETZSCH].

Figura 4.5. Fotografía de la cámara de temperatura Anton Paar HTK 16. (1) Filamento de calentamiento, (2) guías para el termopar, (3) módulo removible para fijación del filamento, (4) cable de alta corriente, (5) sistema de enfriamiento por agua y (6) termopar de contacto.

Figura 4.6. Fotografía del montaje de la celda para las pruebas de corrosión. (1) Electrodo de trabajo (muestra), (2) electrodo de referencia de Ag/AgCl, (3) contraelectrodo de platino, (4) entrada de nitrógeno gaseoso, (5) salida de oxígeno y (6) recipiente contenedor de la solución donde se encuentra inmersa la muestra.

Figura 5.1 Micrografías de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega obtenidas en (a) y (b) microscopio electrónico de barrido y en (c) microscopio óptico.

Figura 5.2 Difractograma de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

Figura 5.3 Curvas de dilatometría de la aleación Ti6Al4V donde se observa la temperatura de inicio y la temperatura de finalización (β_i) de la transformación $\alpha+\beta\rightarrow\beta$.

Figura 5.4 Difractogramas de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega de una sección longitudinal y una transversal de la barra mostrando la variación en intensidad de los picos pertenecientes a la fase α .

Figura 5.5 Difractogramas de alta temperatura de la aleación Ti6Al4V ELI donde se observa la evolución de la transformación $\alpha+\beta\rightarrow\beta$.

Figura 5.6 Difractograma calculado por refinamiento Rietveld de la fase ω de la aleación Ti6Al4V ELI donde se muestran los picos pertenecientes a la fase y la relación de intensidad entre ellos.

Figura 5.7 Micrografía óptica de la aleación Ti6Al4V ELI en (a) formato original y (b) después de la binarización por procesamiento digital de imágenes para la cuantificación de fases.

Figura 5.8 Sección isoterma a 900°C del extremo rico en Ti del sistema ternario Ti-Al-V indicando el cálculo del porcentaje α por el método de la palanca. El punto sólido corresponde a la composición Ti6Al4V [3].

Figura 5.9 Variación de la fracción volumétrica de la fase α en función de la temperatura en el intervalo de transformación entre 750°C y 950°C de la aleación Ti6Al4V ELI medida mediante difracción de rayos X.

Figura 5.10 Microestructura *Widmanstätten* la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 1000°C y enfriada al aire donde se aprecian (a) los antiguos contornos de los granos de β y (b) y la fase α formada en dichos contornos.

Figura 5.11 Micrografía de MEB donde se muestra el detalle de las laminillas de α al interior del grano en una matriz de β retenida.

Figura 5.12 Micrografía óptica de una región transversal cercana a la superficie de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 1000°C y enfriada al aire donde se observa una capa de α estabilizada con morfología equiaxial debido a la contaminación superficial con oxígeno.

Figura 5.13 Micrografías de MEB donde se observa la aparición de microgrietas (a) intergranulares y (b) transgranulares en la capa de α estabilizada por la contaminación con oxígeno.

Figura 5.14 Difractogramas de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 1000°C y enfriada al aire tomados de secciones longitudinales y una transversales mostrando la variación en intensidad de los picos de la fase α .

Figura 5.15 Micrográficas (a) ópticas y de (b) MEB de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 950°C y enfriada al aire. La microestructura consta de granos aislados de α en una matriz de α laminar y β retenida del tipo bimodal.

Figura 5.16 Micrografía MEB de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 950°C y enfriada al aire mostrando la relación de orientación entre diferentes colonias de α pertenecientes a un mismo grano.

Figura 5.17 Microanálisis químico puntual de las partículas encontradas en la matriz bifásica donde se muestran los resultados del análisis y el espectro EDS obtenido.

Figura 5.18 Difractogramas de secciones longitudinales y transversales de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 950°C y enfriada al aire.

Figura 5.19 Micrográficas (a) MO y (b) MEB mostrando la microestructura de la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 900°C y enfriada al aire. Consta de granos bifásicos de α laminar y β retenida en una matriz de α primaria.

Figura 5.20 Microanálisis químico puntual de las partículas encontradas en la región bifásica donde se muestran los resultados del análisis y el espectro EDS obtenido.

Figura 5.21 Difractogramas de secciones longitudinales y transversales de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 900°C y enfriada al aire.

Figura 5.22 Comparación entre el porcentaje de α total a temperatura ambiente medido por DRX y procesamiento digital de las imágenes tomadas por MEB.

Figura 5.23 Esquema de la variación de la sección transversal de las muestras deformadas para las temperaturas de trabajo seleccionadas. El círculo punteado indica la geometría del material antes de la deformación con un diámetro inicial de 14.2 mm.

Figura 5.24 Micrográficas ópticas de secciones transversales y longitudinales de muestras de la aleación Ti6Al4V ELI deformadas a 900°C, 950°C y 1000°C. Las imágenes de la derecha corresponden a las secciones longitudinales de las muestras donde se observa un alargamiento del grano en la dirección del eje de la barra el cual coincide con la dirección horizontal en las imágenes de 950°C y 1000°C y con la dirección vertical en la imagen de 900°C.

Figura 5.25 Micrografía óptica de la sección longitudinales de una muestras de la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 1000°C.

Figura 5.26 Curva de polarización cíclica en solución Ringer (0.85 gL⁻¹ NaCl + 0.04 gL⁻¹ KCl + 0.034 gL⁻¹ CaCl \cdot 2H₂O) desaireada a temperatura ambiente (25 \pm 1 °C) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega y condición microestructural del material (matriz de granos equiaxiales de α + partículas dispersas de β).

Figura 5.27 Curvas de polarización cíclica en solución Ringer (0.85 gL⁻¹ NaCl + 0.04 gL⁻¹ KCl + 0.034 gL⁻¹ CaCl \cdot 2H₂O) desaireada a temperatura ambiente (25 \pm 1 °C) de la aleación Ti6Al4V ELI deformada a (a) 900°C, (b) 950°C y (c) 1000°C enfriada al aire mostrando las características microestructurales obtenidas para cada condición.

Figura 5.28 Micrografía MEB de la superficie de una muestra deformada a 1000°C ensayada en corrosión mostrando el inicio del fenómeno de corrosión por picadura preferencialmente

sobre las regiones bifásicas ($\alpha+\beta$) de la microestructura correspondientes a las zonas claras en la imagen. Las zonas oscuras corresponden a los granos de α primaria.

Figura 5.29 Curva de polarización cíclica en solución Ringer ($0.85 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

Figura 5.30 Curvas de polarización cíclica en solución Ringer ($0.85 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado deformado.

Figura 5.31 Curva de polarización cíclica en solución Ringer modificada ($3.5 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

Figura 5.32 Curvas de polarización cíclica en solución Ringer modificada ($3.5 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado deformado.

Figura 5.33 Variación de la resistencia a la polarización R_p en función de la fracción volumétrica de la fase α de acuerdo a las condiciones de deformación evaluadas y el material en estado de entrega.

Figura 5.34 Micrografía MEB de una superficie sometida a corrosión donde se observa (a) la formación de una película anódica de solución depositada sobre la superficie de la aleación Ti6Al4V ELI y (b) el rasgamiento de la película en algunas regiones de la muestra.

LISTA DE TABLAS

- Tabla 2.1** Algunas propiedades físicas del Ti [1].
- Tabla 2.2.** Algunas características importantes del Ti comparado con otros materiales metálicos de uso estructural a base de Fe, Ni y Al [2].
- Tabla 2.3** Clasificación de los cuatro grados del Ti según la norma ASTM F67.
- Tabla 2.4** Composición química del Ti6Al4V de acuerdo al fabricante.
- Tabla 4.1.** Composición química nominal del Ti6Al4V ELI según norma ASTM F136.
- Tabla 4.2.** Planos de difracción de la fase α y la fase β presentes en la aleación Ti6Al4V ELI.
- Tabla 4.3.** Composición de la solución Ringer por cada 100 mL de agua.
- Tabla 5.1** Temperaturas de transformación para la aleación Ti6Al4V ELI medidas por dilatometría.
- Tabla 5.2** Resultados y esquema de la toma de durezas de muestras de la aleación Ti6Al4V ELI deformadas a 900°C, 950°C y 1000°C enfriadas al aire.
- Tabla 5.3** Resultados generales de las curvas de polarización cíclica en solución Ringer desaireada de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura ambiente (25±1°C) para el estado de entrega y las tres condiciones de deformación.
- Tabla 5.4** Resultados generales de las curvas de polarización cíclica en solución Ringer desaireada de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura corporal (37±1°C) para el estado de entrega y las tres condiciones de deformación.
- Tabla 5.5** Resultados generales de las curvas de polarización cíclica en solución Ringer modificada de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura corporal (37±1°C) para el estado de entrega y las tres condiciones de deformación.
- Tabla 6.1** Principales características de la aleación Ti6Al4V ELI es estado de entrega.
- Tabla 6.2** Microestructura y principales características obtenidas para la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 900°C, 950°C y 1000°C enfriada al aire.
- Tabla 6.3** Resultados de las pruebas de corrosión obtenidos para la aleación Ti6Al4V ELI indicando la condición de deformación que presentó mejores propiedades de resistencia a corrosión y su correlación con la microestructura.

Relación entre Microestructura y Resistencia a Corrosión de la Aleación Biocompatible Ti6Al4V ELI Deformada en Caliente

RESUMEN

Se estudió el efecto de la microestructura sobre la resistencia a corrosión de la aleación biocompatible Ti6Al4V ELI sometida a un proceso de deformación plástica a diferentes niveles de temperatura. Se deformaron muestras a 900, 950 y 1000°C con una velocidad de avance de la herramienta de 1.8 mm/s. Se emplearon las técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido para la caracterización microestructural, así como las técnicas de análisis digital de imágenes y difracción de rayos X para la cuantificación de las fases.

Se realizaron curvas de polarización cíclica en solución Ringer desaireada para la evaluación de la resistencia a corrosión con el fin de determinar si existía o no una dependencia de esta propiedad con la temperatura de deformación. Las superficies ensayadas fueron analizadas en microscopio electrónico para evaluar el deterioro de la superficie.

El material presentó mejores propiedades de formabilidad a 1000°C, temperatura perteneciente al campo monofásico (β) de la aleación. Para las temperaturas correspondientes al intervalo bifásico ($\alpha+\beta$) el material mostró una mayor resistencia a la deformación corroborando la dependencia del esfuerzo de flujo con la temperatura.

A partir de las curvas de polarización cíclica fue posible medir el potencial de corrosión (E_c) y la resistencia a la polarización (R_p) siendo este último el factor determinante de la resistencia a corrosión de la aleación Ti6Al4V ELI. Los valores encontrados para estas dos variables fueron correlacionados con las características microestructurales del material.

Palabras claves: Forja en caliente, microestructura, resistencia a corrosión, formabilidad.

Corrosion Resistance and Microstructure of Hot formed ELI grade Ti6Al4V Alloy and their Relationship

ABSTRACT

The effect of the microstructure on the corrosion resistance of the hot formed Ti6Al4V ELI alloy was studied. Samples were forged at 900, 950 and 1000°C with a constant tool speed of 1.8 mm/s. Optical and Scanning Electron Microscopy techniques were employed to determine the microstructure features. A quantitative analysis was made using digital image processing and X-ray diffraction techniques.

The corrosion resistance of the alloy was evaluated by mean of cyclic polarization tests on Ringer's solution to determine the possible effect of the forging temperature. Tested surfaces were analyzed by Scanning Electron Microscopy to evaluate the surface damage.

Material showed the better flow behavior at the highest tested temperature corresponding to the single phase field (β) at 1000°C. Temperatures tested in the dual phase field ($\alpha+\beta$) showed higher deformation resistance indicating the dependence of the flow stress on working temperature.

Potential corrosion (E_c) and polarization resistance (R_p) were measured from polarization curves being the latter one the major indicator who determined the corrosion resistance of Ti6Al4V ELI alloy.

Keywords: *Hot forging, microstructure, corrosion resistance, formability.*

1. INTRODUCCIÓN

El objeto de implantar un biomaterial es reemplazar y/o restaurar tejidos vivos y sus funciones, esto incluye desde reemplazar una parte del cuerpo que ha perdido su función debido a una enfermedad o un trauma, hasta asistir algún tipo de tratamiento para mejorar una función y corregir cualquier tipo de anomalía. Los avances en muchas áreas de la medicina han tenido una gran influencia en el uso de los biomateriales, por ejemplo, con la invención de los antibióticos las enfermedades infecciosas dejan de ser una amenaza como en tiempos anteriores y las enfermedades degenerativas pasan a un primer plano. Además de ello, los avances en las técnicas quirúrgicas han permitido que los materiales sean usados en muchas formas en las que antes no era posible.

El uso de biomateriales no se convirtió en una práctica hasta el surgimiento de las técnicas quirúrgicas asépticas desarrolladas por Lister en 1860. Anteriormente los procedimientos quirúrgicos que involucraban biomateriales o no, generalmente no tenían éxito obteniéndose como resultado una infección. Estos problemas infecciosos tendían a agravarse en la presencia de biomateriales. Las platinas de hueso fueron introducidas a principios del año 1900 para ayudar a la fijación de fracturas. Muchas de esas platinas se fracturaban como resultado de un diseño mecánico inapropiado. También se encontró que algunos materiales como los aceros al vanadio, los cuales eran seleccionados por sus buenas propiedades mecánicas, se corroían rápidamente en el cuerpo.

En la actualidad, la necesidad de producir materiales más confiables para su uso como biomaterial, especialmente por sus propiedades mecánicas, ha llevado a la utilización de metales y aleaciones con una excelente biocompatibilidad, estabilidad química y propiedades adecuadas para un buen desempeño a largo plazo. Dentro de estos materiales los más utilizados son los aceros inoxidable, las aleaciones de cobalto-cromo y algunas aleaciones de Ti, dentro de las que se destaca el Ti6Al4V.

La producción del Ti en su forma metálica no es muy frecuente. Siendo el noveno elemento más abundante en la corteza de la tierra, el Ti se presenta en concentraciones lo suficientemente altas como para permitir su extracción en compuestos como rutilo (TiO_2) e ilmenita ($\text{FeO}\cdot\text{TiO}_2$). Solo el 10% de la producción total se destina a la obtención de Ti en forma metálica. De este 10%, el 50% es utilizado para la fabricación de la aleación Ti6Al4V.

En la década de los años cincuenta, los EUA impulsaron estudios relacionados con el Ti y sus aleaciones, ya que, por su buena combinación de propiedades como baja densidad, alta resistencia mecánica, y buen desempeño a altas temperaturas, el Ti y sus aleaciones constituyen materiales muy útiles en diversas aplicaciones. El Ti es utilizado principalmente en la industria química, en la industria aeroespacial y en aplicaciones biocompatibles.

El Ti es forjado en una gran variedad de formas y tipos de forja para sus diversas aplicaciones. Dentro de una clasificación inicial, las aleaciones de Ti se encuentran dentro de las aleaciones metálicas más difíciles de forjar. Por esta razón, los criterios de diseño para su procesamiento son mucho más sofisticados y rigurosos que para otras aleaciones.

Adicionalmente, la experiencia muestra que los parámetros utilizados para conformar aleaciones de Ti tienen un gran impacto en la microestructura final y por consiguiente en las propiedades finales. Por lo tanto, los procesos de forja son utilizados en combinación con tratamientos térmicos para generar y/o adaptar una microestructura adecuada para la obtención de las propiedades mecánicas deseadas por medio de procesos termomecánicos. Para una determinada aleación, los parámetros de conformación pueden variar en un amplio intervalo lo cual depende fundamentalmente de la composición química de la aleación.

La importancia industrial de las aleaciones de Ti apenas está tomando fuerza en nuestro medio, en particular la ya mencionada Ti6Al4V. En comparación con el acero inoxidable biocompatible industrialmente producido, esta aleación presenta una mejora considerable en propiedades como resistencia a elevadas temperaturas, baja densidad, buena conformabilidad y una combinación de propiedades físico-químicas como resistencia a corrosión y estabilidad metalúrgica, siendo estas las razones por las cuales ha surgido un interés particular por parte de algunas empresas locales de producir implantes fabricados en este material.

En general, el conocimiento sobre el procesamiento de esta aleación es limitado a nivel de las industrias locales. Por lo tanto, un estudio sobre esto constituye una oportunidad de adquirir conocimiento y desarrollo tecnológico, lo que permitiría avanzar en el mejoramiento de los procesos y productos nacionales y en un natural aumento de competitividad. En este sentido, este trabajo pretende hacer un aporte específico relacionado con la posibilidad de producir piezas para implantes ortopédicos como producto nacional. Teniendo en cuenta que la industria nacional ya ha venido trabajando con acero inoxidable biocompatible y que éste es el material de mayor consumo para la producción de prótesis, se pretende entonces innovar en el mercado con el uso de la aleación Ti6Al4V.

Teniendo en cuenta lo anterior, este trabajo se realizó con el fin de evaluar la variabilidad en propiedades como microestructura, resistencia a corrosión y dureza de la aleación Ti6Al4V ELI sometida a un proceso de deformación plástica en caliente teniendo como variable principal la temperatura, con el propósito de determinar las condiciones óptimas de procesamiento de la aleación para la obtención de implantes con propiedades adecuadas para la aplicación.

Para el presente estudio las temperaturas de trabajo fueron seleccionadas a partir de recomendaciones bibliográficas basadas en estudios que ya han sido realizados previamente sobre la respuesta plástica de la aleación Ti6Al4V sometida a procesos de deformación en caliente.

Las pruebas fueron realizadas a las tasas de deformación adecuadas para evitar la aparición del fenómeno de deformación localizada lo cual es indeseable en una pieza que se pretende usar como producto final, además de ser las velocidades empleadas para la fabricación de piezas o partes obtenidas mediante procesos de forja convencionales.

2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 GENERALIDADES SOBRE EL TI

Al igual que el hierro y el níquel, el Ti es un elemento de transición cuya estructura electrónica le permite formar soluciones sólidas con diversos elementos sustitucionales [1]. Clasificado como un metal ligero con la mitad de la densidad del acero, presenta una excelente relación entre resistencia mecánica/densidad. Algunas de las características básicas del Ti son resumidas en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Algunas propiedades físicas del Ti [1].

Punto de fusión	1670 ± 5°C
Punto de ebullición	3260°C
Estructura cristalina	α (HCP) para T<882°C β (BCC) para T>882°C
Parámetros de red cristalina	α: a=0.295 nm; c=0.468 nm β: a=0.332 nm (a 900°C)
Densidad	Fase α (20°C): 4.51 g/cm ³ Fase β (885°C): 4.35 g/cm ³
Capacidad calorífica	523 J/Kg·°C
Conductividad térmica	17 W/m·°C
Coefficiente de expansión térmica (a 20°C)	8.41 x 10 ⁻⁶ /°C
Conductividad eléctrica (relativa al cobre)	0.031
Resistividad eléctrica	0.0026 Ω·m
Susceptibilidad magnética (K)	1.25 x 10 ⁻⁶
Módulo de Elasticidad E (T. ambiente)	115 GPa
Límite elástico	1000 MPa

Aunque el Ti presenta la mejor relación entre resistencia y densidad, es un material que se elige solo para ciertas aplicaciones debido a su alto costo el cual se debe principalmente a su alta reactividad con el oxígeno y otros elementos como el nitrógeno, el hidrógeno y el carbono. Se requiere el uso de atmósferas inertes o de vacío durante su proceso de producción al igual que durante su proceso de fusión. Por otra parte, esta alta reactividad le brinda una excelente resistencia a la corrosión debido a la formación de una delgada película adherente de gran estabilidad química en la superficie del metal cuando este entra en contacto con el aire. Adicionalmente, el Ti presenta una excelente biocompatibilidad¹ lo que lo convierte en un material idóneo para la fabricación de prótesis articulares y otras aplicaciones en el área de la medicina.

¹ Biocompatibilidad se define como la aceptación por parte de los tejidos del organismo de un injerto artificial sin que se genere ninguna clase de alergia o reacción inmunitaria [2].

El alto punto de fusión del Ti comparado con el del Al, le brinda una gran ventaja para aplicaciones que implican el uso de componentes estructurales de bajo peso que trabajan a elevadas temperaturas (alrededor de los 150°C). Aunque su alta reactividad con el oxígeno lo limita a trabajar hasta temperaturas alrededor de los 600°C. Por encima de esta temperatura la difusión del oxígeno a través de la película de óxido se precipita ocasionando un crecimiento excesivo de la misma y generando la formación de una capa frágil enriquecida en oxígeno en la superficie del Ti [2].

Tabla 2.2. Algunas características importantes del Ti comparado con otros materiales metálicos de uso estructural a base de Fe, Ni y Al [2].

	Ti	Fe	Ni	Al
Temperatura de fusión (°C)	1670	1538	1455	660
Transformación alotrópica (°C)	882 ($\beta \rightarrow \alpha$)	912 ($\gamma \rightarrow \alpha$)	-	-
Estructura cristalina	BCC \rightarrow HCP	FCC \rightarrow BCC	FCC	FCC
Módulo de elasticidad, E (GPa)	115	215	200	72
Esfuerzo de flujo (MPa)	1000	1000	1000	500
Densidad (g/cm ³)	4.5	7.9	8.9	2.7
R. corrosión (comparativa)	Muy alta	Baja	Media	Alta
Reactividad con O ₂ (comparativa)	Muy alta	Baja	Baja	Alta
Costo del metal (comparativo)	Muy alta	Baja	Alta	Media

La obtención del Ti como metal puro se dificulta debido a su alta reactividad, por esta razón el Ti ha sido catalogado a nivel industrial como Ti comercialmente puro (cp) y al mismo tiempo clasificado en cuatro grados diferentes dependiendo de la cantidad de impurezas presentes en su composición. Según la *American Society for Testing and Materials* (ASTM), la composición de los cuatro grados del Ti cp corresponde a la que se muestra en la tabla 2.3.

Tabla 2.3 Clasificación de los cuatro grados del Ti según la norma ASTM F67.

	Composición (wt %)					
	N	C	O	Fe	H	Ti
Grado 1	0.03	0.10	0.18	0.20	0.0125	Bal.
Grado 2	0.03	0.10	0.25	0.30	0.0125	Bal.
Grado 3	0.05	0.10	0.35	0.30	0.0125	Bal.
Grado 4	0.05	0.10	0.40	0.50	0.0125	Bal.

El Ti cp grado 1 tiene la más baja resistencia debido a su bajo contenido en hierro y oxígeno, estos dos elementos mejoran significativamente la resistencia al impacto. El oxígeno actúa como un elemento intersticial manteniendo la microestructura hexagonal compacta del Ti α . El hierro actúa como un refinador de grano de la segunda fase β , generando una pequeña mejora en la resistencia. El Ti cp posee la más alta ductilidad lo que le brinda una excelente formabilidad en frío.

El Ti cp grado 2 posee una buena combinación entre resistencia y ductilidad, razón por la cual es el más frecuentemente seleccionado para aplicaciones industriales. Su nivel de resistencia es bastante similar a los aceros inoxidable más comerciales y su buena ductilidad le confiere buena formabilidad en frío.

El Ti cp grado 3 posee una resistencia ligeramente mayor a los dos grados anteriores debido al mayor contenido de elementos residuales, principalmente oxígeno y nitrógeno, y una ductilidad ligeramente más baja.

El Ti grado 4 tienen la más alta resistencia de los grados comerciales del Ti. De allí que sea utilizado principalmente para la industria Aeroespacial.

2.1.1 Estructura cristalina del Ti cp

El Ti puro presenta dimorfismo² exhibiendo una transformación alotrópica alrededor de 882°C [2], cambiando de la fase α con estructura hexagonal compacta (HCP), la fase de baja temperatura, a la fase β con estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC), la fase de alta temperatura. El valor exacto de la temperatura de transformación se ve fuertemente influenciado por el contenido de elementos intersticiales y sustitucionales.

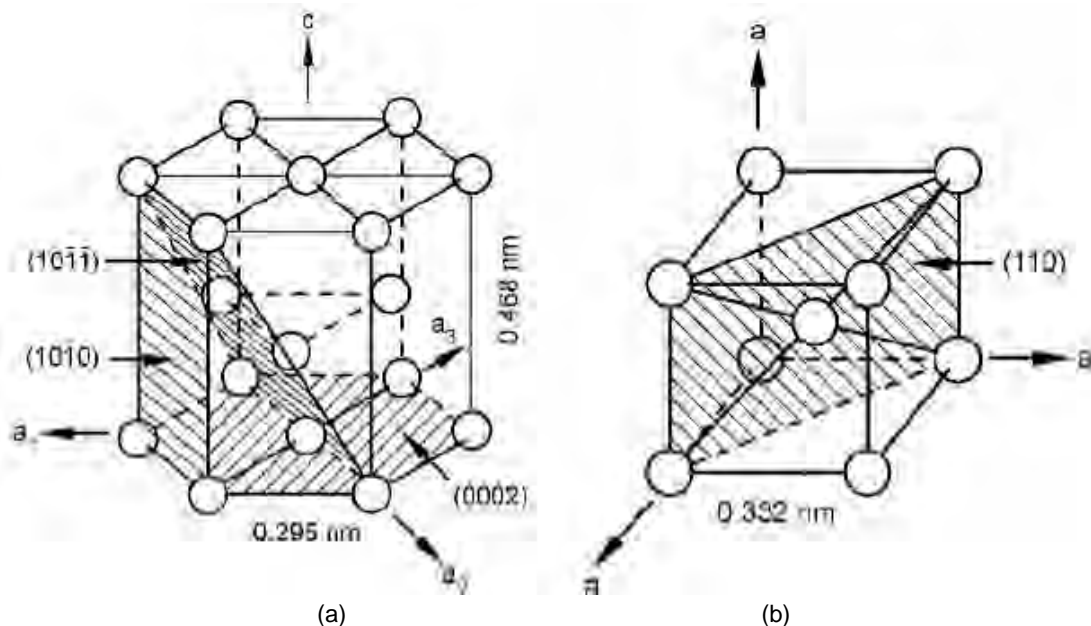


Figura 2.1 Estructuras cristalinas presentes en el Ti: (a) fase α de baja temperatura y (b) fase β de alta temperatura indicando los valores de los parámetros de red y los índices de Miller de los planos de mayor densidad para cada estructura [2].

Al igual que todas las aleaciones monofásicas, la microestructura del Ti puede ser modificada por factores como procesos de trabajado en frío o tratamientos térmicos. Si el material es trabajado a temperaturas superiores a la temperatura de transformación de $\alpha \rightarrow \beta$ (β -transus) y enfriado desde este campo a una determinada velocidad, es posible obtener tres tipos de microestructuras diferentes.

² El dimorfismo es la propiedad de un material de poseer dos sistemas cristalinos, si el cambio en estructura es reversible, entonces el cambio polimórfico se conoce como alotropía.

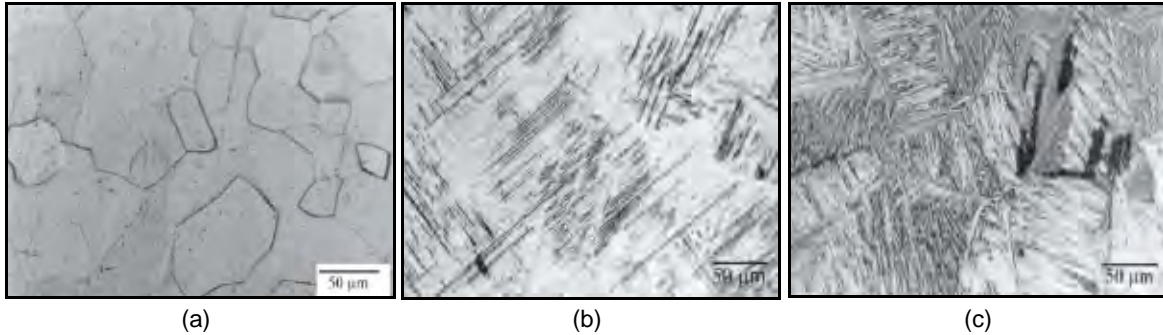


Figura 2.2 Microestructura (a) equiaxial, (b) martensítica y (c) *Widmanstätten* del Ti cp grado 3 [1].

Una microestructura equiaxial como la que se muestra en la figura 2.2a se obtiene a partir de un recocido a temperaturas inferiores a la temperatura β -*transus* posterior a un proceso de trabajado en frío. El crecimiento de grano es inhibido por el efecto de anclaje de las impurezas a los límites de grano y por las bajas temperaturas de trabajo, apreciándose también la presencia de maclas. En contraste, una microestructura martensítica producto de una transformación masiva y con estructura hexagonal, se forma a partir de un rápido enfriamiento desde temperaturas superiores a la β -*transus*, manteniendo la morfología y el tamaño de grano inicial de la fase β en el campo monofásico. Esta fase es denominada α' y se ilustra en la figura 2.2b.

La microestructura que se observa en la figura 2.2c corresponde a la fase α con morfología del tipo *Widmanstätten*, la cual se obtiene como resultado de un enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la β -*transus*.

2.1.2 Diagramas de fase

La transformación alotrópica del Ti le brinda la posibilidad de formar aleaciones con microestructuras del tipo α , tipo β y del tipo $\alpha+\beta$, dependiendo de los aleantes estabilizadores de una fase o la otra, siendo las tres anteriormente mencionadas las posibles clasificaciones para las aleaciones de Ti.

Los elementos aleantes adicionados al Ti usualmente se dividen en dos grupos: estabilizadores de α y estabilizadores de β , dependiendo de si incrementan o disminuyen la temperatura de transformación α/β del Ti cp alrededor de 882°C.

El Al como elemento sustitucional al igual que el O, el N y el C como elementos intersticiales, son los principales estabilizadores de α incrementando el valor de la temperatura β -*transus* con un aumento en el contenido de soluto. Entre los elementos intersticiales el O puede considerarse como un elemento aleante ya que controlando su contenido se puede obtener un nivel de resistencia deseado.

El Al es el elemento más ampliamente usado en las aleaciones de Ti debido a que posee una amplia solubilidad tanto en la fase α como en la fase β . Otros elementos estabilizadores de α

son el Sn, Ga, B y el Zr los cuales se disuelven en la matriz del Ti para formar soluciones sólidas, aunque sus solubilidades son mucho menores comparadas con las del Al y el O y normalmente no son considerados como elementos aleantes.

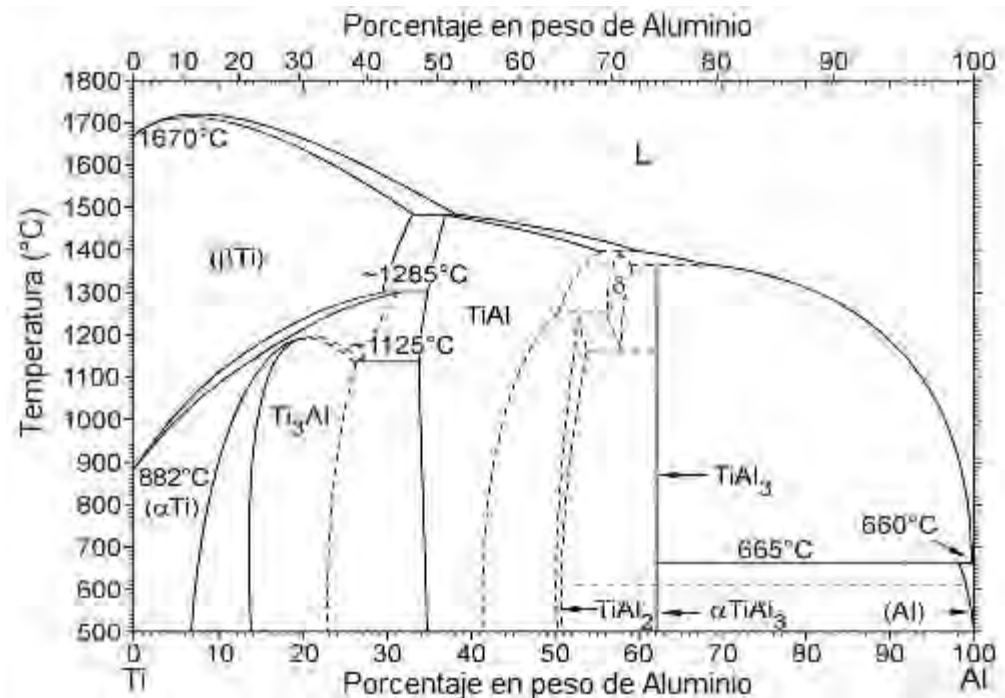


Figura 2.3 Diagrama de fase representativo donde se observa el efecto de la adición de Al al Ti [2].

En la figura 2.3 se muestra el diagrama binario del Ti con Al como elemento aleante, allí se observa que el efecto de su adición es generar un incremento en el campo de temperatura en el cual la fase α es estable.

Los elementos estabilizadores de β se clasifican en isomorfos³ y elementos que formen sistemas eutéctoides⁴ con el Ti. Los elementos isomorfos tienen una limitada solubilidad en α y son completamente solubles en β , como el vanadio y el niobio. En contraste, los elementos eutéctoides tienen solubilidad limitada en el Ti- β y forman compuestos intermetálicos⁵ por descomposición eutéctica de la fase β . Algunos de estos elementos son el Fe, el Mn, el Cu y el Si. En la figura 2.7 se muestran dos diagramas representativos donde se observa el efecto de la adición de elementos β -isomorfos y β -eutectoides al Ti respectivamente.

³ El término Isomorfo se aplica a los cuerpos de diferente composición química que cristalizan en el mismo sistema, por consiguiente pueden cristalizar asociados.

⁴ La transformación en estado sólido denominada eutéctica, en un sistema binario, se caracteriza por la precipitación simultánea de dos fases estructural y químicamente distintas a partir de otra fase sólida.

⁵ Se llama compuesto intermetálico a todo sistema aleado que se representa como una fase homogénea en la que la proporción de los componentes es casi o rigurosamente estequiométrica.

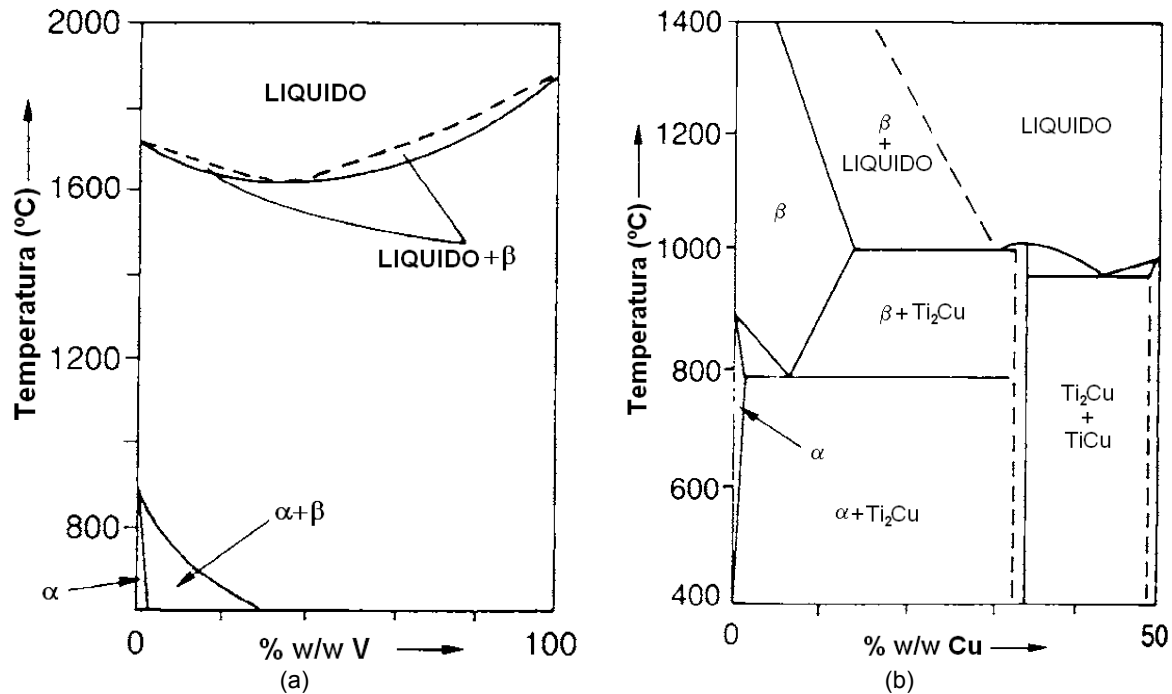


Figura 2.4 Diagramas representativos del titanio con la adición de (a) vanadio como elemento β -isomorfo y (b) cobre como elemento β -eutectoide [3].

Los elementos β -isomorfos más frecuentemente usados en las aleaciones de titanio son el V, el Mo y el Nb. Si se agregan suficientes concentraciones de estos elementos es posible estabilizar la fase β a temperatura ambiente.

Como elementos β -eutectoides están el Cr, el Fe y el Si, los cuales son usados en la mayoría de las aleaciones de Ti. El H también forma parte de los elementos β -eutectoides, además de generar un valor bajo de la temperatura eutectoide (300°C), su alta difusividad lo hace un elemento ideal para propósitos especiales como procesos de refinamiento microestructural. Como el proceso de hidrogenación/deshidrogenación (HDH), en el cual se usa el H como un elemento aleante temporario. En el Ti cp su contenido debe ser controlado entre 125 y 150 ppm debido a su efecto fragilizador [4].

Los diagramas de fase binarios son herramientas bastante útiles que sirven como una guía cualitativa, pero, es de importancia mencionar que la mayoría de las aleaciones de Ti comerciales son aleaciones multicomponentes. Necesariamente, los diagramas ternarios o cuaternarios deben ser usados.

Un ejemplo de ello se ilustra en la figura 2.5 la cual muestra secciones isotérmicas del sistema ternario Ti-Al-V del extremo rico en Ti a 800°C, 900°C y 1000°C.

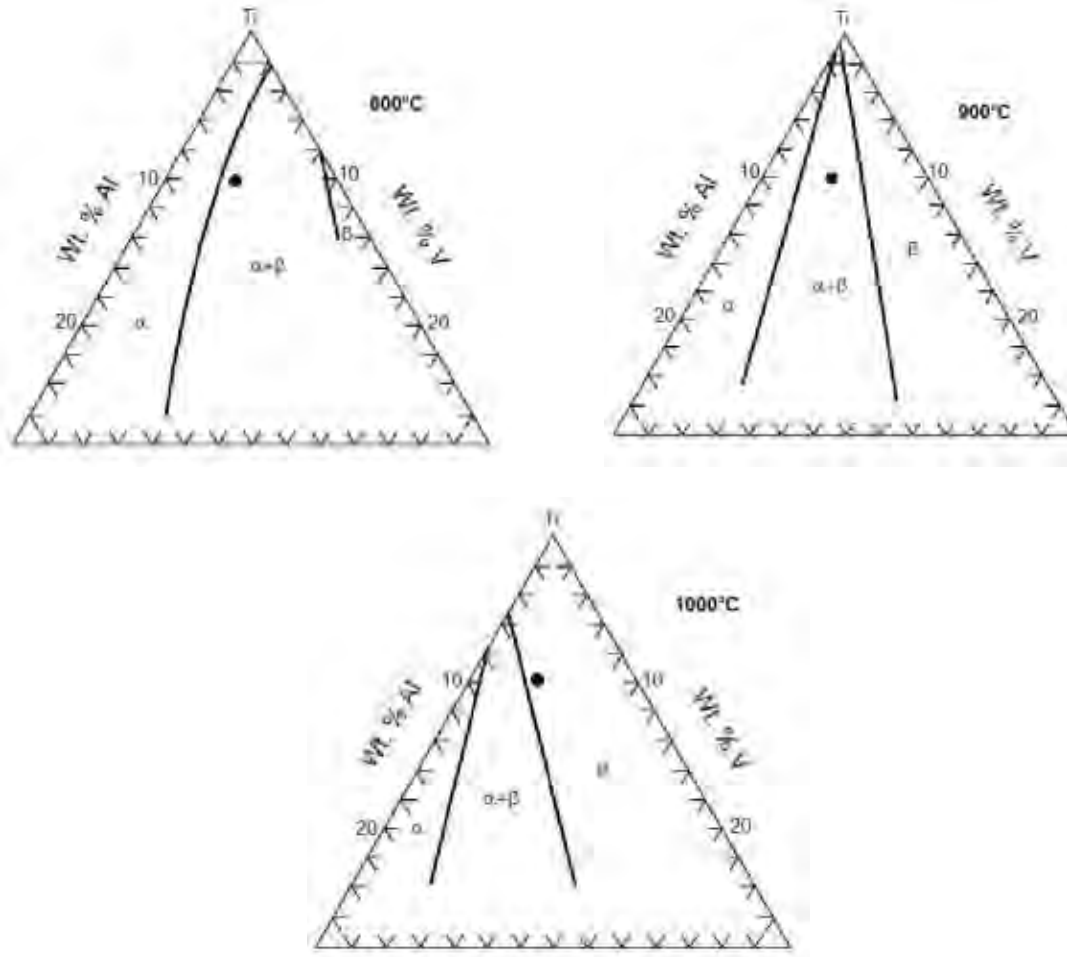


Figura 2.5 Secciones isotérmicas a 800°C, 900°C y 1000°C del extremo rico en Ti del diagrama de fase ternario Ti-Al-V. El punto sólido indica la composición Ti6Al4V [2].

2.1.3 Transformaciones de fase

La transformación de la fase β de alta temperatura a la fase α de baja temperatura en el Ti cp puede ocurrir de dos formas diferentes, por un proceso de difusión controlada donde se dan los fenómenos de nucleación y crecimiento lo cual depende de la tasa de enfriamiento y de la composición del material, o por transformación martensítica. Burgers, quien ha estudiado las relaciones de orientación cristalográfica entre α y β determino las siguientes relaciones:

$$\begin{aligned} &(110)_{\beta} // (0002)_{\alpha} \\ &[111] // [\bar{1}120] \end{aligned}$$

Relación que inicialmente fue estudiada para el zirconio pero que después fue confirmada para el titanio. Según esta relación de Burgers, la estructura BCC puede transformar a 12 variantes hexagonales las cuales tiene diferentes orientaciones respecto al cristal madre de β .

Esta relación se cumple igualmente para transformaciones difusionales de transformación y crecimiento al igual que para transformaciones de masivas como la transformación martensítica.

La transformación martensítica involucra el movimiento cooperativo de átomos por un proceso de cizalladura que resulta en una transformación microscópicamente homogénea de la estructura BCC a la estructura HCP para una región dada del volumen. El proceso de transformación masiva puede ser reducido a los siguientes sistemas de deslizamiento: $[111]_{\beta}$ $(112)_{\alpha}$ y $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_{\beta}$ $(101)_{\alpha}$. Esta martensita con simetría hexagonal es designada como α' y es encontrada en dos morfologías, martensita masiva y martensita acicular [2].

Durante un enfriamiento continuo desde el campo monofásico de la aleación y hasta el campo bifásico $\alpha+\beta$, la fase α nuclea preferencialmente en los límites de grano de β generando una película más o menos continua y distribuida en los límites de grano. Posteriormente, laminillas de α comienzan a nuclear también en la interfase entre la α ya existente y los límites de grano de β creciendo hacia el interior del grano con morfología de láminas paralelas. Cada paquete de laminillas con la misma orientación corresponde a la misma variante de Burgers y se denomina colonia de α . Este proceso de nucleación y crecimiento da lugar a la microestructura tipo *Widmanstätten* mostrada en la figura 2.2c, donde las laminillas pertenecientes a una colonia se encuentran separadas por una matriz de β retenida.

En la figura 2.6 se muestra un esquema de la orientación cristalográfica entre las laminillas de α y β dentro de una misma colonia. Al puede verse que la relación de Burgers anteriormente mencionada se cumple estrictamente y que la superficie plana de las laminillas de α es paralela al plano (1100) de la fase α y paralela al plano (112) de la fase β . Este proceso de nucleación y crecimiento de la fase α a partir de los granos de β no se da de una forma homogénea en toda la matriz de β .

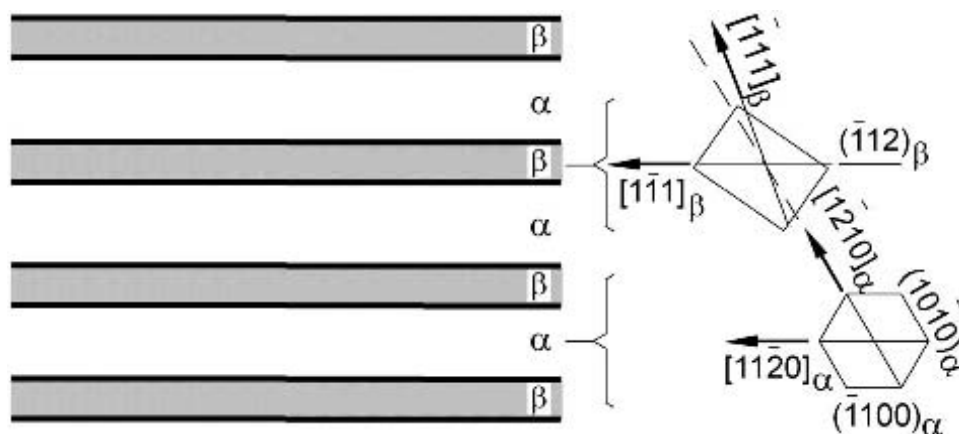


Figura 2.6 Representación esquemática de la relación cristalográfica entre β y las laminillas de α pertenecientes a una misma colonia [2].

2.2 ALEACIÓN Ti6Al4V

El Ti6Al4V es el material de mayor producción dentro de las aleaciones de Ti abarcando el 50% del mercado total del Ti. Su composición o formulación puede variar dependiendo del fabricante, tal y como se observa en la tabla 2.4.

Tabla 2.4 Composición química del Ti6Al4V de acuerdo al fabricante.

	Composición (wt %)							
	Al	V	Fe	C	O	N	H	Ti
UNE-7301	5.5-6.5	3.5-4.5	0.25	0.08	0.13	0.05	0.012	Bal.
ISO 5832-3	5.5-6.75	3.5-4.5	0.30	0.08	0.20	0.05	0.015	Bal.
ASTM F136	5.5-6.5	3.5-4.5	0.25	0.08	0.13	0.05	0.012	Bal.

El Ti6Al4V como aleación $\alpha+\beta$ puede presentar diferentes composiciones de la fase α y la fase β dependiendo de la cantidad de elementos intersticiales que contenga y del tipo de tratamiento térmico al que haya sido sometido. Según lo anterior y al igual que el titanio cp, la aleación Ti6Al4V puede presentar diferentes tipos de microestructuras las cuales pueden ser clasificadas en diferentes categorías dependiendo de sus propiedades y morfología. Dentro de estas microestructuras se destacan la laminar, la equiaxial, y la martensítica.

Después de trabajar el material mecánicamente en un intervalo de temperaturas correspondiente al campo $\alpha+\beta$, es posible obtener una microestructura equiaxial tras un tratamiento térmico de recocido posterior a la deformación. Si el recocido se realiza a una temperatura menor que la temperatura de inicio de la martensita, la microestructura final estará formada por granos equiaxiales de α y de β , como se muestra en la figura 2.7a. Esta microestructura se denomina *mill-annealed* y tiene una gran dependencia con la cantidad de trabajo mecánico realizado inicialmente sobre el material. Esta microestructura presenta una buena combinación de tenacidad, ductilidad y resistencia a la fatiga, razón por la cual es la más frecuentemente usada en la aleación Ti6Al4V.



Figura 2.7 Microestructura (a) *mill-annealed* y (b) duplex del Ti6Al4V [1].

Al enfriar el material desde la temperatura de recocido donde la microestructura consta de una combinación entre la fase α primaria y la fase β , se obtiene una estructura que será dependiente de la velocidad de enfriamiento desde dicha temperatura. Durante este enfriamiento la fase α primaria no transforma, manteniendo entonces su morfología original, mientras que la fase β sí transforma. Si la temperatura de recocido es lo suficientemente alta, la fase β puede transformarse a α secundaria con estructura laminar, obteniéndose finalmente una estructura formada por regiones con láminas muy finas acompañadas por granos de α . Estas regiones laminares de α secundaria son también denominadas β transformada, y se clasifica como la microestructura dúplex del Ti6Al4V (ver figura 2.7b).

La microestructura martensítica se produce por un temple o enfriamiento rápido desde temperaturas superiores a la β -transus, ocurriendo una transformación masiva o martensítica que genera la fase α' . Esta estructura tiene una morfología acicular como la que se muestra en la figura 2.8a.

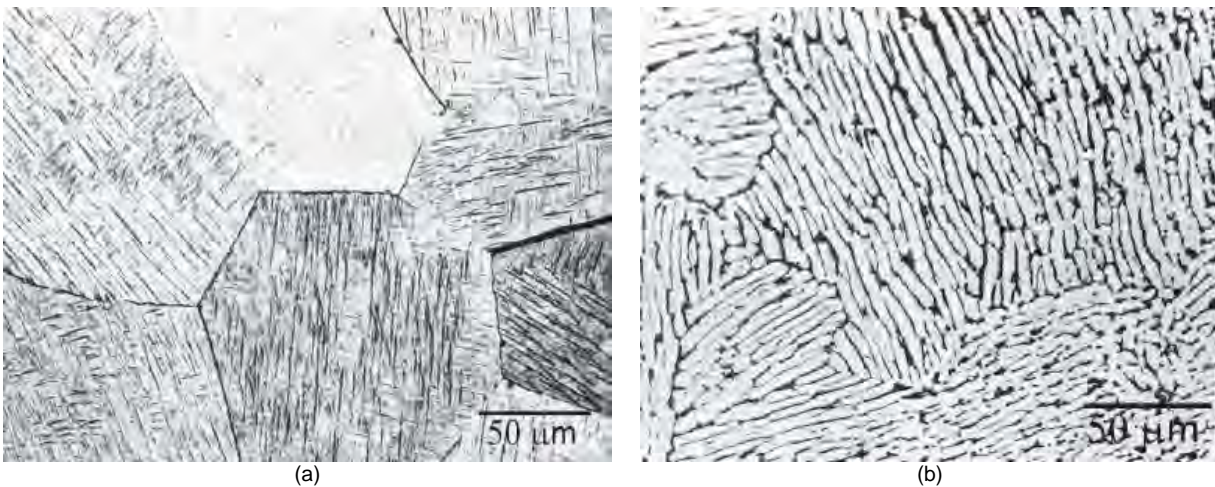


Figura 2.8 Microestructura (a) martensítica y (b) Widmanstätten del Ti6Al4V [1].

Otra de las posibles microestructuras de la aleación Ti6Al4V es la estructura Widmanstätten. Esta se obtiene a partir de un enfriamiento lento desde temperaturas superiores a la temperatura β -transus y su morfología es como se observa en la figura 2.8b. Su formación se debe a que durante el proceso de enfriamiento se genera una difusión controlada entre las fases α y β con la disminución de la temperatura a intervalos por debajo de la temperatura β -transus, de esta forma la fase α nuclea a los límites de grano de β y crece en forma de láminas. Esta estructura es una combinación de placas gruesas de α y placas delgadas de β que se unen formando paquetes o colonias. Se caracteriza por tener una mayor tenacidad a la fractura y resistencia a corrosión inducida por tensión.

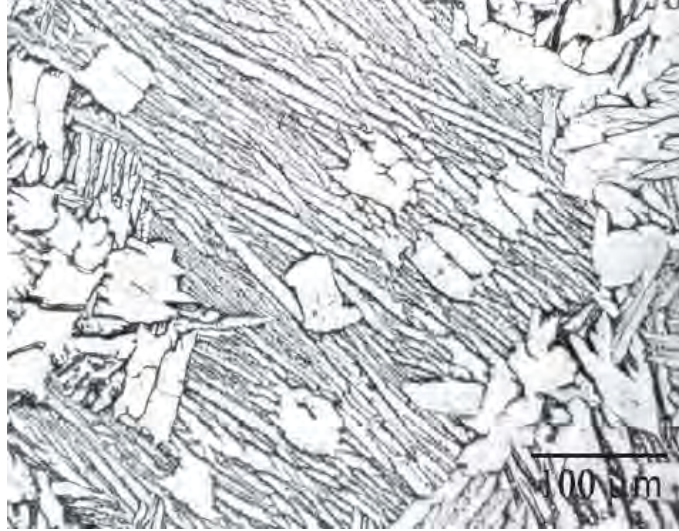


Figura 2.9 Microestructura bimodal del Ti6Al4V [1].

Finalmente, está la microestructura bimodal del Ti6Al4V. Las microestructuras bimodales consisten en granos aislados de α en una matriz de β transformada o α secundaria. Se obtienen como producto de un tratamiento de recocido alrededor de 950°C , seguido de un enfriamiento en agua y un envejecimiento alrededor de 600°C . Aunque, si se lleva a una temperatura de envejecimiento de 650°C , se puede producir la descomposición de los precipitados de la fase β en granos de α . Con este tratamiento se consigue un tamaño de grano aproximado entre 15 y 20 μm de la fase α .

2.2.1 PROCESOS DE DEFORMACIÓN EN CALIENTE

Al igual que los aceros, las aleaciones de titanio parten de un proceso de fundición a partir del cual se obtienen los lingotes o las barras que posteriormente serán trabajadas en caliente para darles la forma y el acabado final. Para las aleaciones de titanio, las temperaturas de trabajo en caliente se seleccionan de acuerdo a las temperaturas asociadas a transformaciones de fase, en este caso la temperatura de transición de la fase β a la microestructura combinada $\alpha+\beta$ para la aleación Ti6Al4V. El principal propósito de los procesos termomecánicos (TMP) es desarrollar una microestructura y unas propiedades homogéneas que sean adecuadas para un proceso de preparación final o subsiguiente. Sin embargo, el grado de control microestructural durante procesos convencionales de deformación en las aleaciones de titanio es bastante amplio debido a la dependencia del esfuerzo de fluencia con la temperatura, además de las características complejas de la estructura hexagonal compacta de la fase α . Por esta razón, se hace necesario tener un control y una selección rigurosa de la temperatura y la tasa de deformación con el fin de disminuir el estado de esfuerzos de acuerdo a obtener el material con las propiedades deseadas.

2.2.1.1 Fallas durante procesos convencionales de deformación en caliente

Generalmente las aleaciones $\alpha+\beta$ exhiben un buen comportamiento y no presentan falla durante procesos de deformación convencionales cuando son trabajadas en el campo monofásico de β . Normalmente solo surgen problemas por la aparición de microgrietas superficiales asociadas a la formación de una película superficial frágil enriquecida en oxígeno debido a la contaminación del material a las altas temperaturas de conformación. Sin embargo, estas microgrietas superficiales pueden ser removidas por procesos de maquinado.

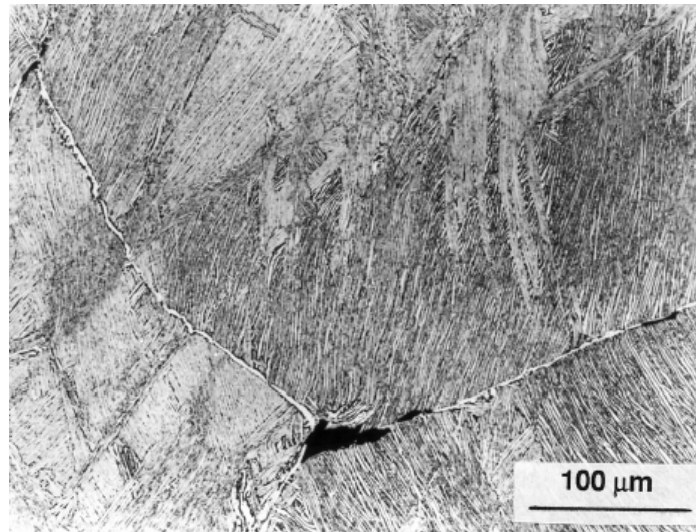


Figura 2.10 Grieta a los límites de grano de una aleación Ti6Al4V trabajada en caliente con microestructura del tipo Widmanstätten [5].

Durante el procesamiento, la principal falla que se presenta es la aparición de cavidades en los límites de grano, como se muestra en la figura 2.10. Este tipo de fallas corresponden a grietas de borde o cavidades que generalmente se inician como microgrietas a los límites de grano de puntos triples de la fase β .

En las aleaciones $\alpha+\beta$, tanto para microestructuras equiaxiales como laminares del tipo Widmanstätten, estos defectos se generan por deformaciones no homogéneas que conllevan a una alta concentración de esfuerzos en las intercaras de los granos [5]. A tasas de deformación altas, estos esfuerzos no pueden ser aliviados por fenómenos de difusión o flujo plástico, mientras que a tasas de deformación bajas estos fenómenos tienen lugar ayudando a liberar la concentración de esfuerzos y reacomodando la deformación generada.

Algunas investigaciones [5] han mostrado que además de los parámetros de conformación como temperatura y velocidad de deformación, las condiciones microestructurales también influyen significativamente en la respuesta plástica del material. Condiciones como equiaxialidad de los granos de α primaria, el grado de globulización y la distribución de la fase secundaria, o la morfología de la fase β , generan una dependencia del esfuerzo de flujo con la temperatura. En la figura 2.11, se muestra la dependencia del porcentaje de reducción de área

con la temperatura en una prueba de tensión realizada a cuatro muestras con características microestructurales diferentes.

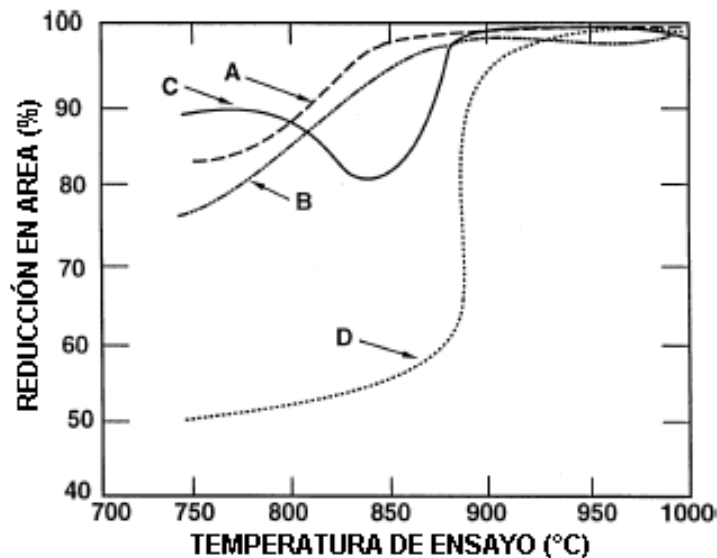


Figura 2.11 Dependencia de la reducción de área con la temperatura en una prueba de tensión de muestras de Ti6Al4V con microestructura A: α equiaxial, B: α deformada, C: α' parcialmente globulizada, D: β recocida y α' enfriada al aire en una matriz interconectada de α [5].

Todas las condiciones microestructurales, a excepción de la “D” muestran una alta ductilidad con un porcentaje de reducción de área entre 75 y 100% en todo el intervalo de temperaturas. En contraste, la microestructura “D” tiene una excelente ductilidad a temperaturas superiores a 900°C, pero existe una caída en el porcentaje de reducción de área a valores de alrededor del 50% a temperaturas por debajo de 900°C. Esto se debe al efecto fragilizador de la fase α rodeando los límites de grano la cual genera fallas intergranulares.

2.2.1.2 Mapas de procesamiento

Diversos autores como Park et al. [6] han realizado investigaciones para el desarrollo de mapas de procesamiento a partir de los cuales es posible establecer correlaciones entre la temperatura de trabajo y la velocidad de deformación. Esto con el fin de hacer una aproximación fenomenológica en la determinación de las características de conformabilidad de las aleaciones de titanio.

Park y sus co-investigadores, evaluaron la conformabilidad en caliente de la aleación Ti6Al4V y la evolución de la microestructura mediante pruebas de compresión realizadas en el campo de temperatura de 850 a 1000°C a intervalos de 25°C y a tasas de deformación dentro del intervalo 10^{-3} a 10 s⁻¹.

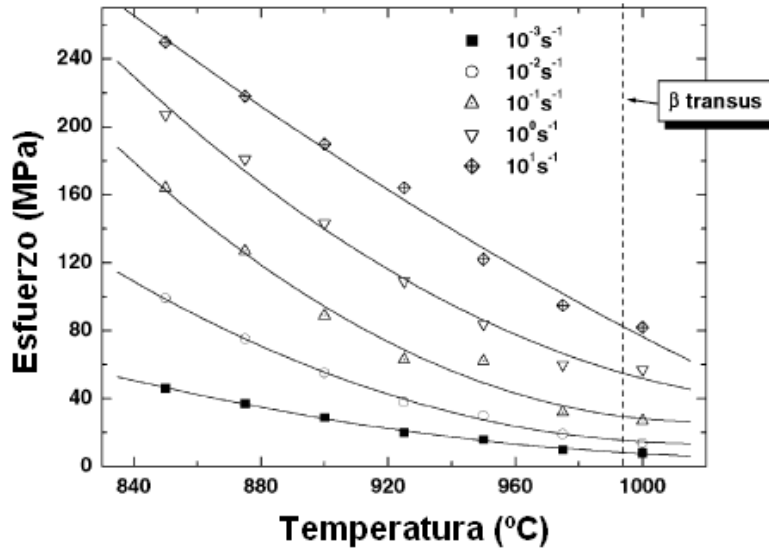


Figura 2.12 Variación del esfuerzo de flujo con la temperatura a diferentes tasas de deformación para la aleación Ti6Al4V [6].

Se encontró que cuando el material es trabajado en el campo de temperaturas bifásico $\alpha+\beta$, el esfuerzo de flujo disminuye significativamente con el incremento de la temperatura. Este comportamiento se muestra en la gráfica de la figura 2.12. Sin embargo, a temperaturas de trabajo por encima de la temperatura β -transus, el esfuerzo de flujo muestra muy poca variación. Adicionalmente, la variación del esfuerzo de flujo es menos significativa a tasas de deformación bajas y altas temperaturas, mostrando que estas pueden ser las mejores condiciones de procesamiento para esta aleación.

Mediante modelamiento dinámico del material, también ha sido posible obtener mapas de procesamiento los cuales muestran la eficiencia del proceso de deformación a una determinada temperatura y tasa de deformación. Los procesos de inestabilidad de flujo plástico y fractura son asociados a la energía disipada por la pieza y la evolución microestructural. Asumiendo la pieza como un disipador lineal ideal, es posible determinar qué tan eficientemente disipa energía el material debido a cambios microestructurales. Por lo tanto, mediante un parámetro de eficiencia es posible determinar las condiciones óptimas de procesamiento termomecánico del material.

En la figura 2.11a, se muestra uno de estos mapas construido para una aleación Ti6Al4V. Los números al contorno de las líneas indican un valor de eficiencia y las áreas sombreadas representan regiones de inestabilidad. El mapa muestra un valor máximo de eficiencia de 0.55 alrededor de 850°C y 10⁻³ s⁻¹, mostrando que en esta región se encuentran las condiciones óptimas de deformación para esta aleación [6]. Se observan dos zonas de deformación inestable, una alrededor de 850°C y 10 s⁻¹, y otra a temperaturas mayores de 950°C y tasas de deformación menores a 10⁻¹ s⁻¹. Las regiones de flujo plástico inestable pueden ser validadas mediante observación microestructural donde se aprecian regiones distorsionadas de la estructura generadas por un flujo localizado (Figura 2.11b). Estas distorsiones en la microestructura tienden a agravarse con el aumento de la tasa de deformación.

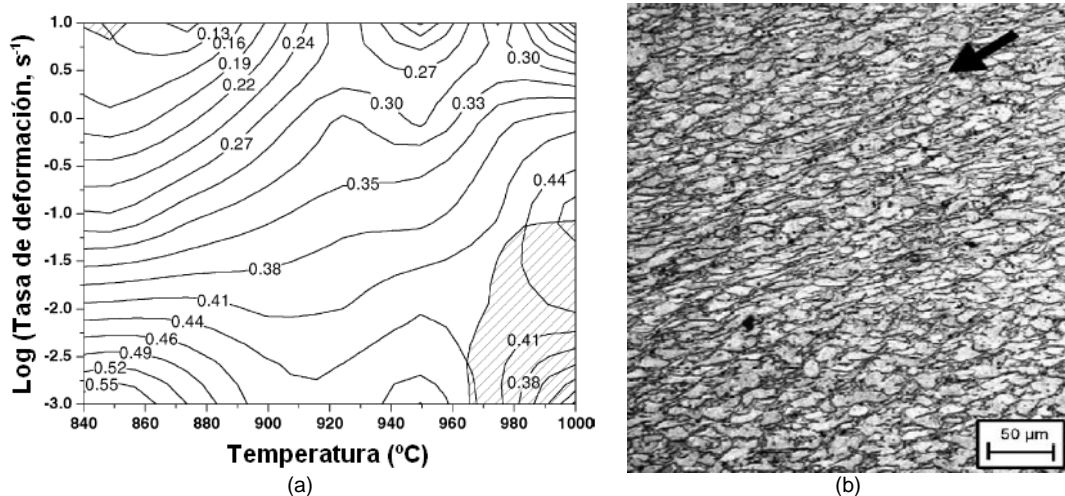


Figura 2.13 (a) Mapa de procesamiento construido para una aleación Ti6Al4V y (b) micrografía de una zona de deformación inestable [6].

2.2.1.3 Superplasticidad

El comportamiento superplástico de las aleaciones de titanio depende del esfuerzo de flujo (σ) y del índice de sensibilidad de la tasa de deformación ($[m = \delta \log \sigma / \delta \log \dot{\epsilon}]_{\epsilon, T}$). Altos valores de *m* suministran una buena resistencia a la deformación localizada y consecuentemente la capacidad de dejarse conformar en geometrías complejas. Sin embargo, para poder hacer uso de las características superplásticas del material, las variables de procesamiento deben ser seleccionadas cuidadosamente para no generar una excesiva formación de defectos, como las microgrietas a los límites de grano (ver figura 2.10).

Las propiedades superplásticas de la aleación Ti6Al4V, se deben a su microestructura bifásica de granos equiaxiales de α y de β . A las tasas de deformación adecuadas, la microestructura se deforma acompañada por procesos de difusión controlada y los límites de grano deslizan de tal forma que se alcanza un esfuerzo de fluencia bajo haciendo que la microestructura, en alguna medida, mantenga su naturaleza equiaxial original.

A partir de las correlaciones entre temperatura, tasa de deformación y deformación, es posible determinar las condiciones para las cuales se obtiene un valor máximo de *m*. Como se muestra en la figura 2.14, se encontró que independientemente de la tasa de deformación, la temperatura para la cual se obtiene un valor máximo de *m* es 915°C. Esta temperatura corresponde a una fracción de volumen de α de alrededor de 50%, es decir que la proporción entre las fases α y β es aproximadamente igual.

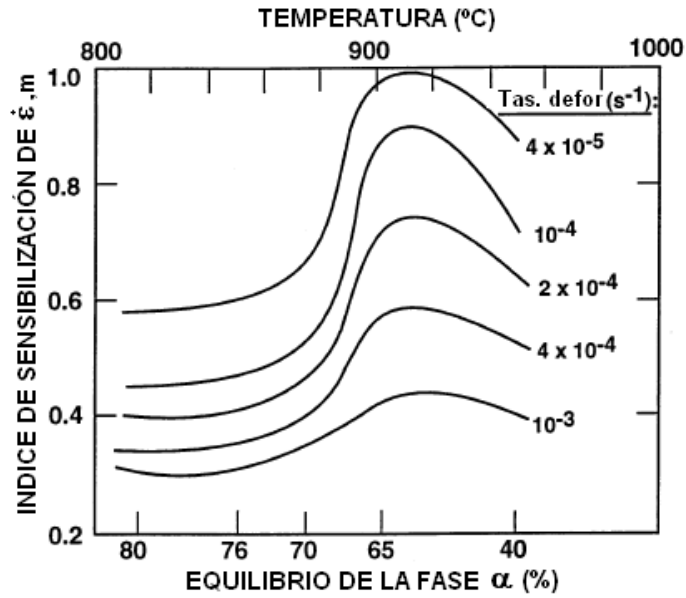


Figura 2.14 Efecto de la temperatura y la fracción de volumen de α en la sensibilización de la tasa de deformación [6].

2.2.2 PROCESAMIENTO Y MICROESTRUCTURA

2.2.2.1 Microestructuras laminares

Las microestructuras laminares en las aleaciones $\alpha+\beta$ pueden ser obtenidas durante las etapas finales del procesamiento mediante un tratamiento de recocido en el campo de la fase β (recristalización de β). La figura 2.15 muestra un diagrama representativo de las etapas del procesamiento.

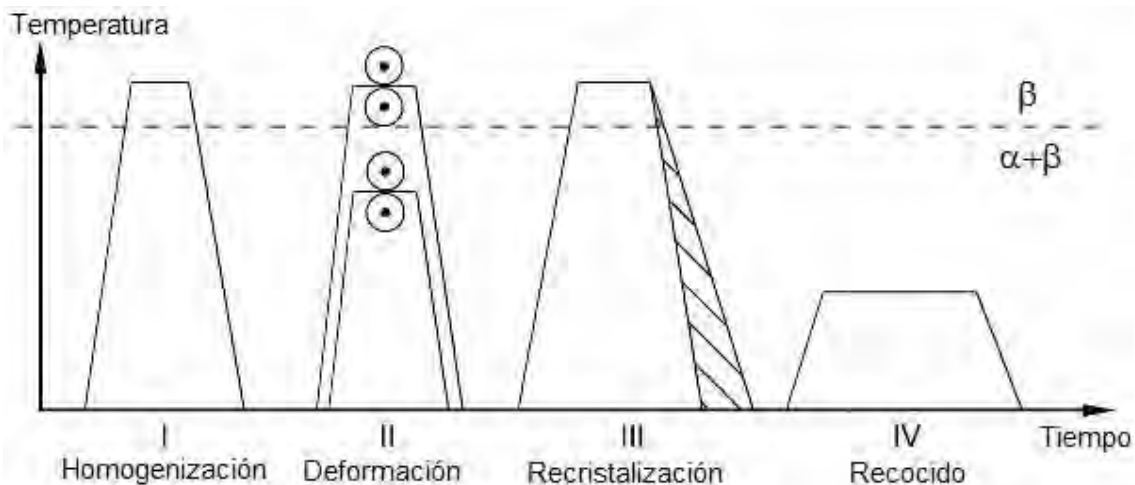


Figura 2.15 Etapas del procesamiento del material para la obtención de una microestructura laminar en aleaciones $\alpha+\beta$ [2].

El proceso de deformación puede ser forjado o rolado ya sea en el campo monofásico de la aleación o en el campo bifásico. En la práctica industrial, usualmente el material es primero

deformado en el campo monofásico debido al bajo esfuerzo de flujo y luego deformado en el campo bifásico para evitar un crecimiento excesivo del grano. Adicionalmente, la temperatura de recrystalización es mantenida entre 30°C y 50°C para mantener un control del tamaño de grano. El resultado es un tamaño de grano promedio de 600 μm para una microestructura completamente laminar.

2.2.2.2 Microestructuras bimodales

Las etapas de procesamiento para la obtención de una microestructura bimodal es mostrada esquemáticamente en la figura 2.16. El proceso está dividido en cuatro etapas. Una etapa de homogenización en el campo de la fase β (I), una etapa de deformación en el campo bifásico $\alpha+\beta$ (II), recrystalización en el campo bifásico $\alpha+\beta$ (III), y una etapa final de envejecimiento o un tratamiento para la liberación de esfuerzos.

Una variable importante a controlar durante el procesamiento es la tasa de enfriamiento desde la temperatura de homogenización en el campo monofásico de β ya que esta determina el espesor de las laminillas de α [2]. Esta α laminar es deformada en el paso II y recrystalizada en el paso III. La relación entre el espesor resultante de las láminas de α y el tamaño de los granos equiaxiales de α primaria es ilustrada en la figura 2.17. Una diferencia entre el procesamiento de las dos microestructuras fue la tasa de enfriamiento desde la temperatura de homogenización en el campo monofásico de β .

En el paso II la microestructura es deformada plásticamente. Durante esta etapa se pueden desarrollar texturas cristalográficas tanto de la fase α HCP como de la fase β BCC, lo cual resulta en una fuerte influencia sobre las propiedades mecánicas del material [2].

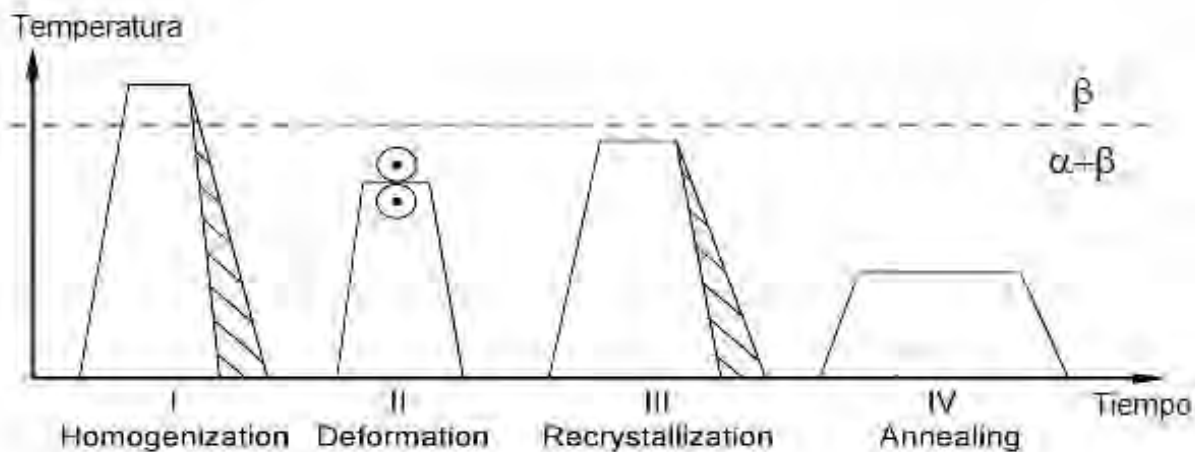


Figura 2.16 Etapas del procesamiento del material para la obtención de una microestructura bimodal en aleaciones $\alpha+\beta$ [2].

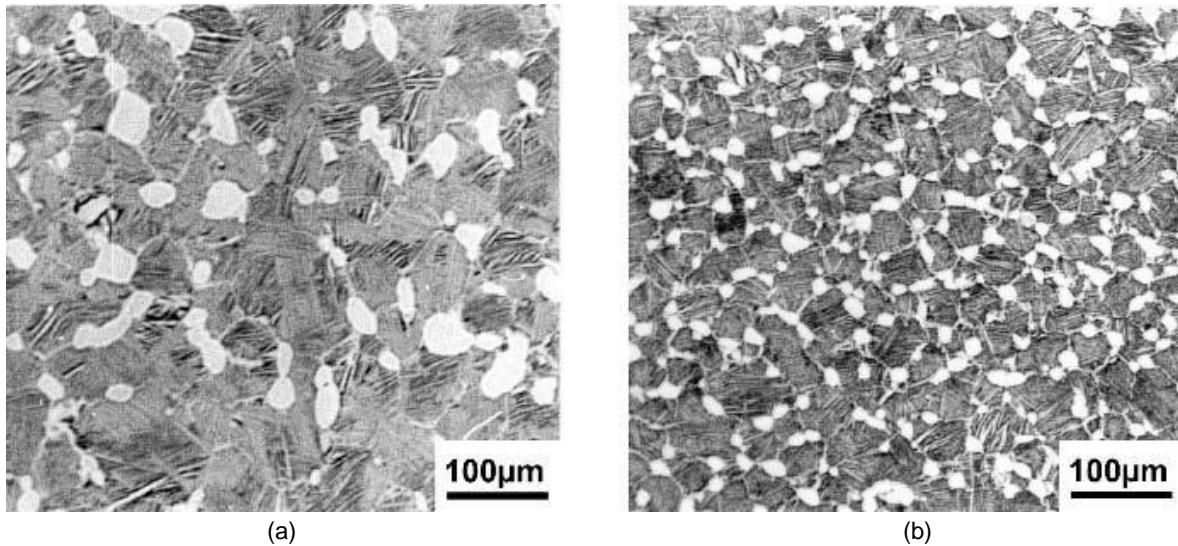


Figura 2.17 Microestructura bimodal de la aleación Ti6Al4V enfriada a diferentes tasas desde el campo monofásico de β para (a) una tasa de enfriamiento baja y (b) una tasa de enfriamiento alta [2].

2.2.3 RESISTENCIA A CORROSIÓN

La excelente resistencia a corrosión de las aleaciones de titanio, se debe a la formación de una película de óxido delgada y muy adherente en la superficie del metal. Debido a que la superficie del titanio es bastante reactiva y tiene mucha afinidad con el oxígeno, la película de óxido se forma espontáneamente cuando la superficie del metal es expuesta al aire o a un medio acuoso. De hecho, si la película sufre algún daño puede regenerarse instantáneamente si en el ambiente existe alguna presencia de oxígeno o agua, por lo menos en partes por millón. La composición y el espesor de esta película protectora que se forma en las aleaciones de titanio, depende de las condiciones del medio con el que esté en contacto. En aplicaciones biomédicas las propiedades físico-químicas de estas películas de óxido siempre son de sumo interés debido a que los fluidos biológicos se encuentran en contacto directo con estos óxidos. Tales fluidos no solo contienen agua y oxígeno disuelto sino también sustancias como proteínas, iones cloro e hidróxidos. Bajo estas condiciones, el cuerpo humano es un ambiente que puede llegar a ser bastante agresivo en términos de corrosión.

Teniendo en cuenta la naturaleza reactiva de la superficie del titanio, y las condiciones variables del medio *in vivo*, existen diversos tipos de reacciones químicas que pueden ocurrir cuando la superficie del metal se pone en contacto con el medio acuoso. Muchos de estos fenómenos corrosivos son fundamentalmente procesos electroquímicos.

La liberación de iones metálicos producidos por la corrosión electroquímica ha sido caso de estudio debido a la aplicabilidad de los metales como biomateriales, ya que, la absorción de estos productos de corrosión por el cuerpo puede generar efectos tóxicos o reacciones alérgicas.

Mediante el monitoreo de los fenómenos corrosivos es posible medir la velocidad de corrosión de un metal. Los métodos electroquímicos son una de las principales formas de estudio de la

corrosión que hacen parte de las técnicas de laboratorio. Para medir la velocidad de corrosión de un metal en un medio específico es necesario conocer las curvas de polarización (corriente vs. potencial) de cada una de las reacciones que acompañan el proceso. Estas curvas permiten determinar si un metal es susceptible a la corrosión uniforme o a la corrosión localizada, y al mismo tiempo permiten medir la capacidad de pasivación (generación de la capa pasiva) del material.

En las curvas de polarización el parámetro más directo para medir la velocidad de corrosión es el potencial de corrosión (E_{corr}). Este potencial corresponde a un valor mixto en el que las reacciones catódica y anódica ocurren a la misma velocidad. Para el monitoreo de la cinética de estas reacciones existe un dispositivo llamado potencióstato.

Como ya fue mencionado anteriormente, la capa de pasivación del titanio le proporciona una alta estabilidad electroquímica. Dicha capa, compuesta fundamentalmente por óxidos de titanio amorfos como Ti_2O y TiO_2 con un espesores que pueden ser variables entre 0.5 y 10 nm. Estos espesores pueden ser controlados mediante tratamientos químicos o electroquímicos.

Estudios realizados [7] han mostrado que el Ti6Al4V presenta mejores propiedades de resistencia a corrosión que el Ti cp. En la figura 2.18 se muestran las curvas de polarización cíclica de estos dos materiales en solución Ringer (9 g/L NaCl + 0.43 g/L KCl + 0.2 g/L $NaHNO_3$ + 0.24 g/L $CaCl_2$) con electrodo de referencia de Calomel Saturado (SCE) antes y después de haber sido sometidas a un proceso de pasivación en HNO_3 .

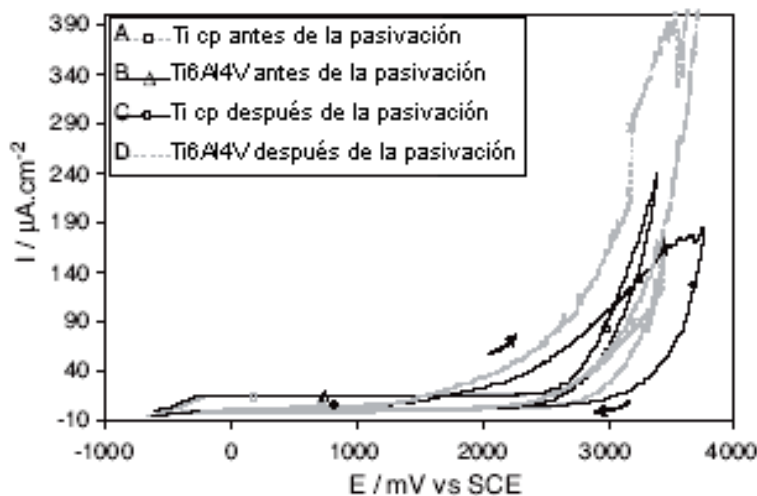


Figura 2.18 Curvas de polarización cíclica de Ti cp y Ti6Al4V en solución Ringer (pH = 8, T = 37±1 °C) aireada con electrodo de referencia de SCE antes y después de someterlas a un proceso de pasivación en HNO_3 [7].

Antes de la pasivación se observa un comportamiento similar para los dos materiales. En la zona de la curva del barrido de potencial inverso (de mayor a menor) se obtienen valores de densidad de corriente más bajos que para el barrido en sentido positivo, esto puede atribuirse al aumento en espesor de la película de óxido durante el barrido en ascenso.

En general, las curvas de polarización de la figura 2.18 muestran una amplia región de independencia del potencial que indican la zona de pasivación (no existe una variación de la densidad de corriente con el potencial), mostrando un incremento significativo de la densidad de corriente alrededor de 2500 mV. Este incremento no se debe únicamente al rompimiento de la película pasiva sino también a la evolución de oxígeno. Adicionalmente, la densidad de corriente de pasivación para ambos materiales es bastante baja ($15 \mu\text{A}/\text{cm}^2$), lo que indica una alta capacidad de pasivar espontáneamente.

Mediante una comparación entre las curvas de polarización cíclica antes y después del proceso de pasivación en HNO_3 , se puede apreciar el efecto de este tratamiento en el comportamiento electroquímico de ambos materiales.

Este fenómeno evidentemente hace notar que es posible alcanzar valores de densidad de corriente anódica mucho más bajos. Por lo tanto, es posible concluir que las características del proceso de pasivación tienen una gran influencia en la resistencia a corrosión de la aleación Ti6Al4V y otras aleaciones de titanio [7].

También ha sido estudiado el efecto de las características microestructurales en la resistencia a corrosión, mostrando que la presencia de fases intermedias puede ser determinante a la hora de someter al material a corrosión.

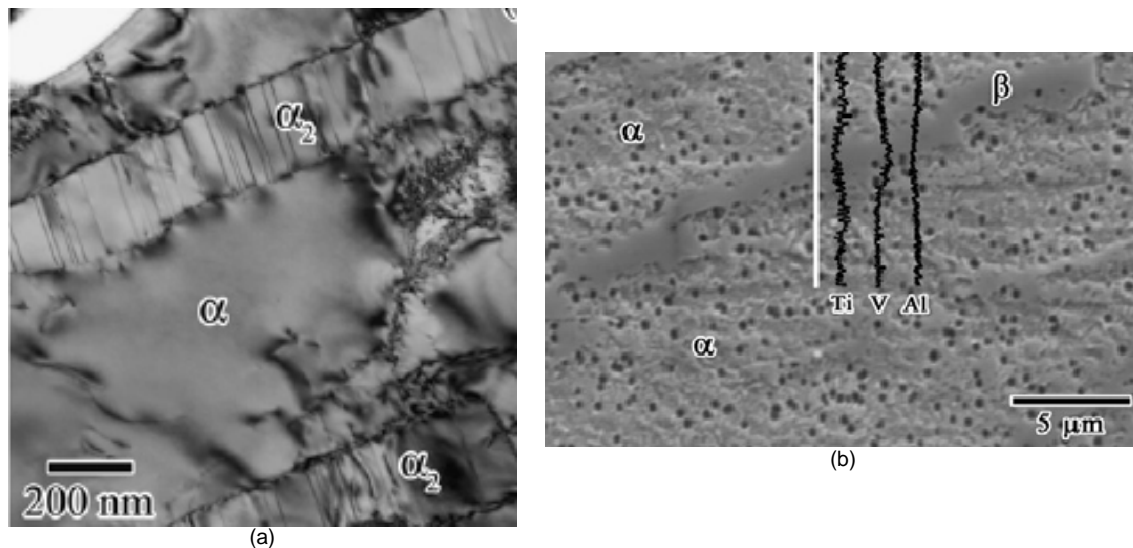


Figura 2.19 Micrográficas de (a) TEM mostrando la presencia de la fase α secundaria y (b) SEM indicando la presencia de picaduras en la fase α [8].

Recientes investigaciones como la realizada por Yu et al. [8] comprueban dicha hipótesis. Después de someter el material a diferentes procesos de tratamiento térmico para modificar las características microestructurales y adicionalmente modificar tamaño de grano, Yu y sus co-investigadores realizaron pruebas de corrosión electroquímica en NaCl en las muestras de Ti6Al4V tratadas térmicamente. Se encontró que la presencia de la fase α secundaria generada a partir de un calentamiento a 750°C seguido por un enfriamiento al aire, genera un detrimento

en la resistencia a corrosión de esta aleación. Observaciones realizadas mediante Microscopio Electrónico de Barrido (Figura 2.19b) muestran que el fenómeno de picadura se presenta principalmente en la fase α , mientras que la fase β no presenta prácticamente ninguna presencia de este fenómeno. Esto implica que la resistencia a corrosión de la aleación bifásica Ti6Al4V está determinada fundamentalmente por la presencia de la fase α .

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Establecer correlaciones entre microestructura y resistencia a corrosión de la aleación Ti6Al4V antes y después de ser sometida a pruebas de deformación plástica en caliente.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desarrollar experimentos de laboratorio mediante el acondicionamiento y montaje de equipos para la realización de pruebas de deformación plástica en caliente de muestras de Ti6Al4V con geometría y dimensiones definidas, manteniendo constante la velocidad de deformación y utilizando tres niveles de temperatura.
- Definir parámetros operacionales de deformación plástica en caliente que permitan obtener las características de resistencia a corrosión y microestructura exigidas para el uso de la aleación Ti6Al4V como biomaterial.
- Desarrollar criterios para plantear sugerencias en el mejoramiento del proceso de deformación plástica en caliente con miras a elaborar en el futuro piezas con geometrías complejas.

4. MATERIALES Y MÉTODOS

4.1 MATERIAL ESTUDIADO

La aleación Ti6Al4V ELI fue suministrada por la empresa Polinsumos Médicos S.A. en forma de barras de 14.2 mm de diámetro. La composición química nominal según la norma ASTM F136 se muestra en la tabla 4.1.

Tabla 4.1. Composición química nominal del Ti6Al4V ELI según norma ASTM F136.

Composición (wt %)							
Al	V	Fe	C	O	N	H	Ti
5.5-6.5	3.5-4.5	0.25	0.08	0.13	0.05	0.012	Bal.

4.2 FORJADO EN CALIENTE CON VARIACIÓN DE LA TEMPERATURA

Para la ejecución de las pruebas de deformación se realizó un montaje de laboratorio en una prensa hidráulica Universal con capacidad de 10 Ton disponible en el Laboratorio de Caracterización de Materiales de la Facultad de Minas. En la figura 4.1 se muestra una fotografía de la prensa hidráulica antes de la adaptación para el montaje de las pruebas de deformación.

Para el montaje de las matrices de deformación se diseñaron y construyeron dos soportes de sujeción. El material utilizado para su fabricación fue acero ASTM AISI 1045 con un tratamiento superficial de pavonado para evitar la oxidación. Los dispositivos de sujeción de las matrices son mostrados en la figura 4.2.

Se realizó un proceso de forja isotérmica para el cual la matriz inferior fue precalentada alrededor de 400°C con llama oxiacetilénica durante un tiempo aproximado de 10 minutos. Se implementó un sistema de aislamiento térmico con el fin de evitar el enfriamiento continuo de la matriz durante el proceso de deformación y al mismo tiempo disminuir al máximo el tiempo de precalentamiento. Para ello fueron utilizadas placas de cemento refractario CONCRAX 1500 de 15 mm de espesor las cuales fueron construidas con la geometría de las paredes exteriores de la matriz inferior, como se observa en la figura 4.2b. Para aislar térmicamente la superficie de unión entre la matriz inferior y la placa base (ver figura 4.2b) se utilizó fibra de vidrio.

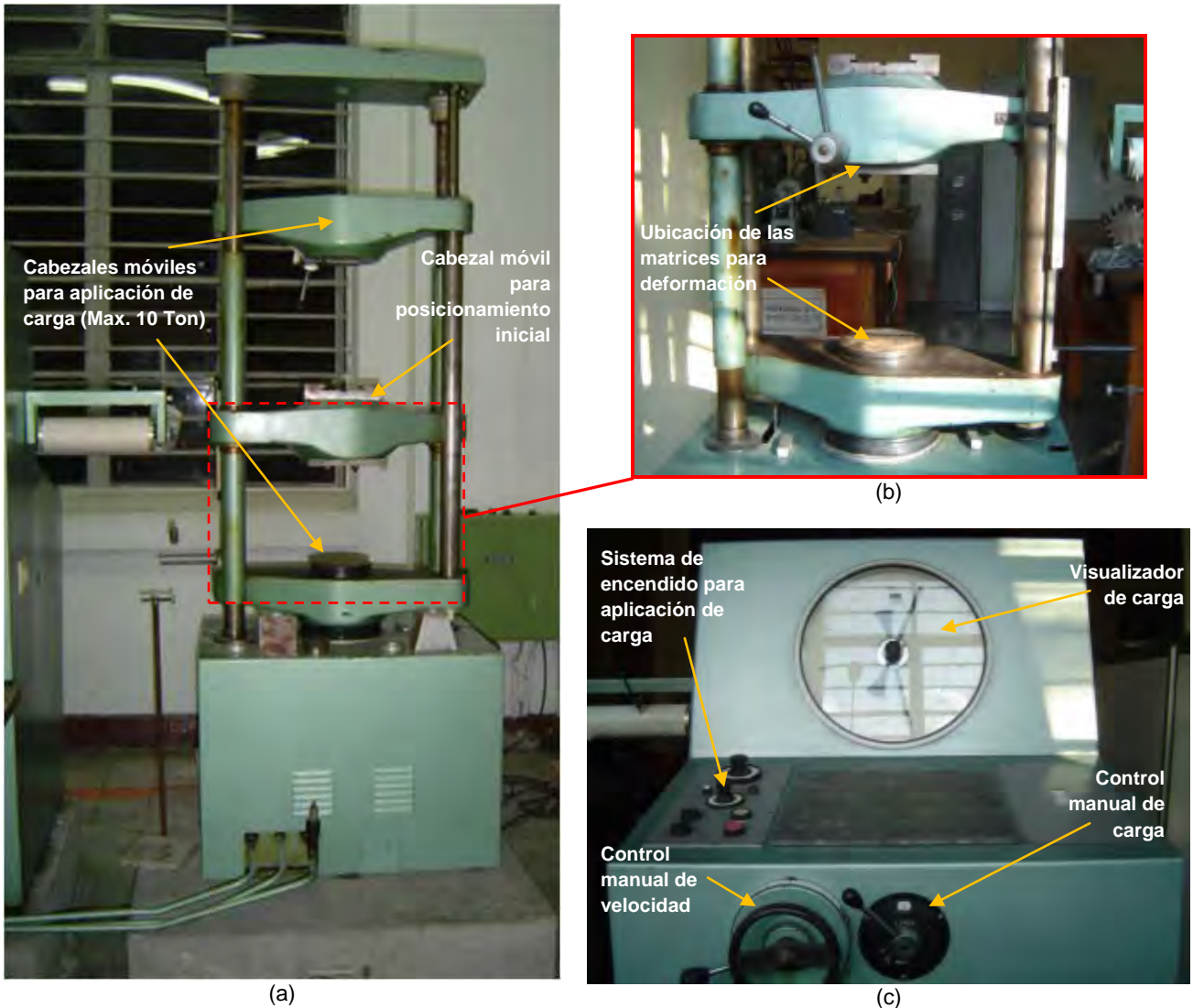


Figura 4.1. (a) Fotografía de la prensa universal, (b) detalle de los cabezales para posicionamiento de las matrices y (c) detalle del sistema de mando de la prensa.

Se prepararon muestras de 14.2 mm de diámetro y 13 mm de longitud para ser deformadas con la geometría que se muestra en la figura 4.3. Las muestras fueron calentadas en un horno eléctrico marca SOLO 9005 dotado con un controlador de temperatura CAL9900. Para evitar la contaminación superficial de las muestras debido a la presencia de oxígeno y teniendo en cuenta que la aleación estudiada tiene una alta reactividad frente a este elemento, se utilizó una atmósfera protectora de argón de ultra alta pureza (UHP) en el hogar del horno.

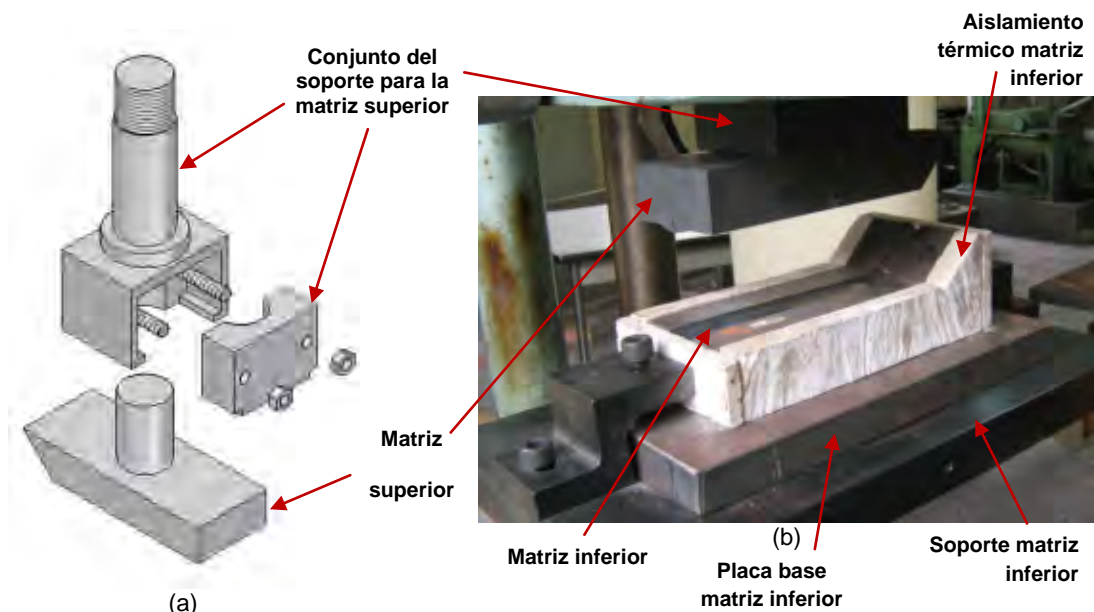


Figura 4.2. (a) Sistema de sujeción de la matriz superior, (b) fotografía del montaje de las matrices en los cabezales de la prensa.

Las temperaturas de deformación evaluadas fueron 900, 950 y 1000°C las cuales fueron seleccionadas de acuerdo a las recomendaciones dadas por la literatura [3]. A partir de pruebas piloto realizadas previamente a la ejecución de los ensayos y teniendo en cuenta que el tiempo de transporte de la pieza del horno a la prensa fue de aproximadamente 6 segundos, se calculó un sobrecalentamiento de 20°C de modo que al momento del forjado se garantizara el valor de temperatura seleccionada. El tiempo de sostenimiento para cada temperatura fue de 30 minutos.

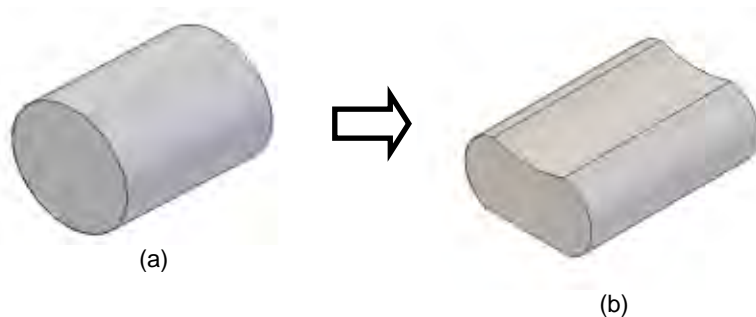


Figura 4.3. Geometría de las muestras de la aleación Ti6Al4V, (a) en estado no deformado y (b) sometidas al proceso de deformación.

Las muestras fueron deformadas con una velocidad de avance de la herramienta de 1.85 mm/s. Posterior al proceso de forjado las muestras fueron enfriadas al aire.

4.3 TÉCNICAS EXPERIMENTALES

El análisis de la microestructura del material fue realizado antes y después de someter las muestras a pruebas de deformación plástica en caliente. A continuación se presentan los detalles de las diferentes técnicas y procedimientos empleados.

4.3.1 Microscopía Óptica de Luz Reflejada (MOLR) y Electrónica de Barrido (MEB)

Se prepararon muestras metalográficamente para el análisis mediante Microscopía Óptica de Luz Reflejada (MOLR). Las muestras fueron cortadas con disco diamantado de baja velocidad ISOMET refrigerando constantemente el corte para evitar un calentamiento excesivo de la pieza. Se realizaron cortes de secciones transversales y longitudinales de la barra para la observación.

Las muestras cortadas fueron montadas en resina acrílica mediante prensa en caliente automática SIMPLIMET 3000. El desbaste de las muestras fue realizado con papeles abrasivos ASTM número 240, 320, 400, 600 y 1000 respectivamente. El pulido mecánico se realizó con paño con partículas abrasivas de alúmina de 12.5 μm y posteriormente paño con partículas abrasivas de diamante de 1 μm . El acabado final se dio con pulidora VIBROMET 2 con suspensión de sílice coloidal de 0.06 μm de tamaño de partícula.

El ataque químico de cada muestra fue realizado con el reactivo Kroll (100 ml H_2O + 6 ml HNO_3 + 3 ml HF) por inmersión durante un tiempo aproximado de 15 segundos. Posterior al ataque las muestras fueron lavadas con abundante agua y jabón frotando la superficie con algodón y secando con aire caliente.

El equipo utilizado para la toma de imágenes fue un Microscopio Óptico Nikon Eclipse LV100.

Las muestras para Microscopía Electrónica de Barrido fueron preparadas mediante el mismo procedimiento descrito arriba. Adicionalmente, fueron recubiertas con oro mediante un sistema de pulverización (*Sputtering*) referencia Denton Vacuum Desk II para garantizar una buena conducción en la superficie de la muestra.

El equipo utilizado para la adquisición de imágenes fue un microscopio JEOL 5910 LV con microsonda EDS para microanálisis químico puntual. Las imágenes fueron tomadas usando voltajes entre 12 KV y 18 KV en el modo de electrones secundarios (SEI) y electrones retro-proyectados (BSE).

4.3.2 Análisis Digital de Imágenes

Para determinar la fracción volumétrica de las fases presentes en la microestructura se utilizó la técnica de análisis digital de imágenes. Se tomaron imágenes con MOLR teniendo cuidado en conservar el mismo nivel de brillo y contraste y la misma intensidad de luz para toda la secuencia de imágenes tomada. Igualmente se utilizó el mismo tiempo de ataque para cada una de las muestras analizadas (15 seg). El procesamiento se llevó a cabo mediante el software ImageJ 1.38x el cual permitió realizar una binarización de las imágenes de tal forma que las zonas claras correspondieran a la fase α y las zonas oscuras a la fase β . El parámetro

de verificación de la binarización de las imágenes fue visual y comparativo con respecto a la imagen original. El análisis se realizó en imágenes de secciones longitudinales y transversales de las muestras.

4.3.3 Dilatometría

Para determinar la temperatura de transformación de la aleación de la zona bifásica a la zona monofásica (β_1), se empleó la técnica de dilatometría. Debido a que esta temperatura puede variar dependiendo del proveedor o de la historia térmica del material, se hizo necesaria su evaluación para garantizar que las temperaturas de deformación seleccionadas fueran correctamente determinadas dentro del intervalo.

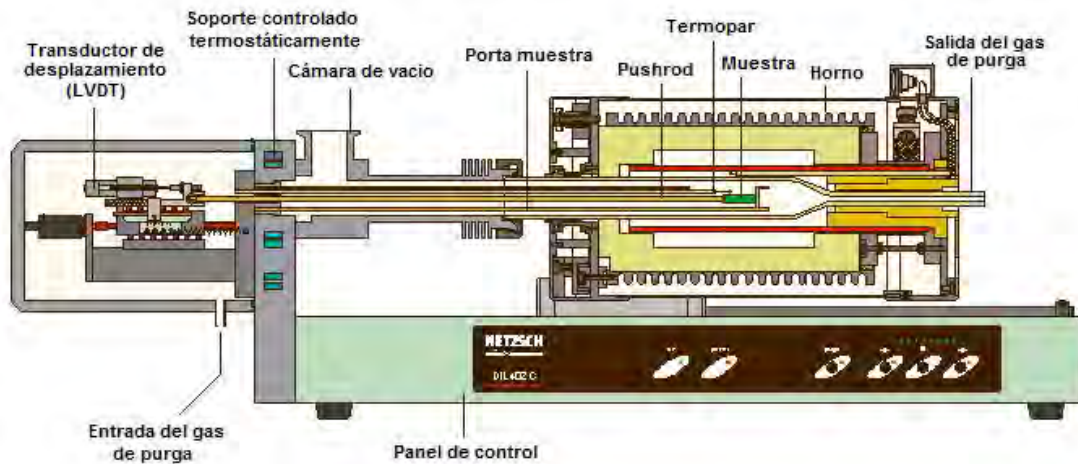


Figura 4.4. Diagrama esquemático del dilatómetro marca DIL 402C [NETZSCH].

Las mediciones se realizaron en un dilatómetro marca NETZSCH DIL-402C. El esquema detallado del equipo es ilustrado en la figura 4.4. Para garantizar una buena transferencia de calor se seleccionó una geometría cilíndrica para las probetas siguiendo las recomendaciones de la Norma ASTM E831 [1]. Todas las muestras analizadas en dilatometría fueron maquinadas de secciones cortadas en sentido longitudinal del material en estado de entrega con unas dimensiones de 13 mm de longitud y 4 mm de diámetro.

La temperatura de la probeta fue medida por medio de un termopar tipo Pt/Pt-Rh el cual fue localizado sobre la superficie de la muestra antes de dar inicio a la prueba. La cámara del horno fue sometida a vacío y posteriormente enriquecida con argón UHP para evitar la contaminación de la superficie de la muestra durante el ensayo, principalmente por la presencia del oxígeno. Se utilizó una tasa de calentamiento y enfriamiento de 10°C/min. La dilatación de la muestra fue medida por medio de un transductor de desplazamiento de velocidad lineal capaz de medir dilataciones del orden de 1µm. Estos datos fueron registrados en tiempo real durante el transcurso de la prueba por medio del software de adquisición de datos NETZSCH Proteus 4.2.

4.3.4 Difracción de Rayos-X (DRX)

La técnica de difracción de rayos-X se utilizó para el análisis cualitativo y cuantitativo de fases. Se analizaron muestras de secciones longitudinales y transversales del material en estado de entrega y en estado deformado.

La condición superficial de las muestras analizadas por difracción de rayos-X fue pulido metalográfico sin ataque, siguiendo el procedimiento empleado para observación microscópica. Las pruebas se llevaron a cabo en un difractómetro PANalytical X'Pert PRO MPD. Las condiciones de operación del equipo fueron de 40 mA y 45 KV con un intervalo de ángulo de Bragg (2θ) de 30 a 110° y una velocidad de barrido de 0.5°/min. Se trabajó con radiación incidente K_{α} de Cu con $\lambda=0.1542$ nm y detector tipo 2-D PIXCEL. El análisis de los difractogramas se realizó mediante el software X'Pert HighScore Plus dotado con la base de datos PDF-2, 2006.

Para la cuantificación de las fases se utilizó el método de comparación directa propuesto por Averbach y Cohen [2]. Según este método, la intensidad integrada de un pico correspondiente a una determinada fase se encuentra directamente relacionada con el porcentaje en volumen de la misma, de acuerdo a las ecuaciones 4.1 y 4.2.

$$\frac{I_{\alpha(hkl)}}{I_{\beta(hkl)}} = \frac{R_{\alpha}C_{\alpha}}{R_{\beta}C_{\beta}} \quad \text{Ecuación (4.1)}$$

$$R = \frac{1}{v^2} \left[|F|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] (e^{-2m}) \quad \text{Ecuación (4.2)}$$

Donde $I_{\alpha(hkl)}$ y $I_{\beta(hkl)}$ son las intensidades de los picos de difracción correspondientes a los planos específicos de cada fase, C_{α} y C_{β} las fracciones de volumen de la fase α y la fase β respectivamente, y R un factor dependiente del plano (hkl), el ángulo de difracción (θ) y el material analizado. F es el factor estructura, p el factor de multiplicidad, e^{-2m} el factor de temperatura y v el volumen de la celda unitaria. Para una descripción más detallada del método de comparación directa remítase a la referencia [2].

Los valores de los ángulos de Bragg para los planos de difracción de cada fase son listados en la tabla 4.2.

Se tomaron difractogramas de diversas muestras a las temperaturas de deformación para realizar la cuantificación de fases a tales temperaturas, de esta forma fue posible conocer la proporción entre las fases presentes en el material para cada condición de deformación. Para ello se utilizó una cámara de temperatura con control de humedad tipo Anton Paar HTK 16 con calentamiento directo de la muestra por medio de un filamento de platino sobre el cual la muestra era posicionada. La cámara permite trabajar desde temperatura ambiente hasta los 1400°C. Está dotada con un controlador de temperatura TCU 2000.

Tabla 4.2. Planos de difracción de la fase α y la fase β presentes en la aleación Ti6Al4V ELI.

FASE	PLANO (<i>hkl</i>)	(2θ)
α	(100)	35,33°
	(002)	38,47°
	(101)	40,42°
	(102)	53,28°
	(110)	63,55°
	(200)	74,9°
	(112)	76,8°
	(201)	78,1°
	(004)	82,6°
	(202)	87,56°
	(104)	93,2°
	(203)	103,2°
β	(110)	39,4°
	(200)	57°
	(211)	71°

Para el cálculo de la fracción volumétrica de las fases a elevadas temperaturas, los valores del factor de temperatura (e^{-2m}) fueron re-calculados de acuerdo a cada condición.

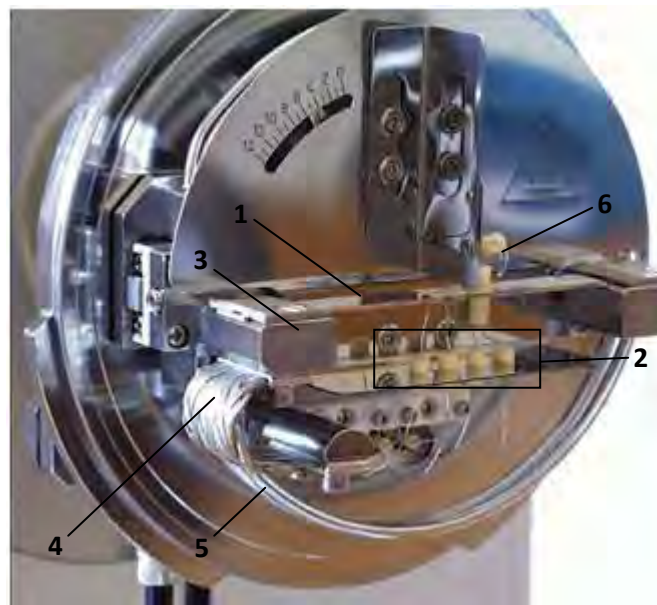


Figura 4.5. Fotografía de la cámara de temperatura Anton Paar HTK 16. (1) Filamento de calentamiento, (2) guías para el termopar, (3) módulo removible para fijación del filamento, (4) cable de alta corriente, (5) sistema de enfriamiento por agua y (6) termopar de contacto.

4.3.5 Dureza y Microdureza

Se tomaron medidas de dureza y microdureza de muestras de material en estado de entrega y en estado deformado.

Para las medidas de dureza se utilizó un durómetro universal tipo Dia Testor 2Rc marca OTTO WOLPERT-WERKE utilizando la escala Vickers con una carga de 62.5 Kg.

Las medidas de microdureza fueron realizadas utilizando un equipo SHIMADZU en la escala de Vickers con una carga de 200 g y un tiempo de aplicación de la carga de 10 s. Se realizaron barridos de microdureza en las superficies de las muestras deformadas con el objetivo de correlacionar estos valores con la deformación en diferentes zonas de la pieza.

4.4 PRUEBAS DE CORROSIÓN ELECTROQUÍMICA

Para la evaluación de la resistencia a corrosión se realizaron curvas de polarización cíclica en solución fisiológica artificial Ringer (ver tabla 4.3) a temperatura ambiente (23°C) y a temperatura corporal (37°C). La celda empleada fue protegida de los campos magnéticos externos con una jaula de Faraday con polo a tierra.

Tabla 4.3. Composición de la solución Ringer por cada 100 mL de agua.

Componente	g/100mL
NaCl	0.85
KCl	0.04
CaCl \cdot 2H $_2$ O	0.034

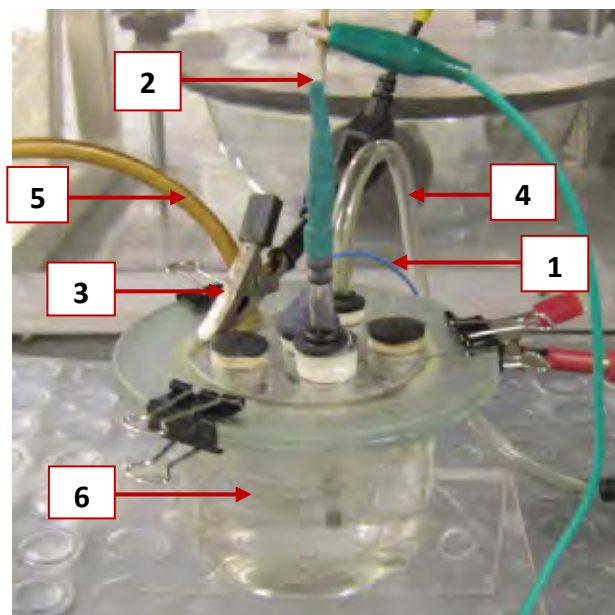


Figura 4.6. Fotografía del montaje de la celda para las pruebas de corrosión. (1) Electrodo de trabajo (muestra), (2) electrodo de referencia de Ag/AgCl, (3) contraelectrodo de platino, (4) entrada de nitrógeno gaseoso, (5) salida de oxígeno y (6) recipiente contenedor de la solución donde se encuentra inmersa la muestra.

Las muestras fueron conectadas eléctricamente al electrodo de trabajo y posteriormente montadas en resina acrílica de forma que solo quedara expuesta la superficie de interés. El acabado superficial de las muestras fue pulido mecánico hasta suspensión de sílice coloidal de $0.06\ \mu\text{m}$.

Durante el transcurso de la prueba la solución salina fue desaireada con nitrógeno gaseoso de alta pureza para reducir el contenido de oxígeno. Un electrodo de Ag/AgCl fue usado como electrodo de referencia y una malla cilíndrica de platino como contraelectrodo. En la figura 4.6 se muestra una fotografía del montaje de la celda para las pruebas realizadas a temperatura ambiente.

Se realizaron dos ciclos de barrido del potencial, el primero desde $-200\ \text{mV}$ hasta $1000\ \text{mV}$ y el segundo de retorno hasta $0\ \text{mV}$ con respecto al potencial de circuito abierto (PCA). La velocidad de barrido usada fue $500\ \mu\text{V/s}$. El equipo utilizado para la realización de las pruebas fue una unidad de impedancia tipo IMG6 BAS-ZAHNER. La adquisición de los datos se realizó mediante el software Z Term 108. Una vez finalizada la prueba la superficie de la muestra fue lavada con abundante agua para posteriormente ser observada con microscopía electrónica de barrido.

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1 MICROESTRUCTURA Y CARACTERÍSTICAS DE LA ALEACIÓN Ti6Al4V ELI EN ESTADO DE ENTREGA

En la figura 5.1 se muestra la microestructura del material en el estado de entrega. Las zonas oscuras en las figuras 5.1a y 5.1b corresponden a la fase α mientras que las zonas claras corresponden a partículas de la fase β dispersas en la matriz de α . Aunque el ataque químico empleado no reveló el contorno de grano de la fase α , se puede inferir que los granos son de tipo equiaxial a partir de la observación de la distribución de las partículas de β , las cuales se ubican preferencialmente en dichos contornos. Esta microestructura es fundamentalmente conocida como del tipo *mill-annealed* [1] para la cual se obtuvo un valor de dureza de 324 ± 6.7 HV.

En la figura 5.1c se muestra una micrografía óptica de la sección longitudinal de la barra donde se observa un alargamiento de los granos en sentido de laminación, el cual coincide en la imagen con el eje horizontal. En la figura las zonas claras corresponden a los granos de α y las zonas oscuras a las partículas de β .

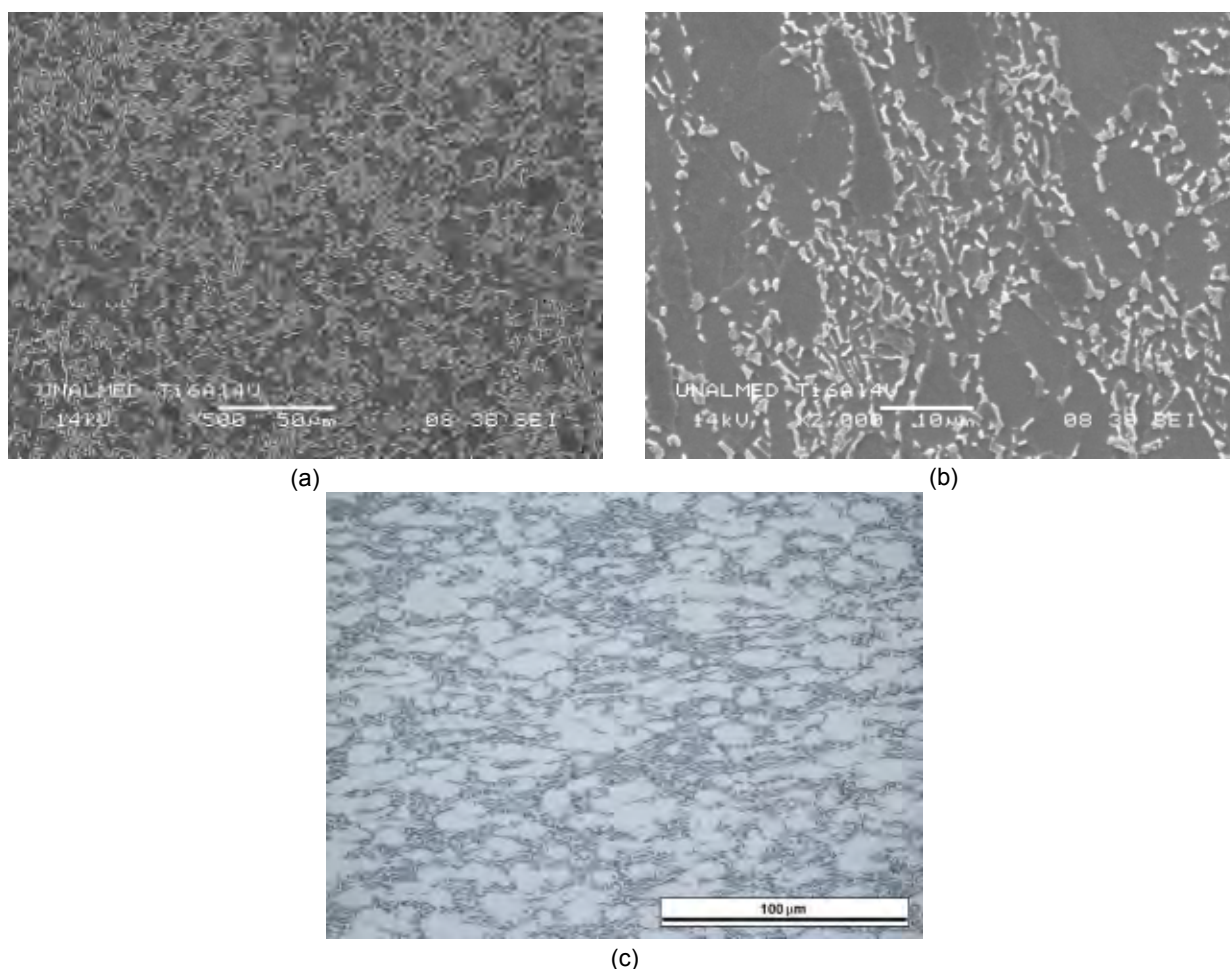


Figura 5.1 Micrografías de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega obtenidas en (a) y (b) microscopio electrónico de barrido y en (c) microscopio óptico.

Los resultados obtenidos por difracción de rayos X son coherentes con los encontrados mediante microscopía en cuanto a las fases presentes en el material. En la figura 5.2 se muestra un difractograma típico de la aleación donde se observan las reflexiones correspondientes a la familia de planos de cada una de las fases así como su respectivo ángulo de Bragg (2θ). La reflexión de mayor intensidad para la fase α se presenta a un ángulo de Bragg de 40.42° correspondiente al plano (100), mientras que para la fase β se presenta a un ángulo de 39.4° correspondiente al plano (110).

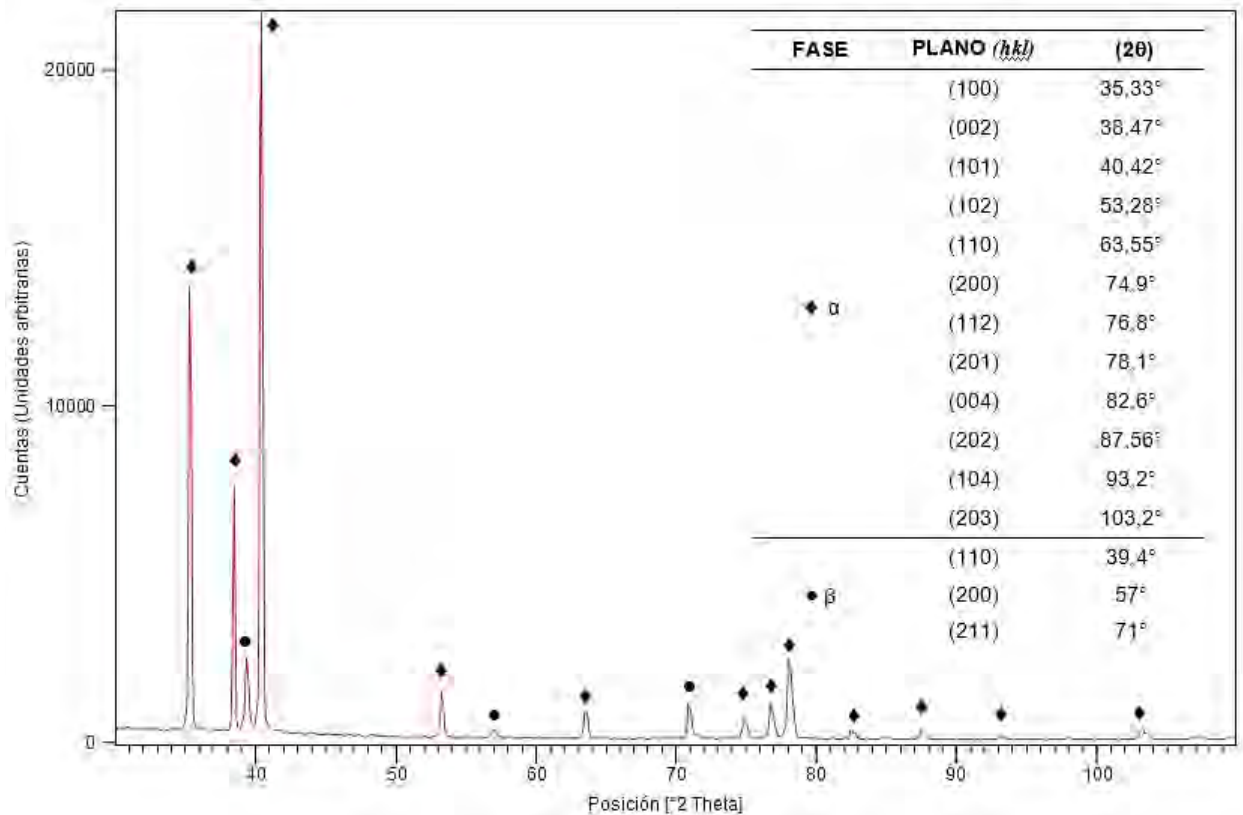


Figura 5.2 Difractograma de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

Con el fin de determinar el valor de la temperatura β -transus para esta aleación y teniendo en cuenta que esta temperatura depende de la composición y de la historia térmica del material, se empleó la técnica de dilatometría siguiendo el procedimiento descrito en el capítulo de materiales y métodos.

Los resultados de las pruebas de dilatometría son mostrados en la figura 5.3. Allí cada curva corresponde a una muestra ensayada. Todas las muestras de geometría cilíndrica fueron cortadas de secciones longitudinales del material. Se encontraron dos puntos de inflexión importantes: el primero corresponde a la temperatura de inicio de la transformación desde el campo bifásico al campo monofásico entre 737.4°C y 773.1°C , a partir de este punto el material comienza a sufrir una contracción debido a que la fracción de volumen correspondiente a la fase α (HCP) comienza a transformarse en la fase β con estructura BCC, aumentando así progresivamente hasta alcanzar el 100% de β a una temperatura entre 940.3°C y 955.4°C ,

identificado como el segundo punto de inflexión en las curvas de la figura 5.3. Esta última temperatura corresponde a la β -transus.

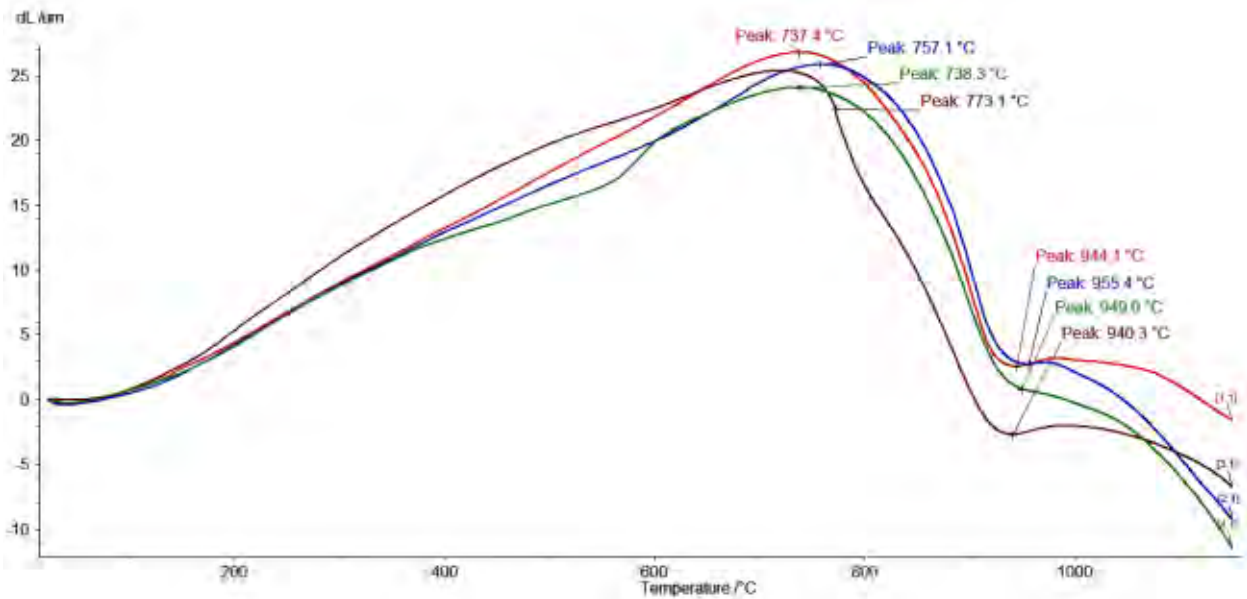


Figura 5.3 Curvas de dilatometría de la aleación Ti6Al4V donde se observa la temperatura de inicio y la temperatura de finalización (β_1) de la transformación $\alpha+\beta\rightarrow\beta$.

El valor de β -transus registrado por la literatura para la aleación Ti6Al4V ELI es de 975°C [2,3]. La diferencia con el valor obtenido experimentalmente puede deberse fundamentalmente al contenido de elementos intersticiales (O,N,C) los cuales son principalmente estabilizadores de las fase α , generando un incremento en el campo de temperatura en que la fase α es estable y por consiguiente en la temperatura de transformación. Los resultados de dilatometría son resumidos en la tabla 5.1. Allí T_1 corresponde a la temperatura de inicio de la transformación y T_2 a la temperatura β -transus.

Tabla 5.1 Temperaturas de transformación para la aleación Ti6Al4V ELI medidas por dilatometría.

Temperatura	Promedio \pm Desviación (°C)
T_1	751.48 ± 17.04
T_2	947.2 ± 6.52

La variación de la pendiente durante la rampa de calentamiento en las curvas de dilatometría puede deberse a varios aspectos. En la técnica se asume que la expansión térmica es la misma en todas las direcciones, lo cual sólo se cumple para materiales isotrópicos⁶. Un ejemplo de ello sería un monocristal con estructura cúbica, en este la expansión térmica del material no mostraría un direccionamiento preferencial debido a la simetría de la estructura. En el presente caso se trata de un material con una combinación de estructuras entre BCC y HCP con algunas variaciones en la composición química.

⁶ Un material es isotrópico cuando no presenta variación en sus propiedades independientemente de la dirección en la que sean medidas.

Los materiales policristalinos generalmente presentan un comportamiento isotrópico durante la expansión térmica debido al efecto promedio de la orientación aleatoria de los granos. Sin embargo, esto puede no darse con tanta facilidad en caso de que el material presente textura cristalográfica, siendo esta es una de las razones por las cuales la técnica de dilatometría no es muy usada en aleaciones de Ti ya que estas presentan un gran efecto de textura cristalográfica generada por procesos de deformación. Esta textura hace que la reproducibilidad de los resultados sea baja, pudiendo afectar cuantitativamente los resultados de una prueba a otra, aunque los puntos de inflexión los cuales representan un máximo de la velocidad de la reacción no se ven afectados por la magnitud de la dilatación, la cual puede cambiar dependiendo de la textura cristalográfica [9].

El efecto de la textura cristalográfica también se evidencia en los resultados obtenidos por difracción de rayos X. En la figura 5.4 se muestran los difractogramas obtenidos de la aleación en estado de entrega en secciones longitudinales y transversales de la barra respectivamente. Allí se aprecia una variación en la intensidad de las reflexiones en 35.33° y 38.47° de la fase α , lo cual indica una orientación preferencial de la familia de planos $\{002\}$ en la sección longitudinal y de la familia $\{100\}$ en la sección transversal de la barra.

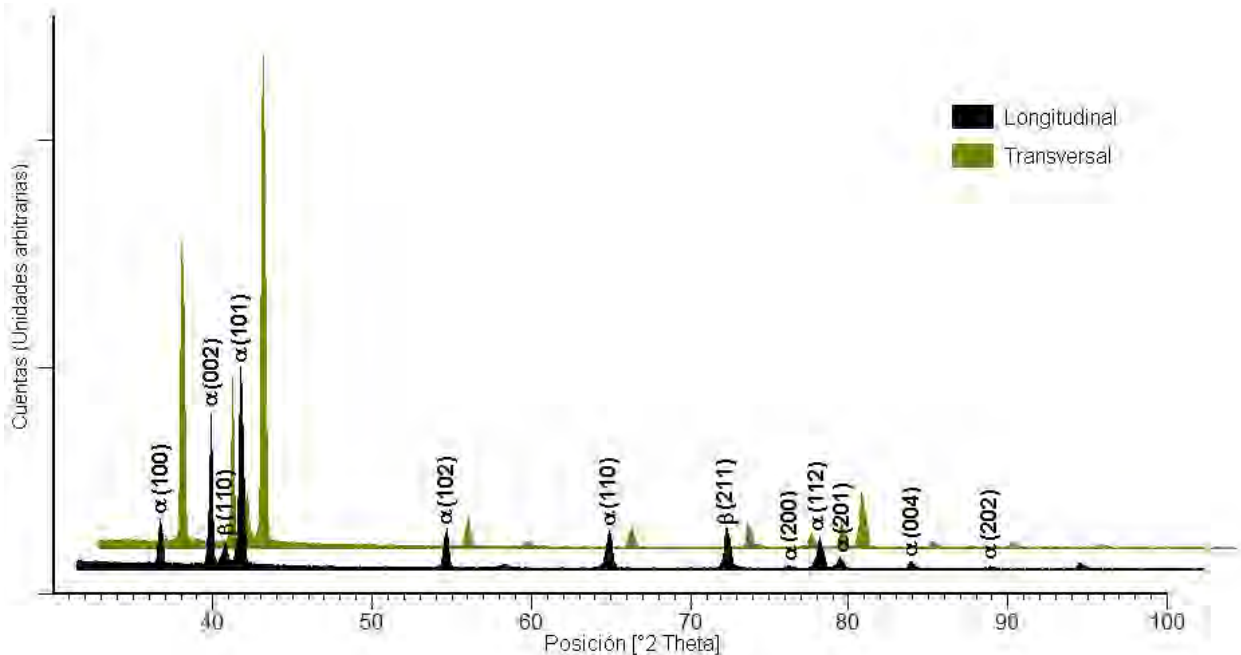


Figura 5.4 Difractogramas de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega de una sección longitudinal y una transversal de la barra mostrando la variación en intensidad de los picos pertenecientes a la fase α .

Cabe mencionar que los efectos de textura cristalográfica pueden presentarse igualmente para las dos fases, siendo esto fundamentalmente determinado por la temperatura de deformación. A temperaturas bajas, donde existe un alto contenido de α , se puede generar orientación preferencial en esta fase, mientras que a temperaturas altas ocurre lo mismo con la fase β [2]. Lo anterior puede indicar que el material en estado de entrega fue trabajado a una temperatura dentro del intervalo bifásico de la aleación, esto teniendo en cuenta que en ningún caso se

presentó variación en las intensidades de los picos de la fase β en los difractogramas tomados de diferentes secciones del material.

Para apoyar los resultados encontrados por dilatometría en cuanto a la evaluación de la temperatura β -transus, se realizaron pruebas de difracción de rayos X a alta temperatura para así evaluar la evolución de la transformación $\alpha + \beta \rightarrow \beta$.

En la figura 5.5 se muestran los difractogramas obtenidos a diferentes temperaturas dentro del intervalo de 750°C a 950°C correspondiente a la zona de transformación del material desde campo bifásico $\alpha + \beta$ al campo monofásico β .

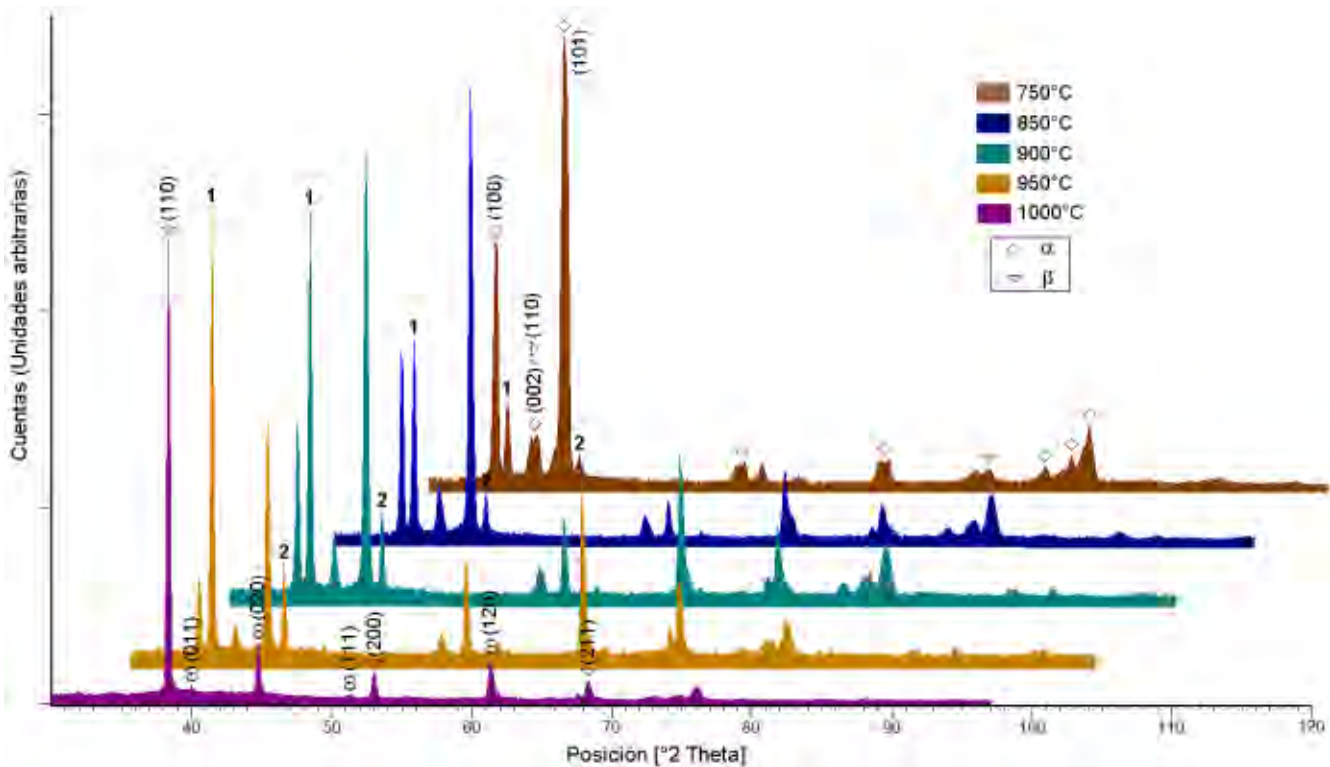


Figura 5.5 Difractogramas de alta temperatura de la aleación Ti6Al4V ELI donde se observa la evolución de la transformación $\alpha + \beta \rightarrow \beta$.

De los difractogramas mostrados en la figura 5.5 es posible apreciar la evolución de la transformación $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ por la variación de las intensidades de los picos correspondientes a cada fase. Teniendo en cuenta que las intensidades están directamente relacionadas con la cantidad de fase presente, las variaciones en intensidad de un difractograma a otro muestran la descomposición de la fase α en la fase β , generando así un aumento progresivo en la cantidad de β con el aumento de la temperatura.

La temperatura de 750°C corresponde al inicio de la transformación. Allí se observa la aparición de dos nuevos picos los cuales permanecen durante todo el intervalo y son quienes sufren la mayor variación en intensidad. Estos picos aparecen en posiciones adyacentes a los dos picos

principales de la fase α en 35.3°C y 40.4°C, los cuales son marcados como 1 y 2 en los difractogramas de la figura 5.5. De acuerdo al análisis comparativo realizado con los patrones de la base de datos PDF-2 (2006), las reflexiones 1 y 2 no corresponden a ninguna familia de planos de las dos fases presentes, teniendo en cuenta que dichas fases son α primaria y β retenida. De acuerdo a lo anterior, podría pensarse que las reflexiones 1 y 2 corresponden a una fase de transición debido a que tienden a desaparecer una vez finaliza el proceso de transformación. Debido a la cercanía que se presenta entre estas dos nuevas reflexiones y dos de los principales picos de α , se puede inferir que se trata de una estructura del tipo hexagonal. Adicionalmente, el incremento en las intensidades de 1 y 2 con la temperatura es proporcional a la disminución de $\alpha(100)$ y $\alpha(101)$ respectivamente, indicando que la formación de la nueva estructura con reflexiones en 1 y 2 ocurre a costa de la descomposición de los dos picos de α .

El Ti es un material que sufre polimorfismo bajo condiciones variables de temperatura y presión. Además de las dos formas estables α (HCP) y β (BCC) existe otra forma alotrópica del Ti. La fase omega (ω) puede ser obtenida de la fase α por la aplicación de suficiente presión o temperatura [10]. La estructura de la fase ω es también del tipo hexagonal perteneciendo al grupo espacial $P6/mmm$ o trigonal, perteneciendo al grupo espacial $P3m1$ dependiendo de la concentración de elementos aleantes. La densidad de empaquetamiento de planos asociada a la estructura hexagonal de la fase ω es menor que para las estructuras BCC de β y HCP de α [10]. Esto es observado claramente en los difractogramas de la figura 5.5. Sabiendo que ω posee también estructura hexagonal, es coherente entonces la cercanía entre los picos pertenecientes a esta fase indicados como 1 y 2 y los picos de la fase α . La variación en el valor de 2θ es debida a la diferencia en los parámetros de red de las dos estructuras. Como ya se había mencionado, la fase ω tiene una estructura más compacta en comparación con la estructura de α y por lo tanto tiene un menor espaciado interplanar para familias de planos equivalentes. Retomando la ley de Bragg se tiene que $n\lambda = 2d \sin\theta$, donde d es el espaciado interplanar de una familia de planos específica, λ la longitud de onda de la radiación incidente y θ el ángulo de difracción. De acuerdo a la fórmula una disminución en el valor de d implica un aumento en el ángulo θ para que la cantidad $n\lambda$ permanezca constante. Esto explica entonces los valores de θ ligeramente mayores para las reflexiones 1 y 2. En el difractograma de 1000°C de la figura 5.5 se observa que a esta temperatura todavía existe una pequeña cantidad de ω . Allí se indican los picos pertenecientes a esta fase los cuales son de menor intensidad respecto a las otras temperaturas, corroborando que ω es una fase de transición y que la tendencia es a desaparecer a temperaturas mayores a 1000°C.

Se calculó el difractograma de la fase ω por medio de refinamiento Rietveld con la ayuda del software *X'Pert HighScore Plus* conociendo los parámetros de red a y c y el grupo espacial $P6/mmm$. El difractograma obtenido a partir del refinamiento Rietveld es mostrado en la figura 5.6. Allí se indican los valores del ángulo de Bragg para las reflexiones calculadas así como las proporciones entre las intensidades.

Durante la etapa de calentamiento desde temperatura ambiente y hasta los 750°C solo se presenta dilatación del material, esto se evidencia debido al ensanchamiento y corrimiento de los picos para valores ligeramente más pequeños del ángulo de Bragg (2θ). Cuando el material

alcanza los 750°C, comienza a evidenciarse el proceso de transformación, inicialmente por la superposición del pico (110) de la fase β en 39.4° con el pico (200) de la fase α en 38.4° (ver figura 5.2). Lo anterior se debe a la presencia de la textura cristalográfica, generándose un proceso de transformación direccionado.

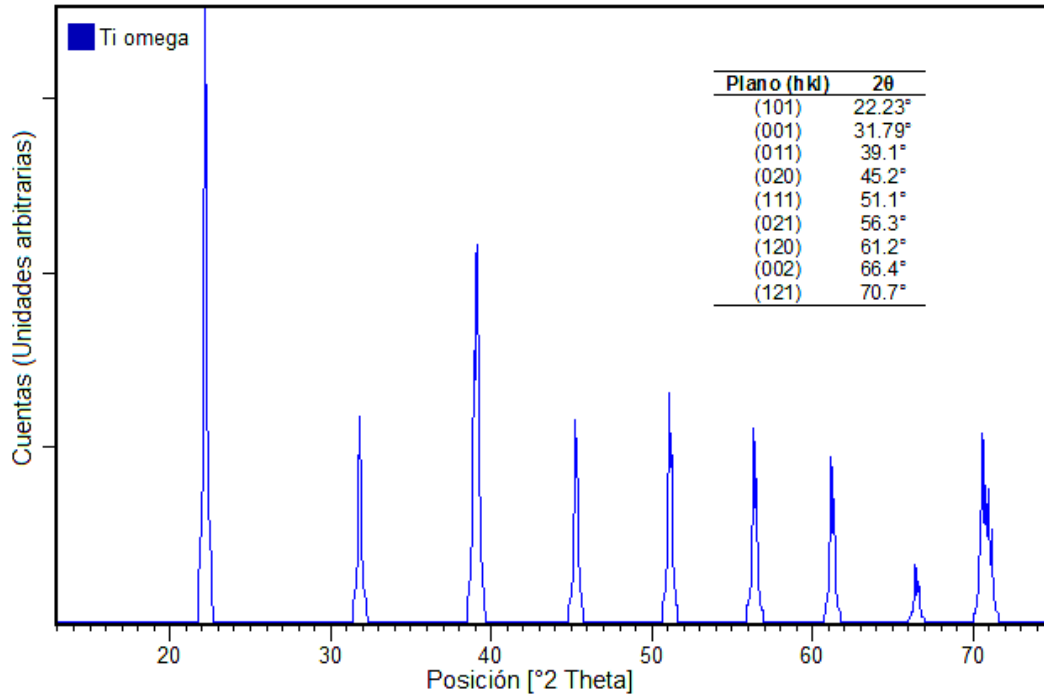


Figura 5.6 Diffractograma calculado por refinamiento Rietveld de la fase ω de la aleación Ti6Al4V ELI donde se muestran los picos pertenecientes a la fase y la relación de intensidad entre ellos.

Para una fase β que comienza a formarse a partir de α con orientación preferencial, existen sitios preferenciales de nucleación. Como ya había sido mencionado, en este caso se cumple la relación de Burgers $(110)_{\beta} // (002)_{\alpha}$, es decir, la familia de planos $\{110\}$ de la fase β comienza a nuclear preferencialmente a partir de alguno de los planos de la familia $\{002\}$ de la fase α , originando así la superposición de los picos correspondientes a estas reflexiones en el difractograma durante el avance de la transformación. Teniendo en cuenta lo anterior, el pico (110) de β sólo aparece completamente hasta que se alcanza el intervalo monofásico siendo además el pico de mayor intensidad como se muestra en el difractograma de 1000°C (ver figura 5.5). Allí se observan también los picos de difracción (200) y (211) de menor intensidad de estos picos respecto a sí mismos en los difractogramas de temperatura inferiores se debe al efecto de la temperatura, lo cual será explicado con detalle más adelante.

Para la cuantificación de las fases a partir de los resultados de difracción de rayos X se seleccionaron los picos de mayor intensidad de cada fase según la recomendación del método de comparación directa [6]. Según este método, es posible calcular el porcentaje de una determinada fase a partir de la intensidad integrada de un pico correspondiente a la misma.

Teniendo en cuenta que el material presenta textura cristalográfica lo cual ocasiona variaciones en las intensidades de los picos, fue necesario realizar la cuantificación a partir de varios difractogramas tomados de diferentes secciones de material empleando también diferentes pares de picos.

Se encontró que el material posee un 22 ± 2 % β a temperatura ambiente. Este resultado obtenido por difracción de rayos X es coherente con el obtenido por procesamiento digital de imágenes, el cual fue de 24 ± 1 %. En la figura 5.7 se muestra un ejemplo del tratamiento realizado a una imagen de microscopía óptica mediante el software para el procesamiento digital de imágenes *ImageJ*.

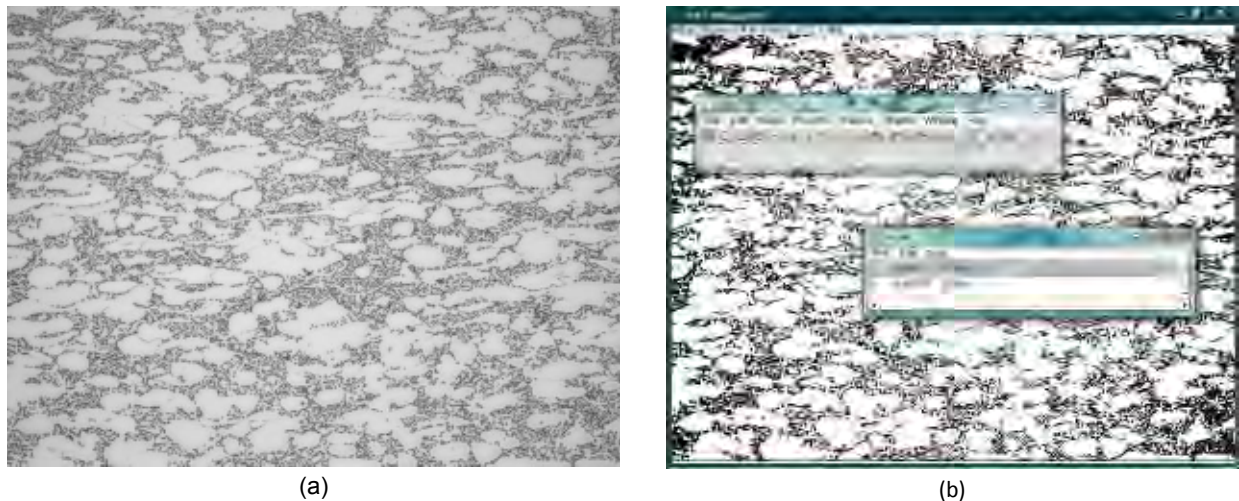


Figura 5.7 Micrografía óptica de la aleación Ti6Al4V ELI en (a) formato original y (b) después de la binarización por procesamiento digital de imágenes para la cuantificación de fases.

Con el fin de determinar las condiciones del material a las temperaturas de trabajo seleccionadas y así mismo correlacionarlas con el estado final del material para cada condición, se calculó el porcentaje de fases a 900°C y 950°C , teniendo en cuenta que a tales temperaturas el material todavía posee una microestructura bifásica.

Para la cuantificación de fases a altas temperaturas fue necesario re-calcular el término de la ecuación 4.2 correspondiente al factor temperatura (e^{-2m}). Un aumento en temperatura disminuye la intensidad del haz difractado por efecto de deslocalización de los átomos en el plano por el aumento de la vibración atómica. Los átomos pueden estar en un instante dado vibrando con cierta amplitud respecto a su posición de equilibrio y en cualquier dirección, esto hace que los átomos se desplacen aleatoriamente alrededor de su posición de equilibrio definiendo así una región del plano de difracción para la cual se puede definir un espesor. De esta forma la superposición de las radiaciones dispersadas al ángulo de Bragg para varios planos paralelos no será tan perfecta como lo sería para un cristal con los átomos idealmente fijos. Esto requiere que la diferencia de camino óptico entre ondas dispersadas por planos adyacentes, sea una integral de las longitudes de onda [11]. Por lo tanto el factor temperatura es un factor de corrección que se emplea para compensar la disminución de las intensidades de los picos de difracción para una determinada temperatura.

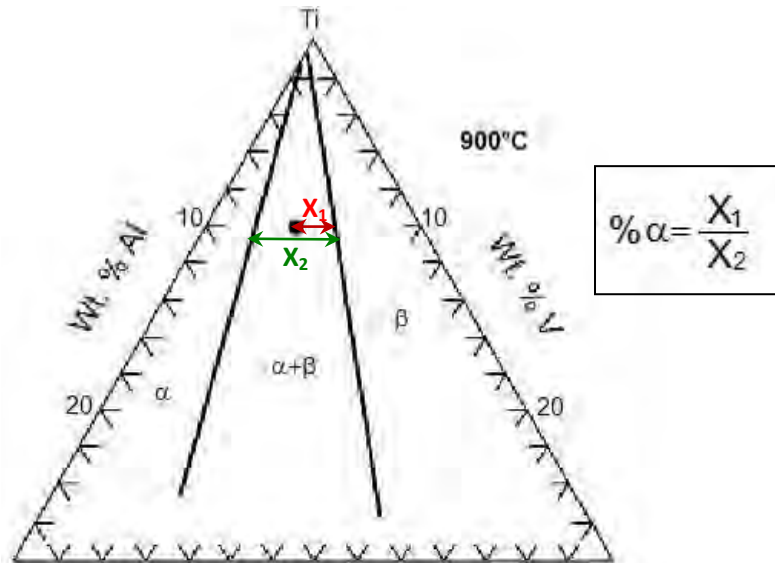
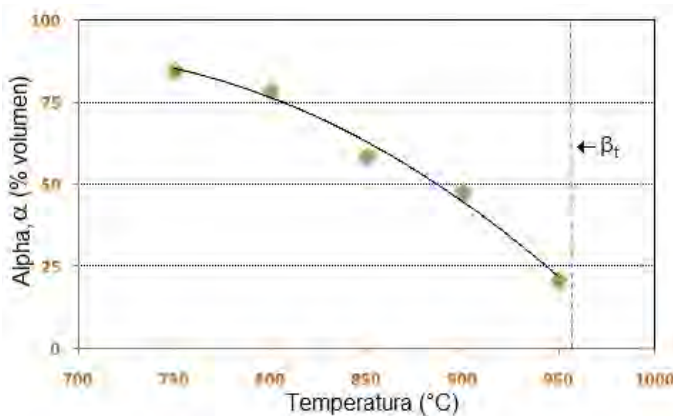


Figura 5.8 Sección isoterma a 900°C del extremo rico en Ti del sistema ternario Ti-Al-V indicando el cálculo del porcentaje de α por el método de la palanca. El punto sólido corresponde a la composición Ti6Al4V [2].

Calculando los valores del factor de temperatura para los picos seleccionados para la cuantificación, se encontró que el material posee un 48 ± 1 % de α a 900°C. Este resultado fue corroborado con cálculos realizados en una sección isoterma a 900°C del diagrama de fases ternario del sistema Ti-Al-V (figura 5.8), en la cual se obtuvo un 49 % de α . Para la temperatura de 950°C se obtuvo un valor de 22 ± 3 % de α .

Para el cálculo de la cantidad de α a partir de la isoterma del diagrama de fases se trazó una *tie line* paralela a la base del triángulo (figura 5.8), esto debido a que las líneas que delimitan las fases son aproximadamente perpendiculares a la base. Comparando el resultado obtenido por este método con el encontrado por DRX, se corroboró que esta suposición fue adecuada.



Temperatura (°C)	α (% volumen)
750	85 ± 7
800	79 ± 3
850	59 ± 5
900	48 ± 1
950	22 ± 3

Figura 5.9 Variación de la fracción volumétrica de la fase α en función de la temperatura en el intervalo de transformación entre 750°C y 950°C de la aleación Ti6Al4V ELI medida mediante difracción de rayos X.

Resultados adicionales sobre el proceso de la transformación $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ fueron extraídos de los resultados de difracción de rayos X. En la figura 5.9 se muestra una gráfica del porcentaje en volumen presente de la fase α para diferentes temperaturas dentro de intervalo de 750°C a 950°C. Allí se aprecia el efecto de la disminución de la fracción volumétrica con el progresivo aumento de la temperatura.

5.2 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE TEMPERATURA SOBRE LA MICROESTRUCTURA RESULTANTE DEL PROCESO DE DEFORMACIÓN

Como ya se ha discutido previamente, la microestructura de la aleación Ti6Al4V depende de diversos factores como la tasa de enfriamiento, la composición química de la aleación y la temperatura a partir de la cual se va a originar el enfriamiento, ya sea que corresponda al campo bifásico o monofásico, así como los diferentes procesos termomecánicos que se lleven a cabo sobre la aleación.

En la figura 5.10 se muestra la microestructura obtenida en las muestras de material forjadas a 1000°C. Esta microestructura se obtiene como resultado de un proceso de enfriamiento lento desde el campo monofásico de la aleación, es decir, desde temperaturas superiores a los 950°C.

La microestructura mostrada en la figura 5.10 posee una morfología del tipo *Widmanstätten* compuesta por laminillas delgadas de α en una matriz de β retenida. En la figura se alcanzan a observar los contornos de los antiguos límites de grano de la fase β .

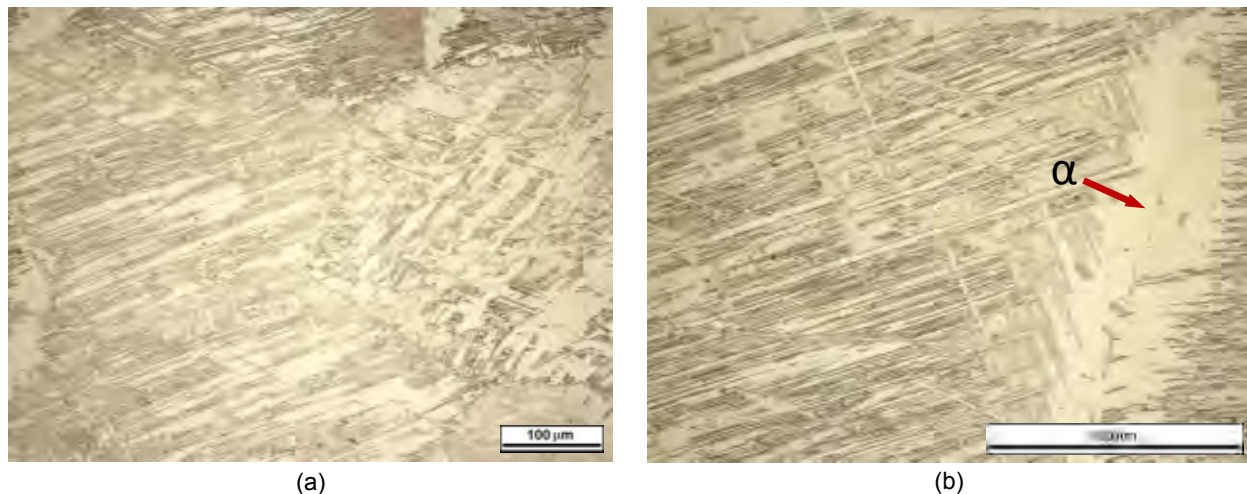


Figura 5.10 Microestructura *Widmanstätten* la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 1000°C y enfriada al aire donde se aprecian (a) los antiguos contornos de los granos de β y (b) y la fase α formada en dichos contornos.

Durante el proceso de enfriamiento la fase α primaria nuclea preferencialmente en los límites de grano de β formando una capa más o menos continua, pero transcurrido un tiempo comienzan a formarse laminillas de α que avanzan hacia el interior de los granos de β gracias a un crecimiento epitaxial a partir de la interfase entre α y β , dando lugar a la microestructura tipo *Widmanstätten*.

Cada paquete de laminillas que crece con la misma orientación (paralelas entre sí) es llamado colonia de α [2]. El crecimiento de los paquetes de laminillas de α continúa hacia el interior del grano hasta encontrarse con otras colonias que crecieron con una orientación diferente. Las laminillas individuales de α dentro de cada colonia están separadas por una matriz β de retenida.

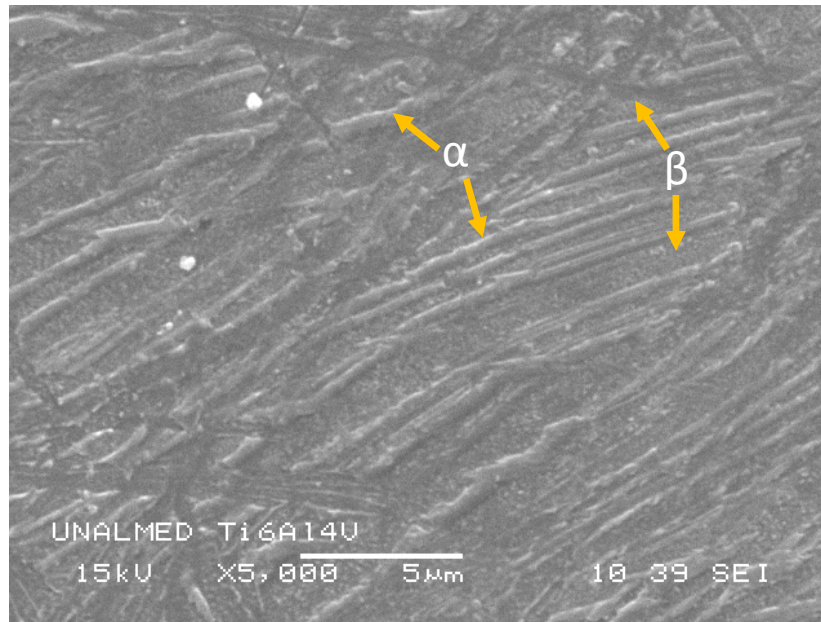


Figura 5.11 Micrografía de MEB donde se muestra el detalle de las laminillas de α al interior del grano en una matriz de β retenida.

Este fenómeno de crecimiento selectivo le da a la microestructura una apariencia característica conocida como tipo “canasta” la cual es observada más frecuentemente en aleaciones con un alto contenido de estabilizadores de β [2]. Se reportó un valor de dureza de 332 HV para esta microestructura, lo cual no representa una variación significativa con respecto a la dureza del material en estado no deformado. Se estimó un tamaño de grano promedio de $375 \pm 106 \mu\text{m}$ con una distribución muy heterogénea de los tamaños los cuales varían entre 200 y 600 μm .

El principal factor que gobierna la formación de las laminillas de α es la composición de la fase β , lo cual depende de la fracción de volumen de β presente en la etapa inicial del material a partir de la cual se genera el calentamiento. Si la velocidad de enfriamiento desde el campo monofásico no es seleccionada con el fin de controlar el porcentaje de β final, entonces será difícil predecir si ocurrirá o no la formación de las laminillas de α .

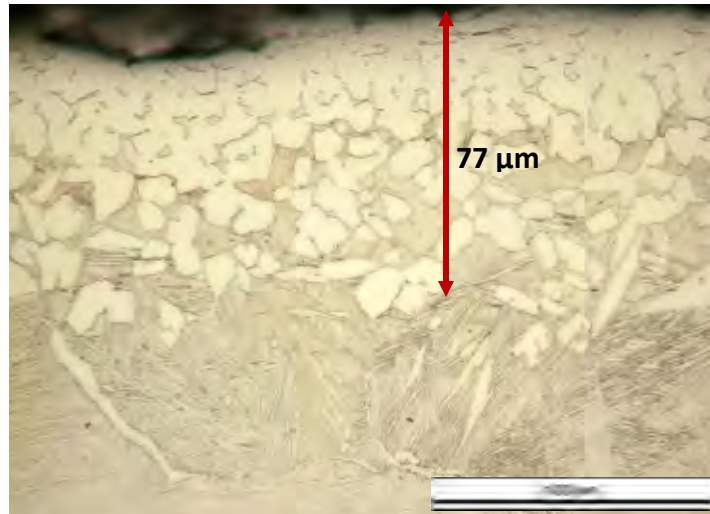


Figura 5.12 Micrografía óptica de una región transversal cercana a la superficie de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 1000°C y enfriada al aire donde se observa una capa de α estabilizada con morfología equiaxial debido a la contaminación superficial con oxígeno.

En la figura 5.12 se muestra una imagen de una región cercana a la superficie de una sección transversal del material forjado a 1000°C. Allí se observa la aparición de una capa superficial de α equiaxial estabilizada por la contaminación superficial con oxígeno. Al mismo tiempo esta fase experimenta el fenómeno de endurecimiento por la presencia del oxígeno en solución sólida lo cual es corroborado a partir de las mediciones de microdureza realizadas en la capa, para la cual se encontró un valor de 566 HV en comparación con un valor de 333 ± 9.7 HV en el núcleo del material. Este efecto puede observarse con mayor facilidad comparando los valores del esfuerzo de flujo de los 4 grados principales del Ti cp. Los niveles de oxígeno se encuentran entre 0.18 % para el grado 1 y 0.4 % para el grado 4 (Tabla 2.3), generando una variación desde 170 MPa hasta 480 MPa para el grado 1 y el grado 4 respectivamente [3].

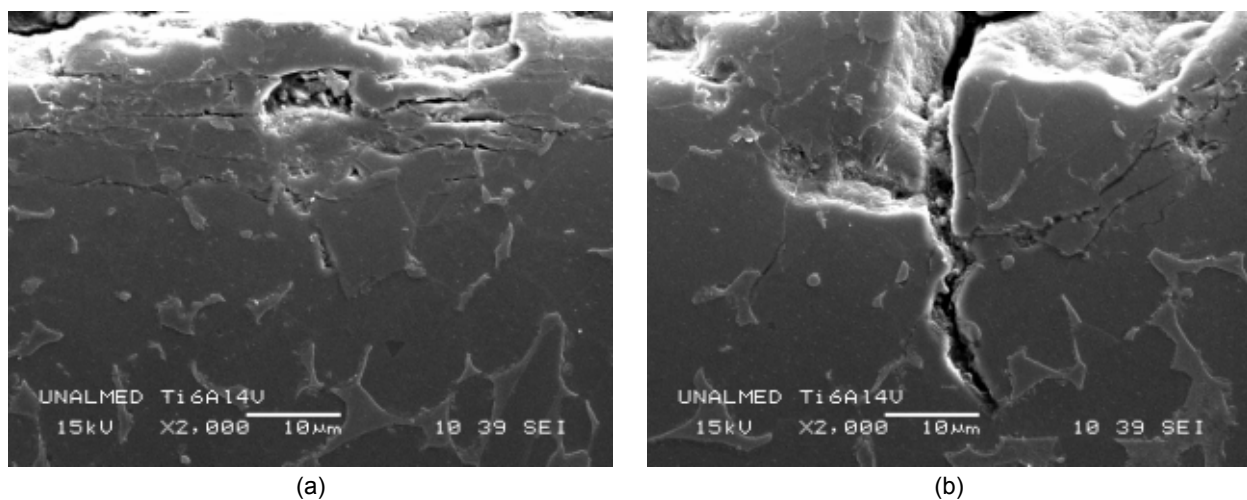


Figura 5.13 Micrografías de MEB donde se observa la aparición de microgrietas (a) intergranulares y (b) transgranulares en la capa de α estabilizada por la contaminación con oxígeno.

El oxígeno también promueve la formación de la fase β_2 , principalmente en aleaciones que poseen un alto contenido de Al (alrededor de 6%), se presenta precipitados de partículas muy finas en la matriz de α primaria y solo pueden observarse mediante microscopía electrónica de transmisión. Estas partículas generan un aumento en el esfuerzo de flujo del material debido a que ellas representan un obstáculo para el movimiento de las dislocaciones, resultando en la generación de bandas de deslizamiento que promueven la nucleación de microgrietas. Este fenómeno es mostrado en las micrografías de microscopía electrónica de la figura 5.13. Allí se evidencia la fractura de la capa por la nucleación y propagación de microgrietas debido a la aplicación de cargas mecánicas asociadas al proceso de deformación. Las microgrietas sub-superficiales se generan paralelamente y perpendicularmente a la superficie mostrando una propagación intergranular y transgranular. En las imágenes el eje vertical coincide con la dirección de aplicación de la carga en la prueba de forjado. La magnitud del efecto de nucleación y crecimiento de las microgrietas depende de la longitud de deslizamiento, siendo esto muy pronunciado para microestructuras con morfología laminar gruesa y menos pronunciado para microestructuras bimodales [2]. El espesor medido de la película enriquecida en oxígeno fue de $77 \pm 5 \mu\text{m}$. En el núcleo del material donde la microestructura es tipo *Widmanstätten*, no se presentó este fenómeno de agrietamiento.

En la figura 5.14 se muestran los difractogramas de rayos X de la aleación Ti6Al4V ELI en el estado forjado a 1000°C , para una sección longitudinal y otra transversal. En la figura se observan los picos correspondientes a cada fase con su respectiva familia de planos donde nuevamente ocurre variación en las intensidades de los principales picos con una orientación preferencial del plano (100) en la sección longitudinal y del plano (002) en la sección transversal.

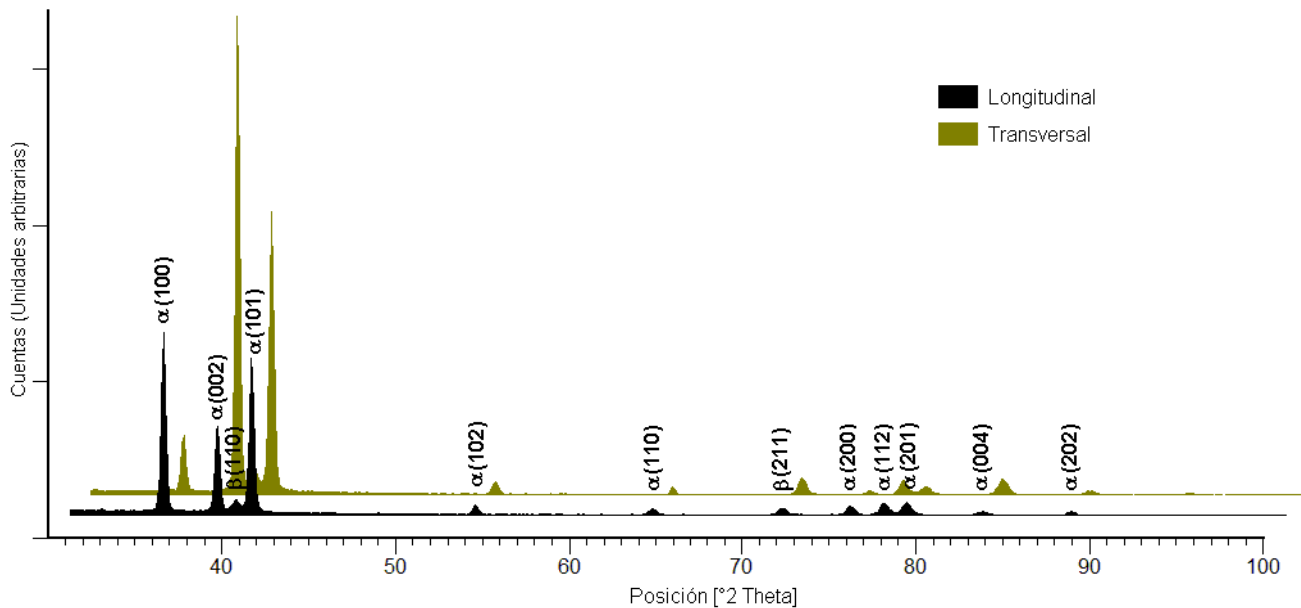


Figura 5.14 Difractogramas de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 1000°C y enfriada al aire tomados de secciones longitudinales y una transversales mostrando la variación en intensidad de los picos de la fase α .

Como ya fue discutido en la sección 5.1, la textura cristalográfica preferencial es bastante frecuente en las aleaciones de Ti siendo difícil de evitar cuando el material es sometido a procesos de deformación convencionales. Esta textura igualmente direcciona el proceso de la transformación durante el enfriamiento posterior a la deformación. Si se generan orientaciones cristalográficas preferenciales en la fase β por una deformación inducida por encima de la temperatura β -transus (campo monofásico), la fase α que se formará a partir de la fase β tendrá sitios preferenciales de nucleación correspondientemente. Por ejemplo, durante el enfriamiento desde el campo monofásico solamente uno de los seis posibles planos de la familia $\{110\}$ será seleccionado preferencialmente por la fase α para cumplir con la relación de Burgers $(110)_\beta // (002)_\alpha$. Este crecimiento selectivo de α da como resultado una textura del tipo transversal (T) [2]. A bajas temperaturas de deformación, donde el material es bifásico y posee un alto porcentaje de la fase α , se desarrolla una textura tipo basal/transversal (B/T). La textura resultante de la fase α , ya sea por la transformación direccionada a partir de β con textura o por la deformación inducida en la misma, es difícil de evitar pues para que se propicie el fenómeno de recrystalización se deben inducir porcentajes de deformación lo suficientemente elevados en el material. Se encontró un 24 ± 1 % de la fase β por la técnica difracción de rayos X contra un 27 ± 2 % medido por procesamiento digital de imágenes.

En la figura 5.15 se muestra la microestructura resultante en la aleación Ti6Al4V ELI después del proceso de deformación a 950°C y un posterior enfriamiento al aire. La microestructura consta de granos aislados de la fase α en una matriz α laminar y β retenida. Esta morfología es conocida como la microestructura bimodal o dúplex del Ti.

Las microestructuras bimodales son estructuras que presentan una alta fracción volumétrica de la fase α debido a que los granos de alfa primaria tienden a interconectarse durante la transformación [2]. Este fenómeno fue observado en diferentes zonas de la microestructura del material como se observa en las imágenes de la figura 5.15.

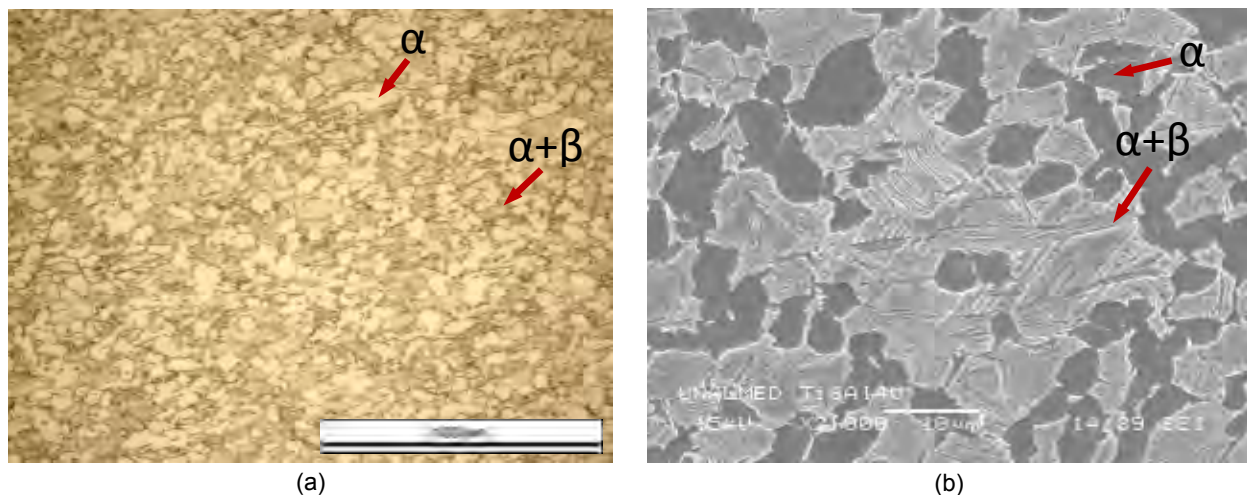


Figura 5.15 Micrografías (a) ópticas y de (b) MEB de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 950°C y enfriada al aire. La microestructura consta de granos aislados de α en una matriz de α laminar y β retenida del tipo bimodal.

El mecanismo de transformación para la obtención de una microestructura con morfología bimodal es el mismo mecanismo que ya fue descrito para la microestructura tipo *Widmanstätten*. La diferencia radica en que para el caso de la microestructura *Widmanstätten*, el enfriamiento se genera desde el campo monofásico de β nucleando inicialmente la fase α a los límites de grano de β y posteriormente al interior del grano como colonias de laminillas. Para la microestructura bimodal, el enfriamiento se genera desde el campo bifásico de la aleación ocurriendo simultáneamente los fenómenos de nucleación y crecimiento de la primaria, teniendo en cuenta que en el material ya existía una cantidad previa de esta la cual corresponde a las regiones que aún no se han descompuesto en β , y la α laminar distribuida como paquetes de laminillas al interior de los granos de β .

Un incremento en la tasa de enfriamiento genera una disminución en el espesor de las laminillas de α al igual que en el tamaño final de las colonias [2]. Aunque en este caso no existe una variación de la tasa de enfriamiento para las condiciones de procesamiento seleccionadas, la variación en temperatura implica condiciones de deformación y de transformación diferentes. Por ejemplo, la difusión tiene una gran dependencia con la temperatura dándose con mayor facilidad a temperaturas mayores. En este caso ocurre la difusión de elementos sustitucionales, como el Al y el V como aleantes, y de intersticiales como O, Fe y C como elementos impureza. Para la microestructura bimodal mostrada en las imágenes de la figura 5.15 las colonias de laminillas de α que nuclearon inicialmente en los límites de grano de β ya no llenan completamente el interior del grano por lo que nuevas colonias comienzan a nuclear también en los límites de grano de otras colonias ya formadas, tendiendo a crecer casi perpendicularmente respecto a la colonia inicial. Esto tiende a minimizar las deformaciones elásticas asociadas al proceso de transformación [2]. En la figura 5.16 se muestra una micrografía MEB donde se señala la ocurrencia de esta orientación entre colonias.

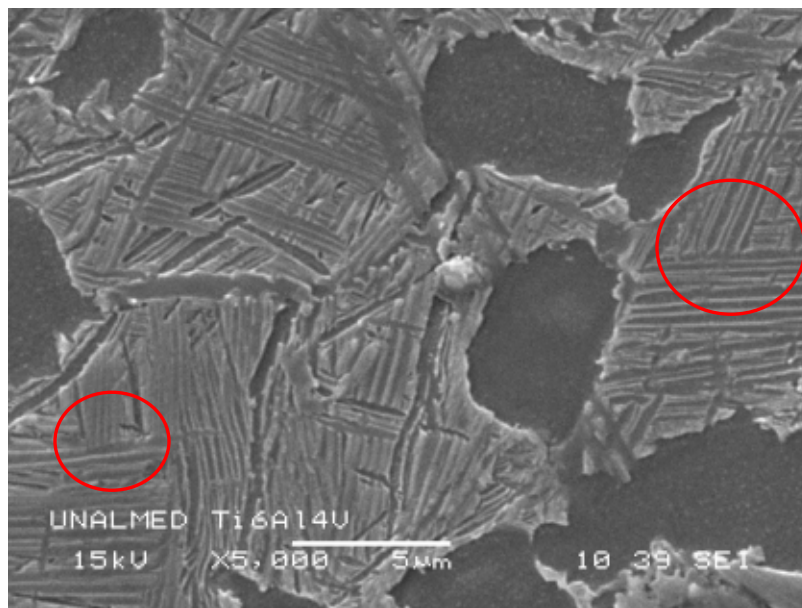


Figura 5.16 Micrografía MEB de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 950°C y enfriada al aire mostrando la relación de orientación entre diferentes colonias de α pertenecientes a un mismo grano.

Se midió una dureza de 338 ± 11 HV para la microestructura bimodal. Nuevamente, esto no representa una variación significativa con respecto a la dureza del material en el estado de entrega y la condición forjada a 1000°C . El tamaño de grano estimado fue $8 \pm 1 \mu\text{m}$ el cual es mucho menor comparado con el tamaño estimado para la condición de 1000°C .

Observando las muestras mediante las técnicas MO y MEB, se encontró la presencia de unas partículas ubicadas en la matriz bifásica. Mediante microsonda EDS acoplada al microscopio se hizo un análisis de la composición química de estas partículas para determinar su naturaleza. En la figura 5.17 se muestra una imagen de MEB donde se señala el punto donde se realizó el análisis químico con su respectivo espectro EDS y la tabla de resultados. **Estas partículas son impurezas de carburo de titanio (TiC) las cuales son el resultado de la contaminación del material durante la fabricación. Según lo anterior, estas impurezas también se encuentran en la condición de entrega aunque son difícilmente observables debido a la morfología de la microestructura que tiende a camuflarlas entre las partículas dispersas de β estabilizada, además de que son de tamaños comparables.**

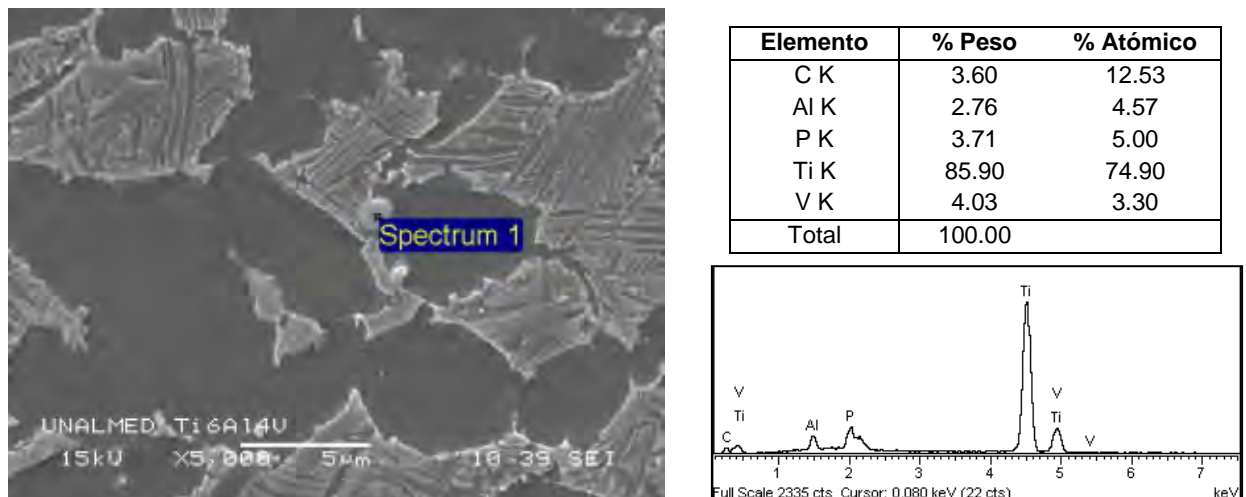


Figura 5.17 Microanálisis químico puntual de las partículas encontradas en la matriz bifásica donde se muestran los resultados del análisis y el espectro EDS obtenido.

Los difractogramas tomados de secciones longitudinales y transversales de muestras del material forjado a 950°C son mostrados en la figura 5.18. Allí se observan los picos ya listados para las dos fases. En este caso las variaciones en intensidad de una sección a otra no ocurren en los picos principales sino en dos picos de mayor valor del ángulo de Bragg (2θ) ubicados en 76.8° y 78.1° , con una orientación preferencial del plano (112) en la sección longitudinal y del plano (201) en la sección transversal. Esto indica otro tipo de textura cristalográfica diferente a la encontrada en el material deformado a 1000°C . Como ya fue discutido y analizado con anterioridad, la textura generada en el material depende del campo de deformaciones generado, siendo esto corroborado con los resultados obtenidos para las dos condiciones de deformación ya discutidas.

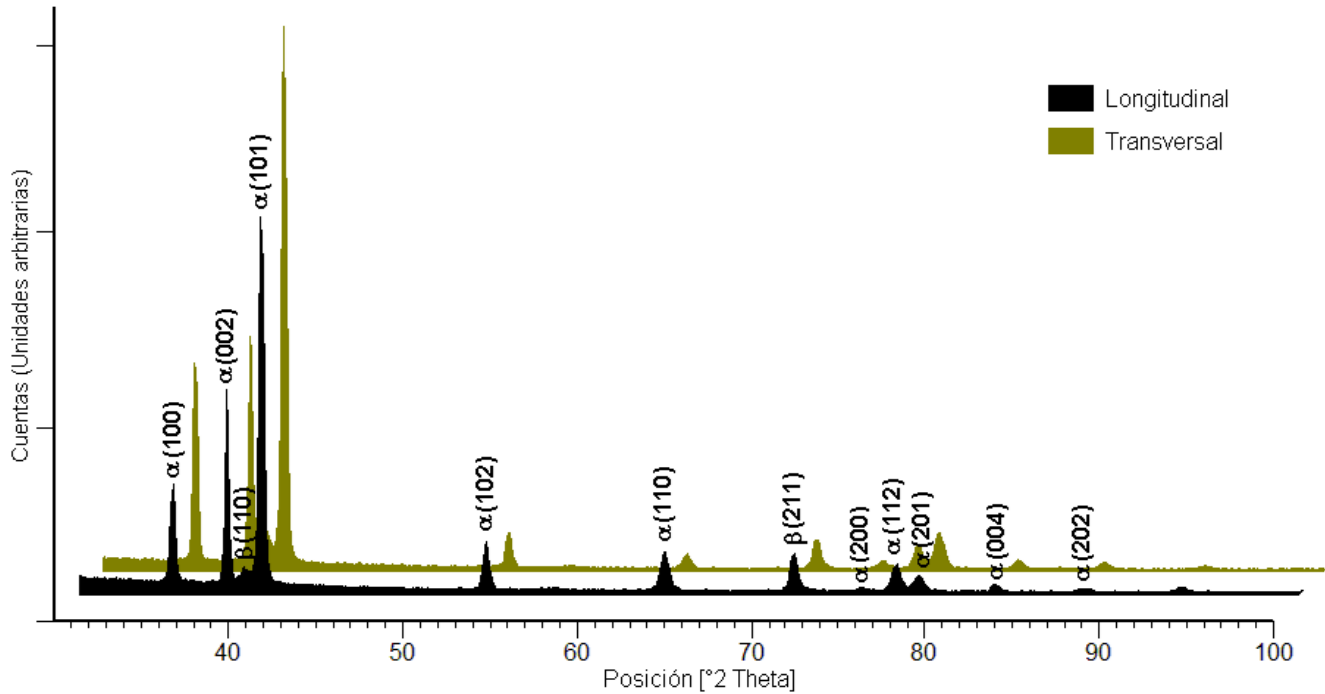


Figura 5.18 Difractogramas de secciones longitudinales y transversales de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 950°C y enfriada al aire.

Las muestras deformadas a 950°C poseen un 22 ± 7 % de la fase β a temperatura ambiente de acuerdo al cálculo realizado por difracción de rayos X comparado con un 23 ± 1 % encontrado por procesamiento digital de imágenes. Este valor es ligeramente menor al encontrado para el material forjado a 1000°C, condición para la cual el material está compuesto casi completamente por granos bifásicos de α laminar y β transformada con una pequeña cantidad de α primaria distribuida a los límites de grano. Para la condición de 950°C además de las regiones bifásicas de $\alpha + \beta$, la microestructura está compuesta por granos de primaria distribuidos en dicha matriz, lo que genera un aumento en la fracción volumétrica de α .

La microestructura del material deformado a 900°C y enfriado al aire se muestra en la figura 5.19. Como para el caso del material forjado a 950°C, esta microestructura es del tipo bimodal o dúplex. En este caso las regiones bifásicas de α laminar y β retenida (formados de los granos originales de β) se encuentran distribuidas en una matriz de α primaria.

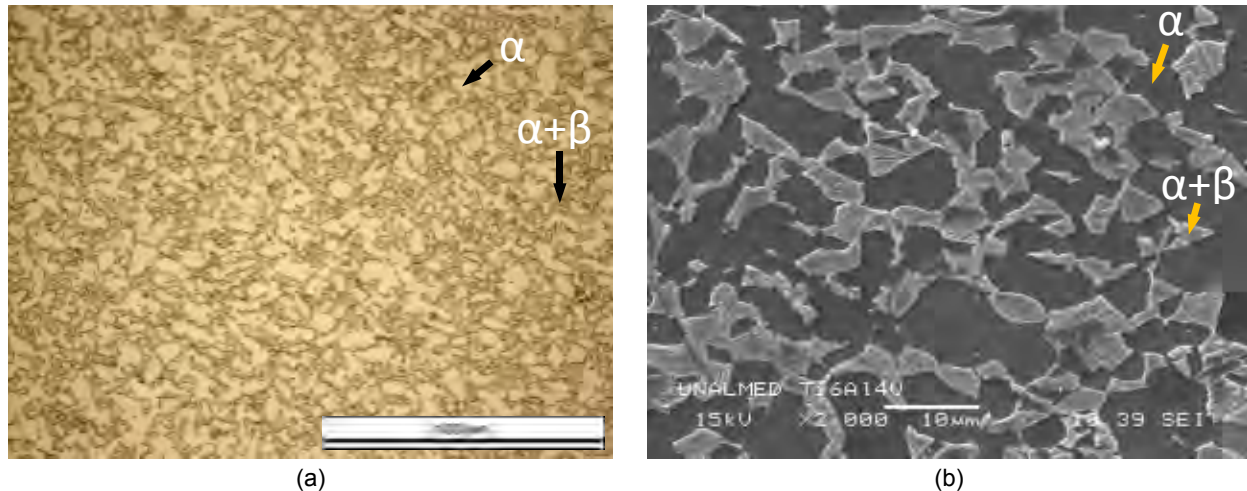


Figura 5.19 Micrografías (a) MO y (b) MEB mostrando la microestructura de la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 900°C y enfriada al aire. Consta de granos bifásicos de α laminar y β retenida en una matriz de α primaria.

El tamaño de grano de las regiones bifásicas es ligeramente menor respecto al tamaño encontrado para la condición deformada a 950°C. Esto es en promedio $7\pm 1 \mu\text{m}$. A 900°C el material posee un 48% de la fase α primaria comparado con un 22% que posee a 950°C. Esto implica que a 900°C el material tiene un menor número de sitios disponibles para nuclear, sabiendo que son las intercaras entre β y α primaria, siendo α quien compone la matriz delimitando los granos de β . Adicionalmente, el tamaño de las colonias y el espesor de las laminillas de α que conforman las colonias es menor para la condición deformada a 900°C.

Como ya se había mencionado, los fenómenos difusivos no ocurren con la misma facilidad para las tres condiciones, favoreciéndose a temperaturas mayores. Teniendo en cuenta que las microestructuras analizadas son el resultado de procesos difusionales, el tamaño de las colonias y el espesor de las laminillas se ven fuertemente influenciados por este factor. En general se encontró una disminución en estas dos características con la disminución de la temperatura de deformación.

Se midió una dureza de $337\pm 11 \text{ HV}$ para la condición forjada a 900°C, lo cual no representa una variación significativa respecto a las otras dos condiciones deformadas y al material en estado de entrega.

En la figura 5.20 se muestra una micrografía MEB del material forjado a 900°C donde se observa nuevamente la presencia de unas partículas ubicadas preferencialmente dentro de las regiones bifásicas de la microestructura. Según el análisis realizado mediante microsonda EDS se trata de las mismas partículas impureza de TiC encontradas en la condición de 950°C. Es importante resaltar que el porcentaje atómico reportado en la tabla de la figura 5.20 no coincide idealmente con la estequiometría del carburo identificado debido a que cuando se trabaja con esta técnica existe un volumen de interacción con la muestra que puede llegar a ser lo suficientemente grande como para alcanzar a cubrir parte de la matriz y no solo la región de

interés. Este volumen de interacción depende del voltaje de trabajo y del número atómico promedio de la muestra.

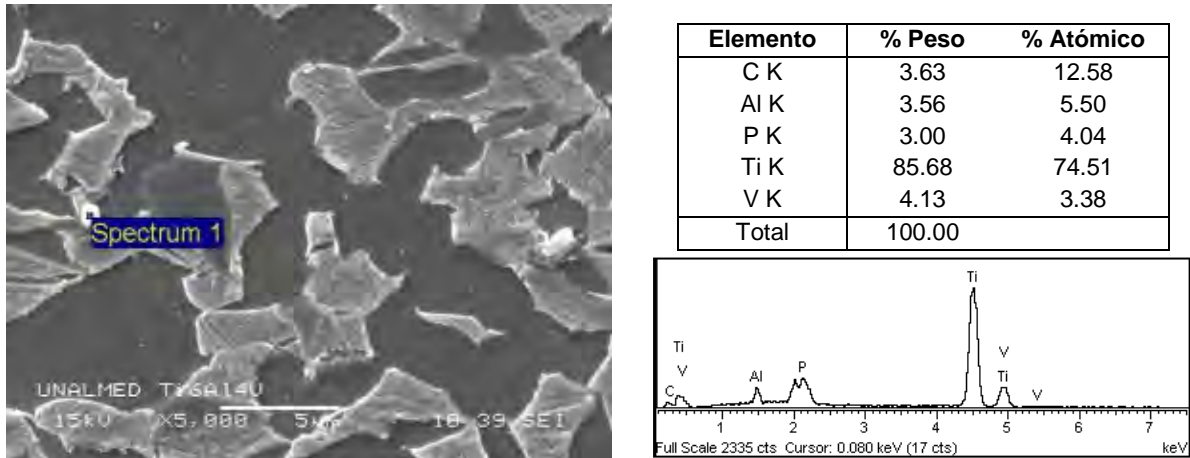


Figura 5.20 Microanálisis químico puntual de las partículas encontradas en la región bifásica donde se muestran los resultados del análisis y el espectro EDS obtenido.

En la figura 5.21 se muestran los difractogramas obtenidos para la condición de 900°C. En este caso se encontró variación en las intensidades de cuatro picos de la fase α de una sección a otra de las muestras. Dos de los picos principales ubicados en 35.3° y 38.5°, y dos de los picos de altos ángulos en 76.8° y 78.1°. Es decir, existe orientación preferencial de los planos (002) y (112) en la sección longitudinal y de los planos (110) y (201) en la sección transversal. Esto constituye una combinación de las texturas cristalográficas encontradas para las otras dos condiciones de forjado, orientación preferencial de los dos primeros planos mencionados para la condición de 1000°C y de los otros dos planos para la condición de 950°C.

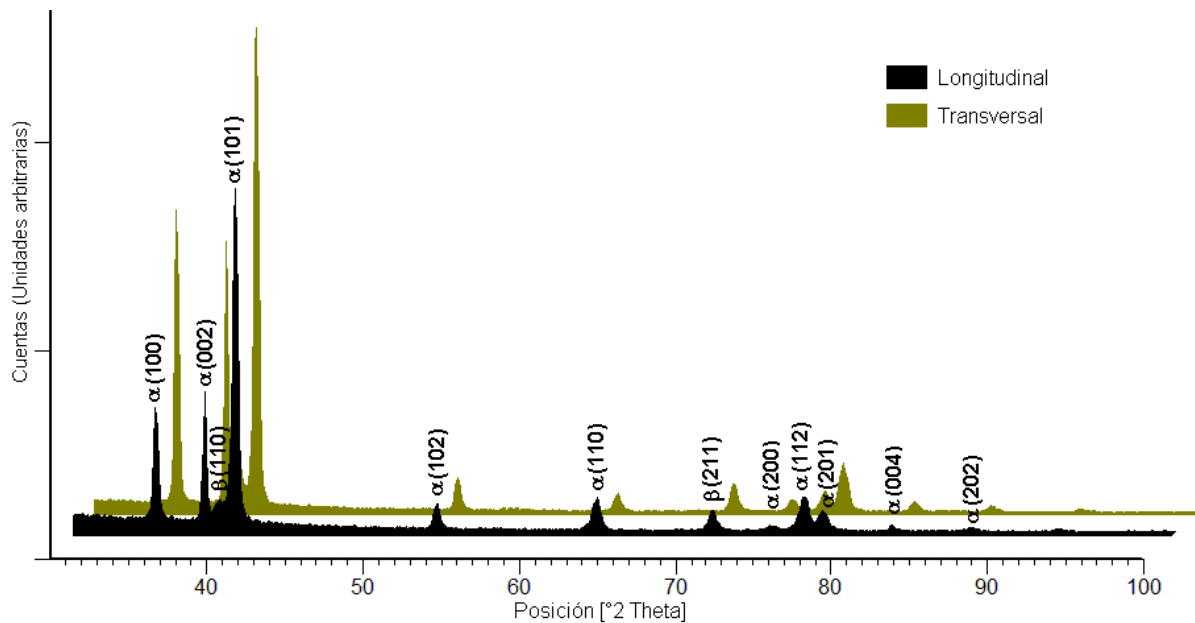
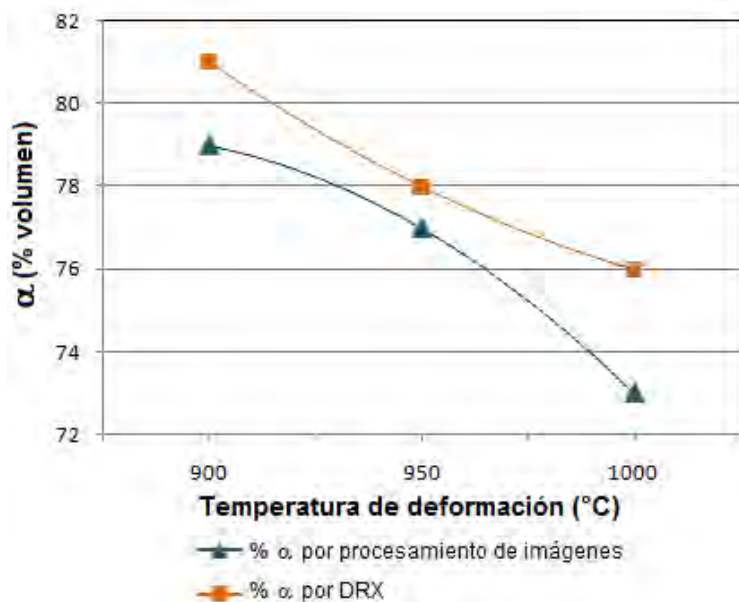


Figura 5.21 Difractogramas de secciones longitudinales y transversales de la aleación Ti6Al4V ELI forjada a 900°C y enfriada al aire.

De acuerdo a la cuantificación realizada por difracción de rayos X el material forjado a 900°C posee un 19±7 % de β a temperatura ambiente contra un 21±1 % medido por procesamiento digital de imágenes. Nuevamente se reporta un aumento en la fracción volumétrica de α respecto a la condición inmediatamente anterior, siendo esto resultado de que para la condición de 900°C la matriz se encuentra compuesta por la fase α primaria rodeando las regiones bifásicas, las cuales son de menor tamaño con respecto a la condición de 1000°C. En la tabla de la figura 5.19 se resumen los resultados obtenidos para la cuantificación de fases a temperatura ambiente de acuerdo a cada condición según las dos técnicas empleadas.

De la tabla de la figura 5.22 puede observarse el efecto de la disminución en el porcentaje de α total (α primaria + α laminar) con el aumento de la temperatura de deformación. A 900°C la aleación posee un 48% de α quedando finalmente un 78% después del enfriamiento, lo que indica que finalmente un 34% de la β disponible a alta temperatura transformó en α primaria. A 950°C existe un 22%, transformando finalmente un 56% de β. Mientras que a 1000°C donde el material se encuentra completamente en el campo monofásico, alcanza a transformar un 76% de la β total. Esto muestra que la presencia de un porcentaje mayor de β a elevadas temperaturas (dentro del intervalo de transformación entre 750°C y 950°C) y para un enfriamiento al aire, hace que una mayor cantidad de la fracción volumétrica del material transforme finalmente en α, refiriéndose tanto a la α primaria que nuclea inicialmente en los límites de grano como a la α laminar que nuclea y crece hacia el interior de los granos de β.



Condición del material	α _T , (% volumen)	
	Difracción de rayos X	Análisis digital de imágenes
Entrega	78±2	76±1
Forjado 900°C	81±6	79±1
Forjado 950°C	78±7	77±1
Forjado 1000°C	76±1	73±2

Figura 5.22 Comparación entre el porcentaje de α total a temperatura ambiente medido por DRX y procesamiento digital de las imágenes tomadas por MEB.

En la figura 5.23 se muestra un esquema de la variación en la sección transversal de las muestras deformadas indicando el valor de la deformación unitaria alcanzada para cada temperatura de trabajo. Allí se observa que la mayor deformación es obtenida para la condición deformada a 1000°C, mientras que la menor deformación se obtuvo para la temperatura de 900°C.

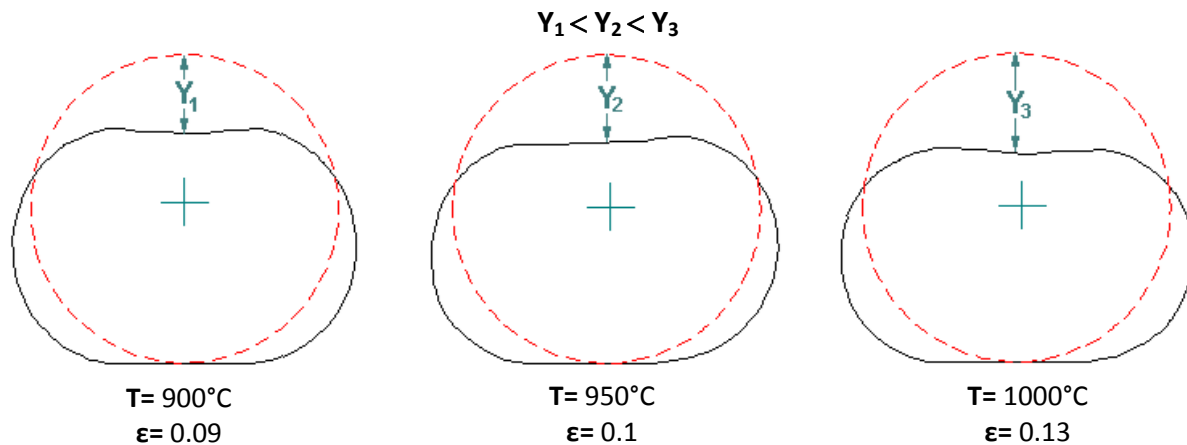
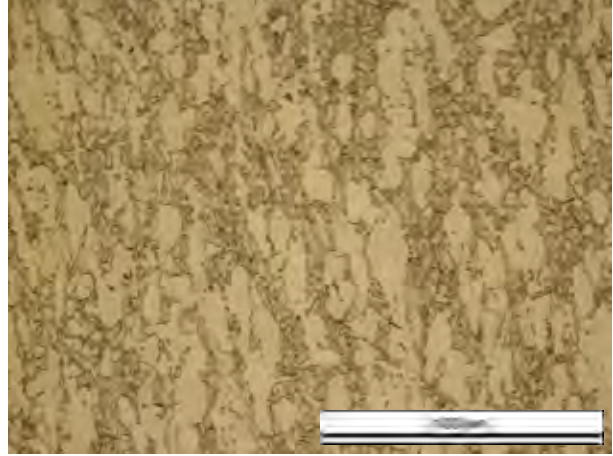
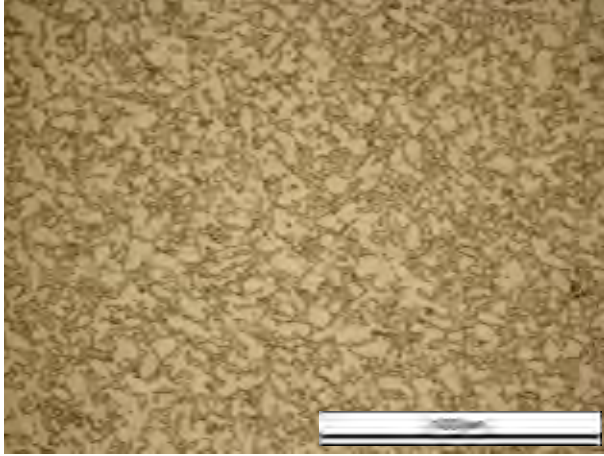


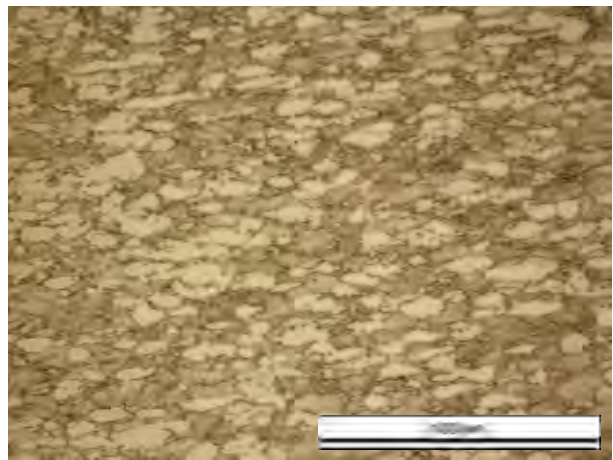
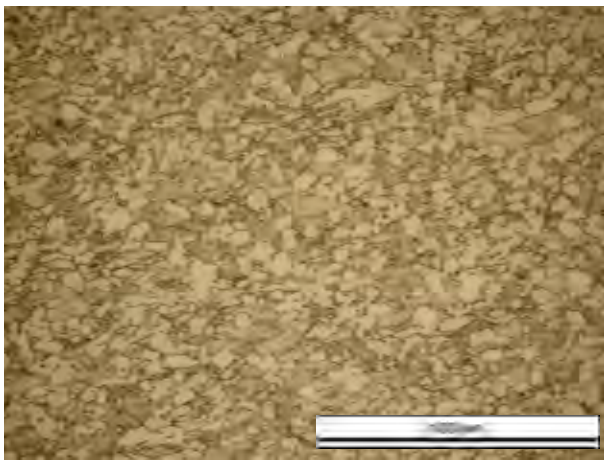
Figura 5.23 Esquema de la variación de la sección transversal de las muestras deformadas para las temperaturas de trabajo seleccionadas. El círculo punteado indica la geometría del material antes de la deformación con un diámetro inicial de 14.2 mm.

Teniendo en cuenta que para las tres temperaturas se utilizaron las mismas condiciones de carga (10 Ton) y velocidad de avance de la herramienta (1.85 mm/s), la variación en la máxima deformación obtenida se debe principalmente a la cantidad de α primaria la cual se encuentra en mayor cantidad a 900°C . La fase α presenta un comportamiento dúctil en el Ti cp debido a los numerosos modos de deformación por maclado que posee además de los convencionales sistemas de deslizamiento por movimiento de dislocaciones [2]. Sin embargo, el maclado es inhibido en las aleaciones tipo $\alpha+\beta$ por el alto contenido de elementos α en solución presencia de precipitados como Ti_3Al . La temperatura es otro factor que inhibe el maclado para un amplio intervalo de tasas de deformación. La energía de activación para la auto-difusión del Ti en la fase α es similar a la energía para la auto-difusión del aluminio en la misma fase. **Por lo tanto en este régimen de temperatura la deformación es controlada por la activación térmica de las dislocaciones en un intervalo de corto alcance [12].** Lo anterior sugiere que el maclado no es el principal mecanismo de deformación en la aleación Ti6Al4V.

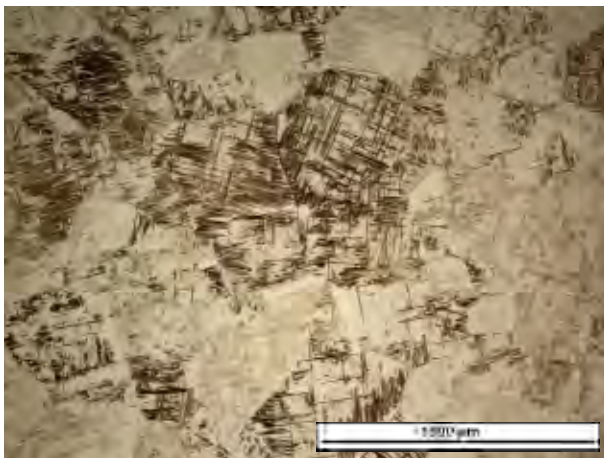
La fase β por otra parte presenta un comportamiento dúctil en las aleaciones tipo $\alpha+\beta$ y juega un papel importante en la deformación especialmente cuando está en cantidades superiores al 50% (por encima de 900°C) [12]. Durante la deformación a altas temperaturas puede ocurrir crecimiento de grano y recristalización inducida por deformación. Generalmente se ha observado que el fenómeno de recristalización es limitado durante el forjado en el dominio $\alpha+\beta$, especialmente si el proceso de deformación es seguido de un enfriamiento rápido. La anterior afirmación pudo corroborarse. En la figura 5.24 se muestran las micrografías ópticas de secciones longitudinales y transversales del material deformado para las tres condiciones de temperatura. Allí se observa que en las secciones longitudinales correspondientes a las imágenes de la columna derecha se presenta un alargamiento del grano en la dirección del eje de la barra la cual es perpendicular a la dirección de aplicación de la carga. En la figura 5.23 corresponde a la dirección perpendicular al plano del dibujo.



Forjado 900°C



Forjado 950°C



Forjado 1000°C

Figura 5.24 Micrografías ópticas de secciones transversales y longitudinales de muestras de la aleación Ti6Al4V ELI deformadas a 900°C, 950°C y 1000°C. Las imágenes de la derecha corresponden a las secciones longitudinales de las muestras donde se observa un alargamiento del grano en la dirección del eje de la barra el cual coincide con la dirección horizontal en las imágenes de 950°C y 1000°C y con la dirección vertical en la imagen de 900°C.

De las micrografías de la figura 5.24 es posible observar que la recrystalización no es alcanzada para ninguna de las tres condiciones. Como ya se había mencionado, se requiere de una gran cantidad de deformación para que esto ocurra (alrededor del 90%). Para las condiciones de ensayo empleadas la máxima deformación obtenida fue 13%, un valor significativamente bajo comparado con el requerido para que ocurra recrystalización.

El crecimiento de grano es usualmente observado durante la deformación superplástica de la aleación. Esto es que la microestructura se deforma acompañada por la ocurrencia de procesos difusionales, los límites de grano deslizan haciendo que se alcance un esfuerzo de flujo bajo manteniéndose en alguna proporción la equiaxialidad de la microestructura [13]. **Este fenómeno se refleja en una energía de activación para la deformación mucho más grande que la energía requerida para la auto-difusión.**

El efecto del crecimiento excesivo de grano fue observado para la condición de deformación a 1000°C. En las imágenes mostradas en la figura 5.24 para la condición de 1000°C se observa un alargamiento del grano en la sección longitudinal del material. El tamaño de grano promedio de la región mostrada en la figura es de 250 μm . Como ya había sido mencionado durante la discusión, las muestras deformadas a 1000°C mostraron un tamaño de grano muy heterogéneo con grandes variaciones de una región a otra del material, oscilando este entre 200 y 600 μm . En la figura 5.25 se muestra una micrografía también de una sección longitudinal de una muestra forjada a 1000°C y para los mismos aumentos de la figura 5.24. De las dos imágenes es posible comparar el tamaño de grano siendo alrededor de 600 μm para la imagen de la figura 5.25. Adicionalmente no se observa una deformación de los granos en la dirección del eje de la barra mostrando una geometría de grano equiaxial. **Esto se observó en general en todas las muestras, unas regiones de grano equiaxial de gran tamaño en combinación con otras regiones de granos deformados de menor tamaño. Lo anterior apoya la hipótesis del fenómeno de superplasticidad asociado al crecimiento de grano teniendo en cuenta que fue para esta condición que se obtuvo la máxima deformación ($\epsilon=0.13$), como se muestra en la figura 5.23.**

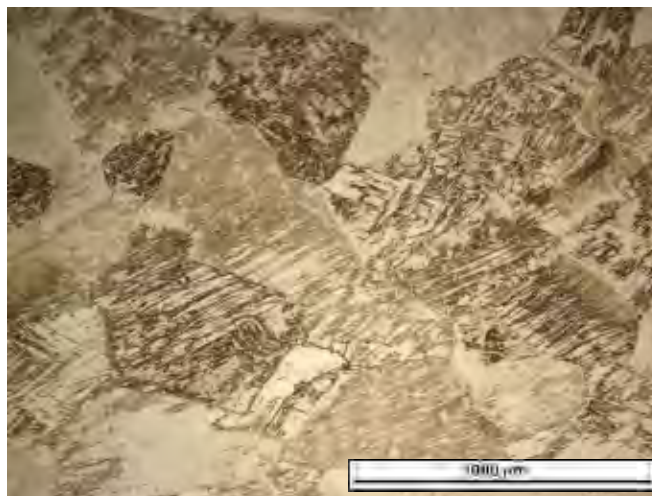


Figura 5.25 Micrografía óptica de la sección longitudinal de una muestra de la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 1000°C.

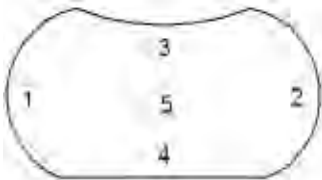
Adicionalmente, los fenómenos difusionales son estimulados a mayores temperaturas. **Teniendo en cuenta que las dos condiciones para la superplasticidad (crecimiento de grano y difusión) se cumplen y se evidencian en los resultados, es posible afirmar la ocurrencia de este fenómeno para la condición de deformación de 1000°C.**


En la tabla 5.2 se reportan los resultados de dureza obtenidos para el material de acuerdo a cada condición de deformación. Allí se muestra un esquema de la secuencia de la toma de durezas en las secciones transversales y longitudinales de las muestras. Esto se hizo con el fin de determinar las variaciones asociadas a la geometría deformada teniendo en cuenta que no se alcanza la misma deformación en todos los puntos de las muestras.

En general solo se presentó una pequeña variación en los valores de dureza de las regiones marcadas como “3” en las dos secciones, perteneciendo ambas a una misma región del volumen, indicando que fue en esta zona donde se generó la mayor deformación.

En general y a pesar de las características microestructurales encontradas asociadas al proceso de deformación, no se presentaron variaciones de la dureza asociadas a la condición de deformación ni a la geometría deformada.

Tabla 5.2 Resultados y esquema de la toma de durezas de muestras de la aleación Ti6Al4V ELI deformadas a 900°C, 950°C y 1000°C enfriadas al aire.

Sección transversal	Condición de deformación (°C)	Sección transversal					Dureza promedio (HV)
		Dureza, HV (62.5 Kg)					
		1	2	3	4	5	
	900	322	322	357	333	345	335.8±15.2
	950	322	333	345	327	357	336.8±14.2
	1000	333	322	351	333	333	334.4±10.4

Sección longitudinal	Condición de deformación (°C)	Sección longitudinal				Dureza promedio (HV)
		Dureza, HV (62.5 Kg)				
		1	2	3	4	
	900	333	333	345	339	337.5±5.7
	950	339	333	351	333	339.0±8.5
	1000	333	322	345	327	331.8±9.9

Para el material en estado de entrega se midió una dureza de 324±6.7 HV siendo menor comparada con la dureza obtenida para las tres condiciones de deformación. El incremento se debe a la presencia de la fase α laminar. **Debido a su rápida nucleación y crecimiento esta contiene una densidad de dislocaciones más alta comparada con los granos de α primaria en el estado no deformado, además de que tiene un tamaño de grano equivalente menor (espesor de las laminillas). El menor tamaño de grano y la mayor densidad de dislocaciones hacen entonces que la fase α laminar tenga una dureza mayor que la fase α primaria.**

5.3 EVALUACIÓN DE LA RESISTENCIA A CORROSIÓN EN FUNCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA

Con el propósito de evaluar la resistencia a corrosión de la aleación Ti6Al4V ELI y la dependencia de esta propiedad con la microestructura obtenida a partir del procesamiento termomecánico efectuado, se realizaron curvas de polarización cíclica en solución fisiológica artificial Ringer desaireada a temperatura ambiente (25°C) y a 37°C simulando la temperatura corporal.

Se ensayaron muestras de material en estado de entrega y en cada condición de forjado. Se efectuaron tres ensayos para cada condición observándose una buena reproducibilidad de los resultados.

A partir de las curvas de polarización cíclica obtenidas se extrajeron los valores del potencial de corrosión (E_c) el cual permite caracterizar el fenómeno de corrosión generalizada en el material, y de la resistencia a la polarización (R_p). Otro parámetro importante determinado a partir de las curvas es el potencial de protección (E_p), siendo el potencial al cual el lazo de histéresis se completa y para el cual la película pasiva se regenera en el caso de que se presente picadura. Los valores medios obtenidos para estos parámetros son presentados en la tabla 5.3 de acuerdo a cada condición evaluada.

Se realizaron mediciones del potencial de circuito abierto (PCA) durante 1 hora con el fin de determinar el potencial de equilibrio alrededor del cual sería seleccionado el barrido del potencial. Durante el tiempo de medición, el valor de este potencial tendió a disminuir hasta alcanzar un valor casi constante o con una muy poca variación. Este comportamiento se atribuye al grado desaireación de la solución alcanzado después de un lapso de tiempo, pues, a medida que el oxígeno disuelto en la solución es eliminado la presión parcial que este ejerce disminuye y por lo tanto también el potencial del sistema [14]. En la tabla 5.3 se reportan igualmente los valores encontrados para el PCA.

Tabla 5.3 Resultados generales de las curvas de polarización cíclica en solución Ringer desaireada de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura ambiente (25±1°C) para el estado de entrega y las tres condiciones de deformación.

Condición del material	PCA (mV, Ag/AgCl)	Potencial de corrosión, E_c (mV, Ag/AgCl)	Resistencia a la polarización, R_p^* (Ohm·cm ²)
Entrega	-428	-481	1.97 x 10 ⁶
Forjado 900°C	-363	-440	1.79 x 10 ⁶
Forjado 950°C	-279	-356	1.64 x 10 ⁶
Forjado 1000°C	-260	-319	3.37 x 10 ⁵

* Calculado utilizando un intervalo de ±20 mV a partir del potencial de corrosión

En la figura 5.26 se muestra la curva de polarización cíclica más representativa obtenida para el material en estado de entrega a partir de las pruebas realizadas a temperatura ambiente. Allí

se observa que para el intervalo del potencial evaluado entre -700 mV y 100 mV el grado de histéresis de la curva no muestra una tendencia a la picadura, lo que se evidenciaría debido a un rápido aumento de la corriente durante el barrido de potencial. Esto indica que es necesario alcanzar valores más altos del potencial para propiciar el fenómeno de corrosión localizada por picadura teniendo en cuenta las condiciones de ensayo seleccionadas.

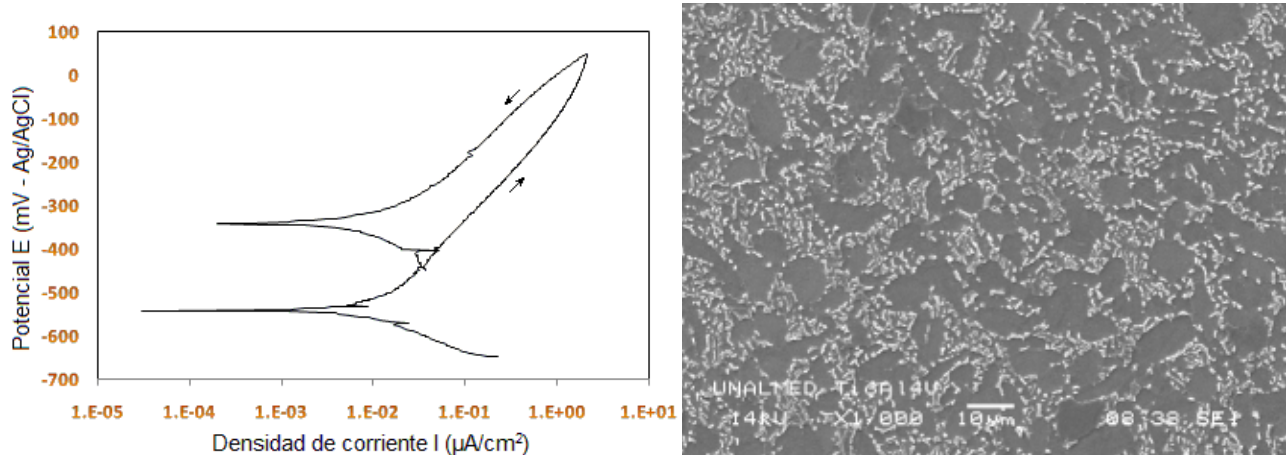
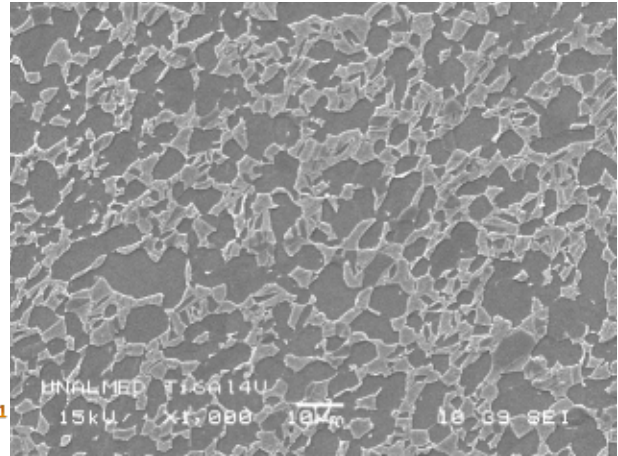
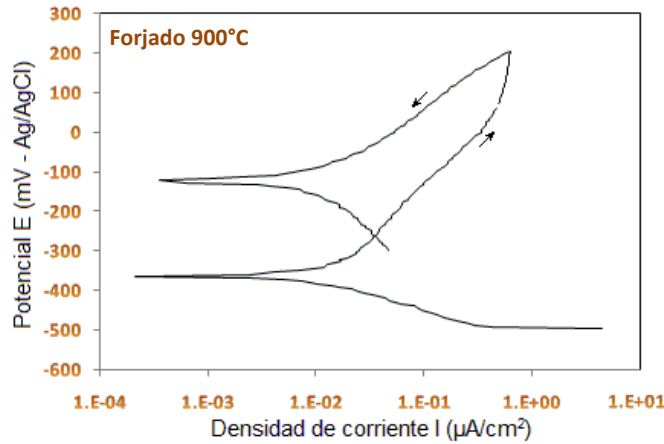


Figura 5.26 Curva de polarización cíclica en solución Ringer ($0.85 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura ambiente ($25 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega y condición microestructural del material (matriz de granos equiaxiales + partículas dispersas de β).

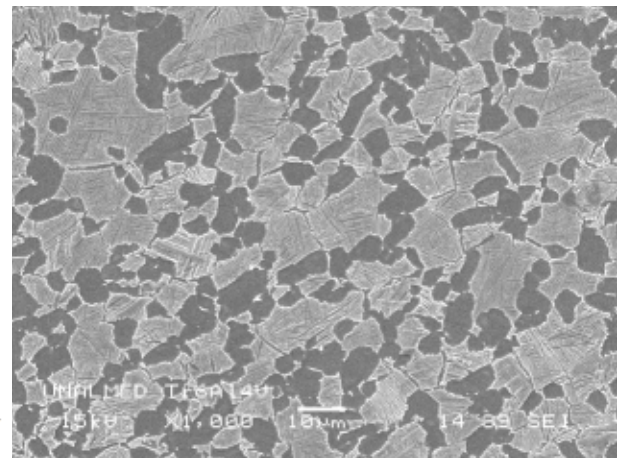
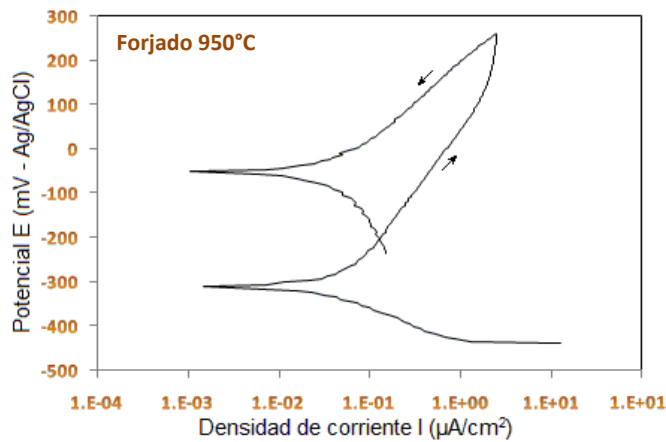
En la figura 5.27 se muestran las curvas de polarización más representativas para el material forjado mostrando igualmente la microestructura correspondiente a cada condición de deformación. En las curvas se observa nuevamente la ausencia del fenómeno de corrosión por picadura.

De acuerdo a los resultados reportados en la tabla 5.3 se encontró que después de un tiempo de inmersión prolongado en la solución (1 hora), el potencial de circuito abierto muestra una disminución a valores más activos para todas las condiciones. En general, el material en estado de entrega presentó valores más bajos del PCA en comparación con los obtenidos para las tres condiciones de forjado. El mismo comportamiento se evidencia en los resultados obtenidos para el potencial de corrosión (E_c) con un valor de -481 mV para el estado de entrega, siendo este menor respecto a los valores encontrados para las condiciones de forjado. En general, el potencial de corrosión muestra una tendencia a incrementarse con el aumento de la temperatura de forjado.

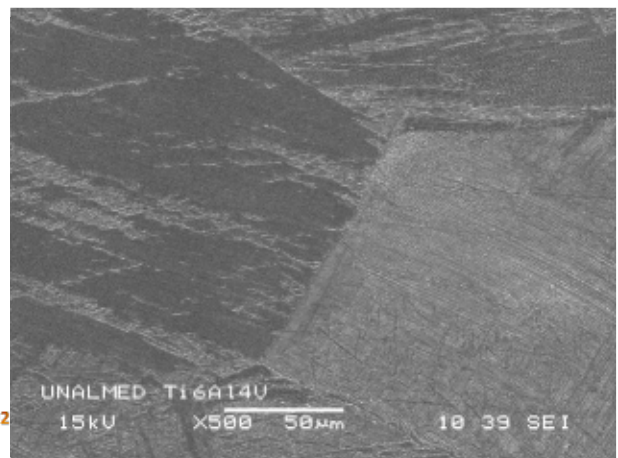
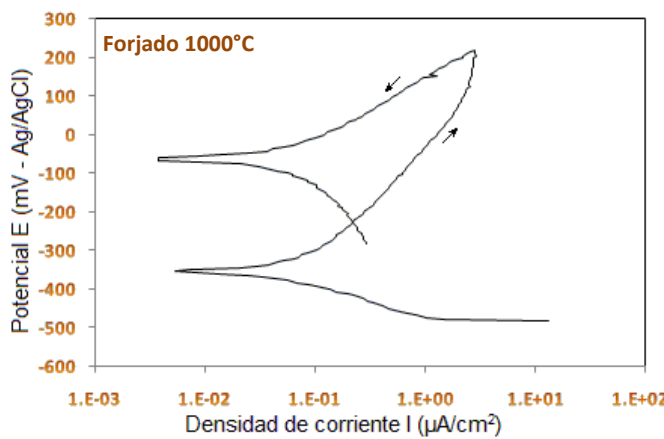
Por otra parte, la resistencia a la polarización (R_p) muestra el comportamiento contrario. El valor más alto de R_p se obtuvo para la condición de entrega y tiende a disminuir para las condiciones deformadas con el aumento de la temperatura de deformación. Los valores de R_p reportados para el estado de entrega y las condiciones forjadas a 900°C y 950°C son bastante cercanos, a diferencia del valor reportado para la condición deformada a 1000°C la cual **aumenta** significativamente siendo mayor en un orden de magnitud aproximadamente.



(a) Matriz de α primaria + granos bifásicos de α laminar y β retenida



(b) Matriz bifásica de α laminar y β retenida + granos aislados de α primaria



(c) Colonias de α laminar más β retenida con morfología *Widmanstätten* + α primaria distribuida a los límites de los granos originales de β

Figura 5.27 Curvas de polarización cíclica en solución Ringer ($0.85 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura ambiente ($25 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI deformada a (a) 900°C , (b) 950°C y (c) 1000°C enfiada al aire mostrando las características microestructurales obtenidas para cada condición.

Lo anterior muestra que aunque la condición forjada a 1000°C presenta una zona de protección más amplia con un valor más grande en el potencial de corrosión, una vez superado este valor en la región anódica el material tenderá a corroerse a una tasa mayor. Lo anterior pudo evidenciarse a partir de la observación de las superficies corroídas por medio de microscopía electrónica de barrido.

En la figura 5.28 se muestra una micrografía MEB de una de una superficie ensayada en corrosión correspondiente a una muestra de la condición forjada a 1000°C. La imagen fue tomada cerca a la superficie donde se encontró la formación de una capa dura de primaria estabilizada por la contaminación superficial con oxígeno. Aunque de los resultados extraídos de las curvas de polarización no fue posible medir la densidad de corriente crítica (I_c) la cual marca el inicio del fenómeno de corrosión por picadura, en la imagen de la figura 5.28 es posible observar que se alcanzó a presentar una primera etapa del fenómeno.

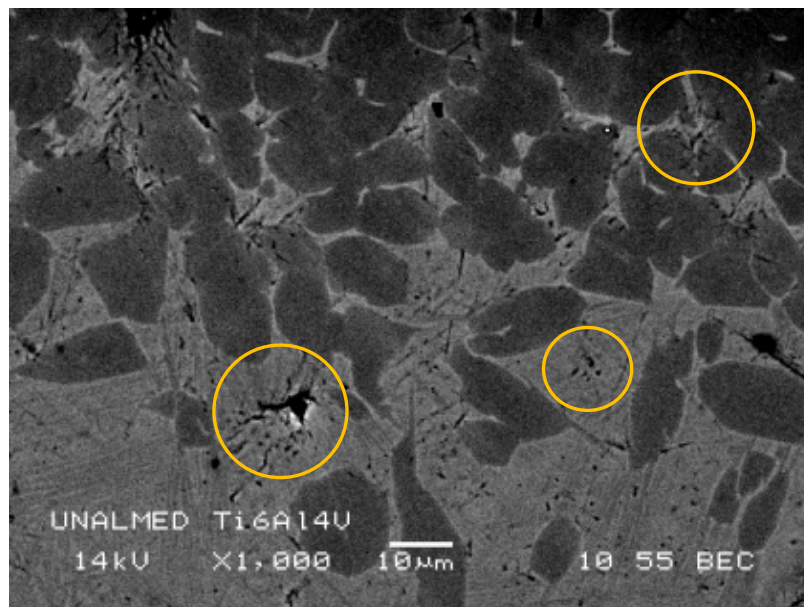


Figura 5.28 Micrografía MEB de la superficie de una muestra deformada a 1000°C ensayada en corrosión mostrando el inicio del fenómeno de corrosión por picadura preferencialmente sobre las regiones bifásicas ($\alpha+\beta$) de la microestructura correspondientes a las zonas claras en la imagen. Las zonas oscuras corresponden a los granos de α primaria.

Las regiones encerradas en la imagen de la figura 5.28 indican la presencia de las picaduras que como puede observarse ocurren preferencialmente sobre las regiones bifásicas compuestas por α laminar y β retenida. En general no se encontraron picaduras localizadas dentro de los granos de α primaria, excepto en zonas muy cercanas a la superficie donde se mostró que se da la fractura de una capa endurecida debido a la fragilización del material por la contaminación con oxígeno. Las microgrietas en la superficie son sitios preferenciales por donde el material tenderá a corroerse más fácilmente, además de que esto ayuda a que se presente efecto de borde.

Una hipótesis que puede explicar la aparición de las picaduras mostradas en la figura 5.28 aún sin haberse evidenciado este fenómeno en la forma de las curvas de polarización obtenidas está relacionada con las condiciones de ensayo empleadas en esta investigación. Las muestras permanecieron en la región catódica durante un tiempo aproximado de 7 minutos debido a los parámetros programados en el potenciostato para comenzar los ensayos 200 mV por debajo del potencial de corrosión con una velocidad de barrido de 0.5 mV/s. Una vez alcanzada la región activa el material ya tiene la suficiente energía para reaccionar debido a la sobreexposición en la solución después de alcanzar el potencial de equilibrio. Adicionalmente, las picaduras solo se presentaron en las muestras deformadas a 1000°C condición para la cual se obtuvieron los valores más bajos de la resistencia a la polarización.

Durante la observación de las superficies corroídas de las muestras del material en estado de entrega y en las otras dos condiciones de forjado (900°C y 950°C), no se evidenció la ocurrencia de una primera etapa del fenómeno de corrosión por picadura.

El efecto de la microestructura sobre la resistencia a corrosión se evidencia a partir de los resultados encontrados. Podría decirse que un factor determinante es la presencia de laminar. Esto se evidencia más fácilmente comparando los resultados entre el material en estado de entrega y el material deformado a 950°C. Para las dos condiciones se tiene un 78% de la fase α a temperatura ambiente teniendo en cuenta que para el material deformado este valor corresponde a la cantidad de α total, es decir, la α primaria y la α laminar al interior de los granos originales de β . El material en estado de entrega posee 78% de α primaria únicamente.

El potencial de corrosión para la condición de 950°C es mayor respecto al valor encontrado para el material en estado de entrega, lo que indica que la presencia de la fase α laminar genera un aumento en el potencial a valores más nobles. Esta tendencia también se observa para las otras dos condiciones. El material deformado a 1000°C está compuesto casi completamente por granos bifásicos de α laminar y β residual con una pequeña cantidad de α primaria en algunas regiones distribuida en los límites de grano. Una mayor cantidad de la estructura bifásica ocasiona por lo tanto un aumento en la proporción de α laminar. Aunque el porcentaje de α total disminuye con el aumento de la temperatura de deformación, esto no necesariamente implica una disminución en la cantidad de α laminar. A partir de la observación microestructural realizada fue posible notar que la proporción entre α primaria y α laminar varía, encontrando una mayor cantidad de esta última a mayores temperaturas. Adicionalmente, la resistencia a la polarización disminuyó y como pudo observarse en la figura 5.28, el material tiende a corroerse preferencialmente en las regiones bifásicas mostrando un comportamiento anódico respecto a α primaria.

Analizando los resultados de una manera más general puede decirse que un aumento en la fracción volumétrica de α , ya sea sólo α primaria o una combinación entre ésta y α laminar, desplaza el potencial de corrosión a valores más activos, pero por otra parte genera también un aumento en la resistencia a la polarización.

Tabla 5.4 Resultados generales de las curvas de polarización cíclica en solución Ringer desaireada de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura corporal ($37\pm 1^\circ\text{C}$) para el estado de entrega y las tres condiciones de deformación.

Condición del material	PCA (mV, Ag/AgCl)	Potencial de corrosión, E_c (mV, Ag/AgCl)	Resistencia a la polarización, R_p (Ohm-cm ²)
Entrega	-459	-505	1.41×10^6
Forjado 900°C	-456	-471	6.74×10^5
Forjado 950°C	-325	-461	7.42×10^5
Forjado 1000°C	-266	-347	2.17×10^5

Los resultados obtenidos de las pruebas de corrosión en solución Ringer desaireada a 37°C son reportados en la tabla 5.4. Allí se observa el mismo comportamiento encontrado en las pruebas a temperatura ambiente. El potencial de corrosión aumenta con el incremento de la temperatura de deformación, siendo el material deformado a 1000°C quien alcanza valores más nobles. Adicionalmente, los valores encontrados para el potencial de corrosión son menores comparados con los observados de las pruebas en solución Ringer a temperatura ambiente. **El efecto de la temperatura es aumentar la energía del sistema desplazando así el potencial para valores más activos.**

Por otra parte es difícil definir una tendencia para el comportamiento de la resistencia a la polarización. De los resultados de la tabla 5.4 se observa que R_p inicialmente es menor para la condición de 900°C con respecto al estado de entrega. Para la condición de 950°C R_p aumenta y nuevamente vuelve a disminuir para la condición de deformación a 1000°C . Esta última condición es quien posee el valor máximo del potencial de corrosión el valor mínimo de la resistencia a la polarización.

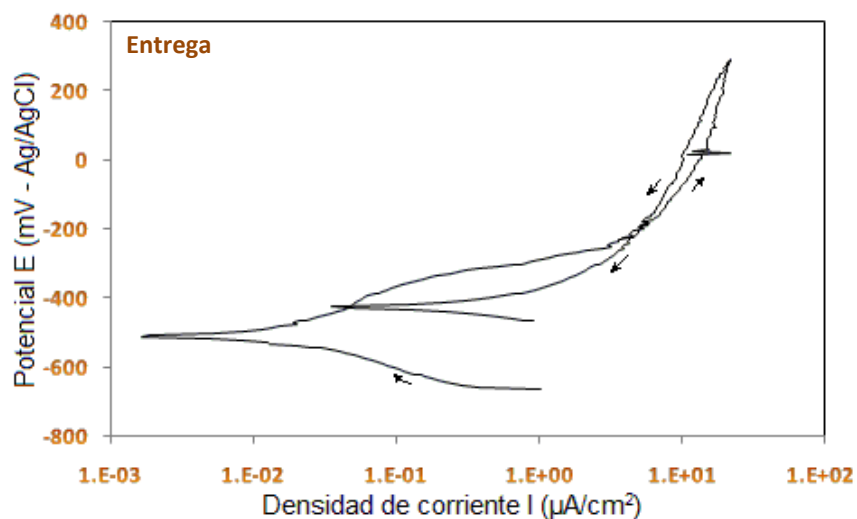


Figura 5.29 Curva de polarización cíclica en solución Ringer ($0.85 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37\pm 1^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

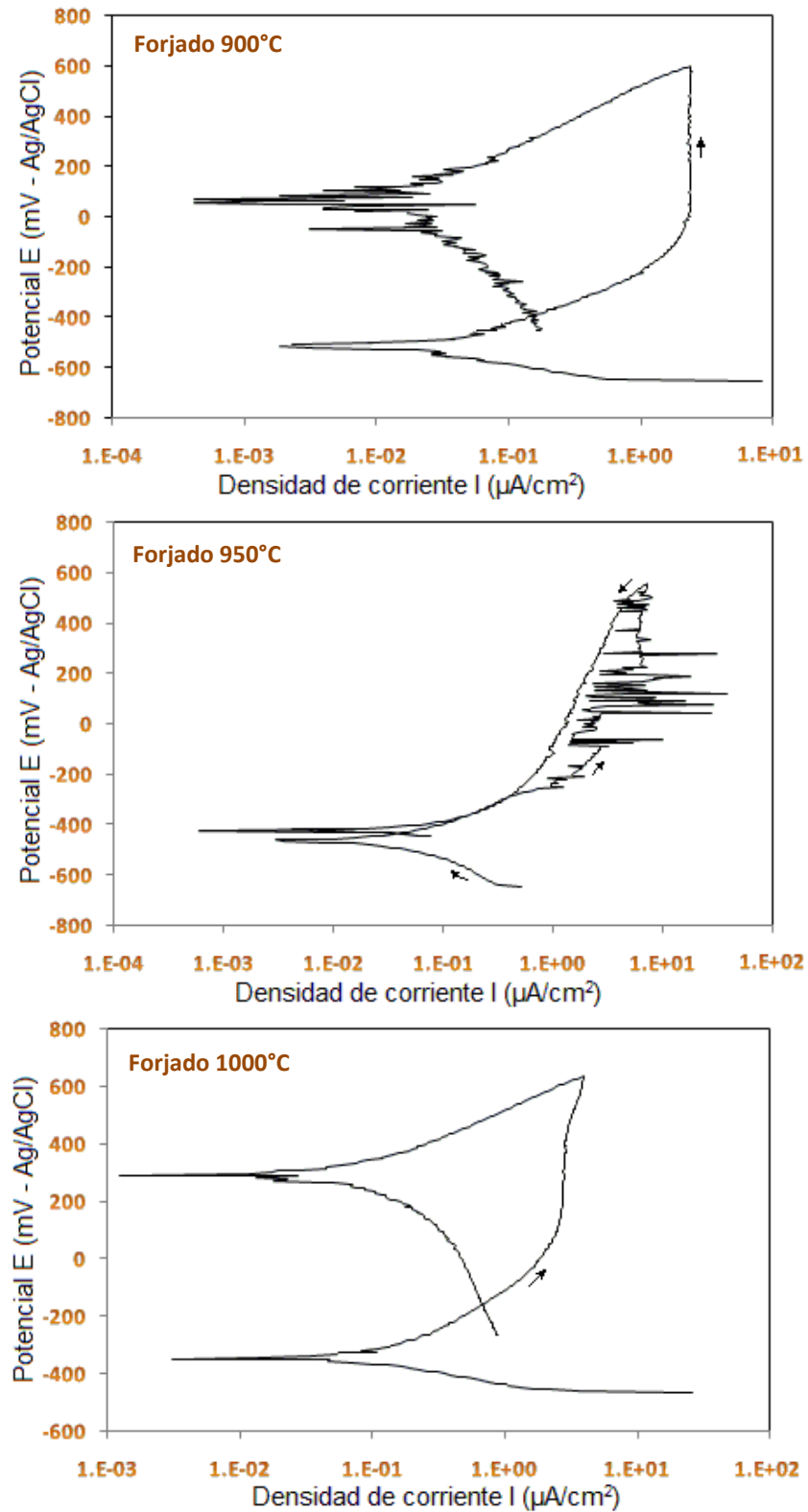


Figura 5.30 Curvas de polarización cíclica en solución Ringer ($0.85 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado deformado.

En las figuras 5.29 y 5.30 se muestran las curvas de polarización obtenidas de las pruebas en solución Ringer a temperatura corporal. Para estas pruebas se programó un barrido de potencial 500 mV por encima del potencial de corrosión, alcanzando un valor máximo alrededor de 700 mV antes de comenzar el barrido de retorno. De las curvas mostradas en las figuras 5.29 y 5.30 se observa que nuevamente se inhibe la corrosión por picadura a pesar de que la temperatura es un factor que hace que sean más agresivas las condiciones de ensayo.

Se realizaron pruebas adicionales en solución Ringer a temperatura corporal aumentando el contenido de NaCl en la composición de la solución la cual fue preparada adicionando un 3.5% en peso de NaCl y manteniendo constantes las cantidades de KCl y CaCl \cdot 2H $_2$ O. Además de la temperatura, el aumento en la cantidad de sales hace que las condiciones de ensayo sean más agresivas.

Tabla 5.5 Resultados generales de las curvas de polarización cíclica en solución Ringer modificada de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura corporal (37 \pm 1°C) para el estado de entrega y las tres condiciones de deformación.

Condición del material	PCA (mV, Ag/AgCl)	Potencial de corrosión, E $_c$ (mV, Ag/AgCl)	Resistencia a la polarización, R $_p$ (Ohm \cdot cm 2)
Entrega	-515	-483	1.25 x 10 6
Forjado 900°C	-421	-455	3.54 x 10 5
Forjado 950°C	-319	-334	4.16 x 10 5
Forjado 1000°C	-217	-305	2.62 x 10 5

Los resultados extraídos de las pruebas de corrosión en solución Ringer modificada (3.5 gL $^{-1}$ NaCl + 0.04 gL $^{-1}$ KCl + 0.034 gL $^{-1}$ CaCl \cdot 2H $_2$ O) a 37°C son resumidos en la tabla 5.5. Se repite el mismo comportamiento del potencial de corrosión encontrado para las dos condiciones de ensayo anteriores (Ringer a 25°C y 37°C), aumenta con el incremento de la temperatura de deformación. Ocurre lo mismo con la resistencia a la polarización, no se observa una tendencia definida. El valor de R $_p$ disminuye para la condición deformada a 900°C respecto a la condición de entrega y aumenta para la condición de 950°C para luego disminuir nuevamente hasta el valor mínimo medido obtenido para el material deformado a 1000°C.

En las figuras 5.31 y 5.32 se muestran las curvas de polarización obtenidas de las pruebas en solución Ringer modificada a temperatura corporal. Aunque se hizo un barrido de potencial hasta 1000 mV por encima del potencial de corrosión las muestras no mostraron una tendencia a la picadura no siendo posible medir la densidad de corriente crítica ni la densidad de corriente de pasivación. Esto ocurrió para las tres condiciones de ensayo empleadas (Ringer a 25°C, Ringer a 37°C y Ringer modificada a 37°C).

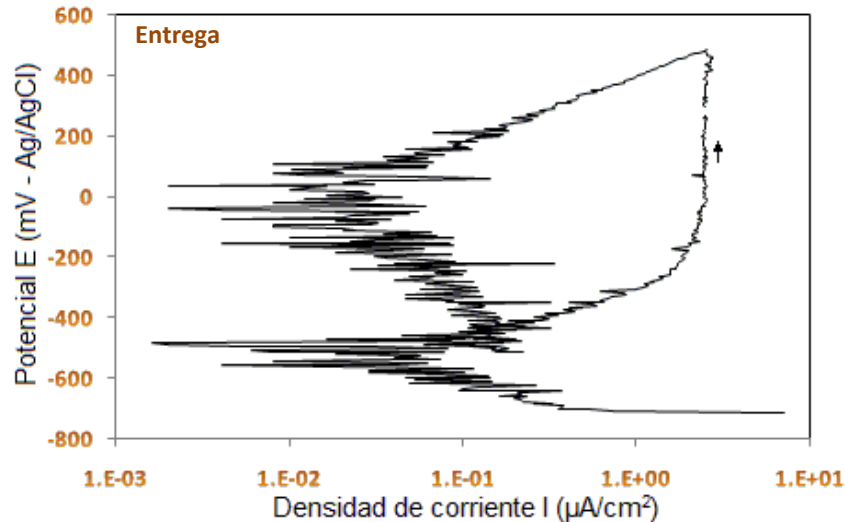


Figura 5.31 Curva de polarización cíclica en solución Ringer modificada ($3.5 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

La forma de las curvas de polarización contiene información adicional sobre la resistencia a corrosión del material en el medio evaluado. Como es bien sabido, la resistencia a corrosión del Ti y sus aleaciones se debe principalmente a la formación de una película pasiva de óxido en la superficie del metal. Para todas las curvas el barrido de retorno del potencial exhibió densidades de corriente más bajas que para el barrido de ascenso. Esto podría ser atribuido a un aumento en el espesor de la película de óxido durante el barrido de ascenso del potencial [15].

Las curvas obtenidas para las condiciones de prueba a temperatura corporal (Ringer a 37°C y Ringer modificada a 37°C) muestran una amplia región independiente del potencial (800 mV) lo que podría indicar la ocurrencia del fenómeno de pasivación [12]. Esto no ocurre en las curvas obtenidas para la condición evaluada a temperatura ambiente (Ringer 25°C).

El efecto del aumento de la temperatura de la solución fue el de reducir la resistencia a la polarización así como el potencial de corrosión. Esto puede observarse en los resultados reportados en las tablas 5.4 y 5.5. Por otra parte, los valores encontrados para el potencial de corrosión de las pruebas en solución Ringer modificada a 37°C aumentaron respecto a los encontrados para las pruebas en Ringer a 37°C , mostrando el efecto del aumento en la concentración de sales en la solución.

En general se observó una alta estabilidad así como una elevada resistencia a la corrosión por picadura en solución Ringer, posiblemente debida a la pasivación espontánea de la superficie del material al entrar en contacto con la solución. Algunos estudios [15] han mostrado que el fenómeno de corrosión localizada en la aleación Ti6Al4V ocurre a potenciales muy elevados, alrededor de 9000 mV, ocurriendo inicialmente evolución de oxígeno a potenciales alrededor de 2500 mV. Esto explica la ausencia del fenómeno de corrosión por picadura en las curvas de polarización obtenidas para los potenciales de barrido seleccionados. çõ

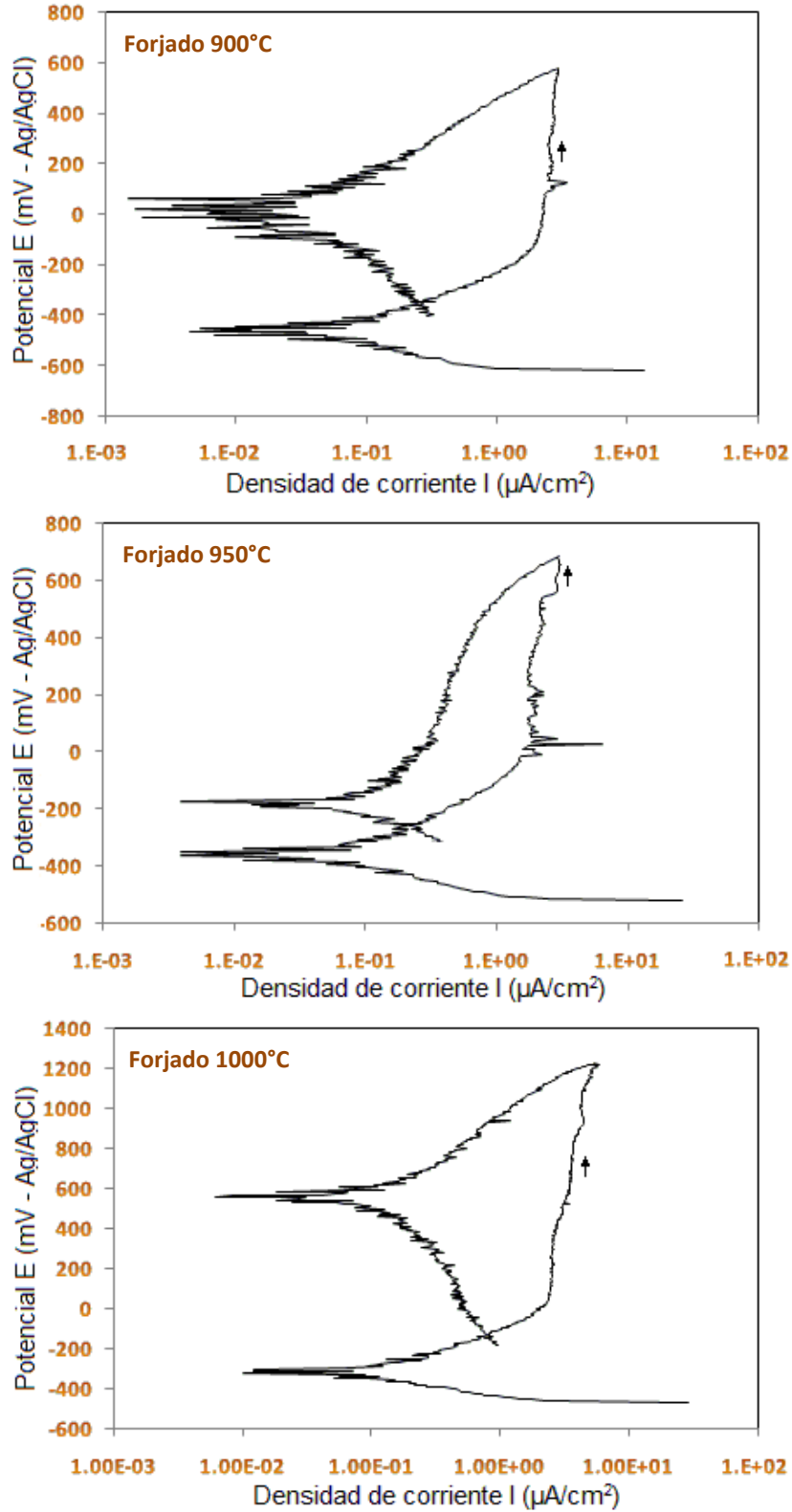


Figura 5.32 Curvas de polarización cíclica en solución Ringer modificada ($3.5 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl} + 0.04 \text{ gL}^{-1} \text{ KCl} + 0.034 \text{ gL}^{-1} \text{ CaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) desaireada a temperatura corporal ($37 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$) de la aleación Ti6Al4V ELI en estado deformado.

Según lo anterior es posible concluir que el factor determinante para evaluar la resistencia a la corrosión de la aleación Ti6Al4V ELI es la resistencia a la polarización.

En la gráfica de la figura 5.33 se muestra la variación de la resistencia a la polarización en función del porcentaje de α para los tres tipos de pruebas realizados, solución Ringer a 25° C y 37°C y solución Ringer modificada a 37°C.

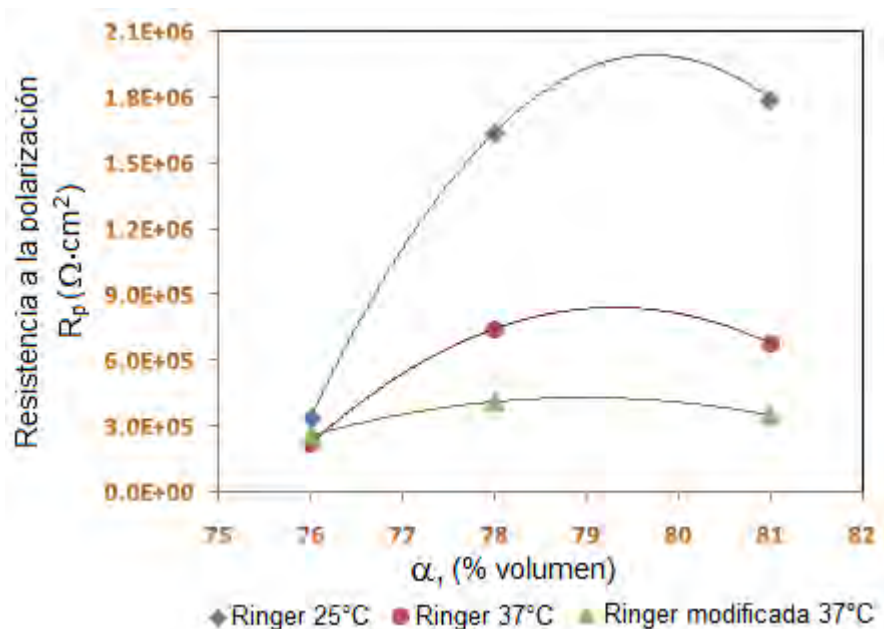


Figura 5.33 Variación de la resistencia a la polarización R_p en función de la fracción volumétrica de la fase α de acuerdo a las condiciones de deformación evaluadas y el material en estado de entrega.

Según los resultados allí reportados podría decirse que un valor intermedio de la fracción volumétrica de α presenta mejores propiedades de resistencia a corrosión teniendo en cuenta que es para quien se presenta la mayor resistencia a la polarización. Es decir, una condición microestructural óptima para conseguir unas buenas propiedades de resistencia a corrosión de la aleación Ti6Al4V ELI es controlar la fracción volumétrica de α alrededor de un 78%. Esto corresponde entonces a la condición de forjado a 950°C la cual posee un 78% de α y el máximo valor de resistencia a la polarización con un potencial de corrosión intermedio.

En la figura 5.34 se muestran dos imágenes MEB de la superficie de una muestra sometida a corrosión en solución Ringer desaireada a temperatura ambiente. Allí se observa la presencia de una película sobre la superficie. El círculo rojo en la figura 5.34b se encuentra indicando una región donde la película fue rasgada, al parecer por una inadecuada manipulación de la muestra. La debilidad de esta capa evidencia que no se trata de un óxido superficial sino posiblemente de una película anódica de solución depositada sobre la superficie de la muestra.

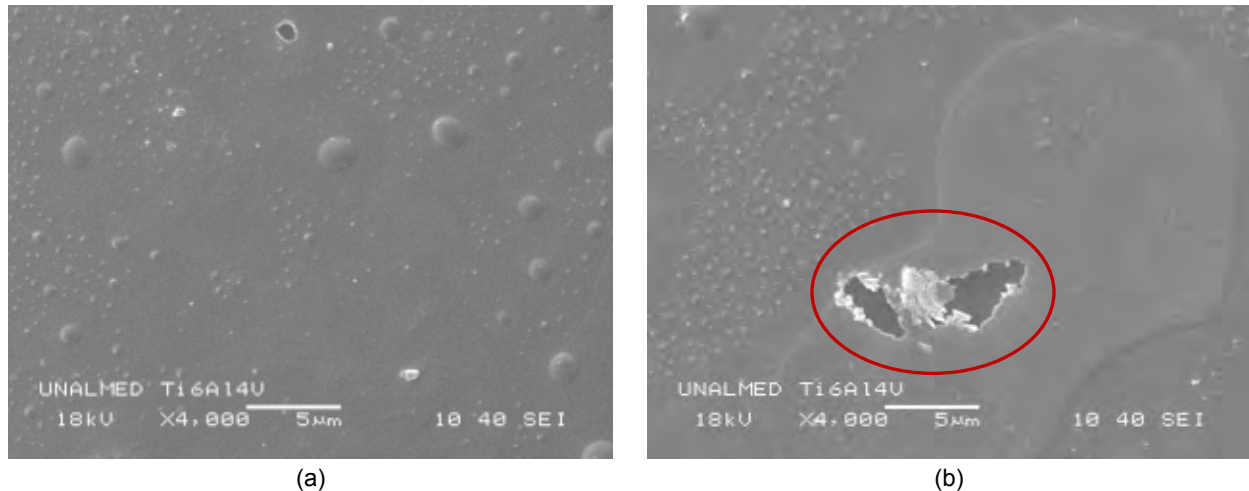


Figura 5.34 Micrografía MEB de una superficie sometida a corrosión donde se observa (a) la formación de una película anódica de solución depositada sobre la superficie de la aleación Ti6Al4V ELI y (b) el rasgamiento de la película en algunas regiones de la muestra.

La película superficial mostrada en las imágenes de las figuras 5.34 fue encontrada en todas las muestras evaluadas (entrega, forjado a 900°C, 950°C y 1000°C) y para todas las condiciones de ensayo (Ringer 25°C y 37°C y Ringer modificada 37°C).

La presencia de esta película podría ser una de las razones por la cual el fenómeno de corrosión por picadura es inhibido debido a que la superficie de la muestra no está en contacto real con la solución. Aunque, según lo reportado por Masmoudi *et. al* [12] el fenómeno de picadura en solución Ringer de la aleación Ti6Al4V ELI se alcanza a valores muy elevados del potencial, alrededor de 9000 mV. Podría entonces estarse presentando una combinación entre estas dos condiciones siendo necesario alcanzar potenciales demasiado altos para propiciar la corrosión localizada además de que la superficie del material se está protegiendo por la formación de una película anódica de solución depositada sobre la superficie.

6. SÍNTESIS DE RESULTADOS

Con respecto a la caracterización del material en estado de entrega

En la tabla 6.1 se reportan los resultados obtenidos de la caracterización realizada en la aleación Ti6Al4V ELI en estado de entrega.

Tabla 6.1 Principales características de la aleación Ti6Al4V ELI es estado de entrega.

Característica	Descripción
Fases	α (HCP) para $T < 950^\circ\text{C}$ β (BCC) para $T < 1650^\circ\text{C}$ ω (HCP) $750^\circ\text{C} < T < 1100^\circ\text{C}$
Temperatura de transición $\alpha + \beta \rightarrow \beta$	$940^\circ\text{C} - 955^\circ\text{C}$
Microestructura	Granos equiaxiales de α + partículas finas de β distribuidas en los límites de grano de α
Fracción volumétrica de α a temperatura ambiente	78%
Variación de la fracción volumétrica de α con el aumento de temperatura	$750^\circ\text{C} - 85\%$ $800^\circ\text{C} - 79\%$ $850^\circ\text{C} - 59\%$ $900^\circ\text{C} - 48\%$ $950^\circ\text{C} - 22\%$
Dureza	324 HV

Con respecto a la microestructura de las muestras deformadas

Se encontraron variaciones significativas de la microestructura asociadas a la variación de temperatura en el proceso de deformación las cuales son listadas en la tabla 6.2.

Tabla 6.2 Microestructura y principales características obtenidas para la aleación Ti6Al4V ELI deformada a 900°C , 950°C y 1000°C enfriada al aire.

Temperatura de forjado	Microestructura	Dureza y % α
900°C	Matriz de α primaria con granos bifásicos de α laminar y β retenida	337 HV, $\alpha - 81\%$
950°C	Matriz bifásica de α laminar y β retenida con granos aislados de α primaria	338 HV, $\alpha - 78\%$
1000°C	Colonias de α laminar y β retenida con morfología <i>Widmanstätten</i> con α primaria distribuida a los límites de los granos originales de β	332 HV, $\alpha - 76\%$

Con respecto a la resistencia a corrosión y su correlación con la microestructura

A partir de las curvas de polarización se extrajeron los valores del potencial de corrosión (E_c) y la resistencia a la polarización (R_p) en solución Ringer desaireada a 25°C y 37°C y en solución Ringer modificada ($3.5 \text{ gL}^{-1} \text{ NaCl}$) a 37°C. Se identificó la condición de deformación que presentó las mejores propiedades de resistencia a corrosión y se correlacionó con la microestructura. Los resultados son resumidos en la tabla 6.3.

Tabla 6.3 Resultados de las pruebas de corrosión obtenidos para la aleación Ti6Al4V ELI indicando la condición de deformación que presentó mejores propiedades de resistencia a corrosión y su correlación con la microestructura.

Condición de ensayo	Condición microestructural	E_c (mV)	R_p (Ohm-cm ²)
Ringer 25°C	Forjado 900°C - Matriz de α primaria con granos bifásicos de α laminar y β retenida (α - 81%)	-440	1.79×10^6
Ringer 37°C	Forjado 950°C - Matriz bifásica de α laminar y β retenida con granos aislados de α primaria (α - 78%)	-461	7.42×10^5
Ringer modificada 37°C	Forjado 950°C - Matriz bifásica de α laminar y β retenida con granos aislados de α primaria (α - 78%)	-334	4.16×10^5

7. CONCLUSIONES

Respecto a la microestructura de las muestras deformadas

- La temperatura de forjado influye significativamente sobre la microestructura final de la aleación Ti6Al4V ELI a temperatura ambiente.
- De acuerdo a las condiciones de trabajo evaluadas el material presentó mejores propiedades de formabilidad a la temperatura más alta evaluada (1000°C), para la cual se obtuvo la máxima deformación ($\epsilon=0.13$) bajo las mismas condiciones de aplicación de carga y velocidad de deformación.
- La fracción volumétrica de la fase α a temperatura ambiente depende de la temperatura de deformación, disminuyendo con el incremento de la temperatura de trabajo.
- Un enfriamiento al aire desde el campo monofásico (β) de la aleación (1000°C) resulta en la formación de una microestructura del tipo *Widmanstätten* con un tamaño de grano heterogéneo entre 200 μm y 600 μm , mientras que un enfriamiento desde el campo bifásico ($\alpha+\beta$) resulta en la formación de una microestructura tipo bimodal con un tamaño de grano alrededor de 8 μm .

Respecto a la resistencia a corrosión y su relación con la microestructura

- En las pruebas en solución Ringer desaireada a 25°C el potencial de corrosión disminuyó con el aumento de la temperatura de deformación mientras que la resistencia a la polarización aumentó. Se encontró la misma tendencia en los resultados de las pruebas realizadas a 37°C.
- Una mayor concentración de NaCl en la solución junto con el aumento en la temperatura de ensayo genera un aumento en el potencial de corrosión y una disminución de la resistencia a la polarización.
- La disminución de la cantidad de la fase α en la microestructura genera un incremento del potencial de corrosión.
- La condición de forjado a 950°C presentó las mejores propiedades de resistencia a corrosión con un valor del potencial de corrosión intermedio y el mayor valor reportado de la resistencia a la polarización.
- Las mejores condiciones del potencial de corrosión y de la densidad de corriente crítica ocurren cuando se controla la cantidad de la fase α alrededor de un 78%.

8. RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS

- 1) Determinar el enfriamiento que sufre la muestra al contacto con los dados durante el proceso de deformación para estimar el sobrecalentamiento requerido para poder garantizar la temperatura de deformación.
- 2) Estudiar el efecto de tratamientos térmicos posteriores al proceso de deformación sobre la microestructura.
- 3) Evaluar el efecto de diferentes tasas de enfriamiento posteriores al proceso de forja sobre la microestructura del material.
- 4) Controlar eficientemente la atmósfera del hogar del horno para el calentamiento de las muestras con el fin de evitar la contaminación superficial con oxígeno.
- 5) Evaluar el efecto de otras variables como velocidad de deformación sobre la microestructura del material.
- 6) Profundizar en la caracterización microestructural del material empleando la técnica de microscopía electrónica de transmisión (MET) para la identificación de los precipitados tipo Ti_xAl así como los diferentes mecanismos de deformación asociados a cada fase como la densidad de dislocaciones.
- 7) Estudiar el fenómeno de corrosión por picadura e identificar los mecanismos de corrosión presentes en función de la microestructura.
- 8) Profundizar en la caracterización de la película anódica formada en la superficie de las muestras ensayadas en corrosión.

9. REFERENCIAS

- [1] **Daniel Rodríguez Ruis**, Obtención de Capas de Nitruro de Titanio mediante Tratamiento Termoquímico en Titanio y Ti6Al4V y Caracterización de sus propiedades para Aplicaciones Biomédicas, Tesis de Doctorado en Ingeniería del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Politécnica de Cataluña, Octubre de 1999.
- [2] **G. Lütjering**, Engineering Materials and Process: Titanium, New York, 2007, p. 203-250.
- [3] **ASM Handbook**, "Phase Diagrams", Nine Edition, 1988.
- [4] **Luis Vicente Wilches Peña**, Fenómenos de Desgaste presentes en el Contacto Lubricado UHMWPE –Acero AISI 316 LVM, Tesis de Maestría de la Escuela de Ingeniería de Materiales y Procesos de la Universidad Nacional de Colombia, Abril de 2007.
- [5] **S.L. Semiatin, V. Seetharaman, I. Weiss**, Hot workability of titanium and titanium aluminide alloys—an overview, Materials Science and Engineering A243 (1998) 1-24.
- [6] **Nho-Kwang Park, Jong-Taek Yeom, Young-Sang Na**, Characterization of deformation stability in hot forging of conventional Ti–6Al–4V using processing maps, Journal of Materials Processing Technology 130–131 (2002) 540–545.
- [7] **M. Masmoudi, D. Capek, R. Abdelhedi, F. El Halouani, M. Wery**, Application of surface response analysis to the optimisation of nitric passivation of cp titanium and Ti6Al4V, Surface & Coatings Technology 200 (2006) 6651–6658.
- [8] **C.Y. Yu, L.X. Yang, C.C. Shen, B. Luan, T.P. Perng**, Corrosion behavior of thermohydrogen processed Ti6Al4V, Scripta Materialia 56 (2007) 1019 -1022.
- [9] **A.K.Shah, G.J.Kulkarni, Y. Gopinathan, R. Kiushnan**, Determination of activation energy for $\alpha+\beta\rightarrow\beta$ transformation in Ti6Al4V alloy by dilatometry, Scripta Metallurgica et Materialia Vol.32 No. 9 (1995) 1353-1356.
- [10] **S. Banerjee, P. Mukopadhyay**, Phase transformations: examples for titanium and zirconium alloys, Bangalore, p. 4-7.
- [11] **B.D. Cullity**, Elements of X-Ray Diffraction, California, 1978, p. 351-355.
- [12] **R.C. Picu, A.Majorell**, Mechanical behavior of Ti-6Al-4V at high and moderate temperaturas-Part II: Constitutive modeling, Materials Science and Engineering A326 (2002) 306-316.

- [13] **Nho-Kwang Park, Jong-Taek Yeom, Young-Sang Na**, Characterization of deformation stability in hot forging of conventional Ti-6Al-4V using processing maps, *Journal of Materials Processing Technology* 130-131 (2002) 540-545.
- [14] **Patricia Castaño Rivera, Alejandro Echavarría Velázquez, Gabriel Jaime Gómez, Jorge Arismendi**, Evaluación de la corrosión galvánica en amalgamas dentales de alto contenido de cobre por medio de técnicas electroquímicas, *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, N° 45, p. 77-86, 2008.
- [15] **M. Masmoudi, D. Capek, R. Abdelhedi, F. El Halouani, M. Werry**, Application of surface response analysis to the optimization of nitric passivation of cp Titanium and Ti6Al4V, *Surface & Coating Technology* 200 (2006) 6651-6658.
- [16] **G.W. Kuhlman**, Forging of Titanium Alloys, in: *ASM HANDBOOK: Forming and Forging*. Volume 14 (1996) 589-628.
- [17] **ASTM E831-06**, American Society for Testing and Materials, Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials by Thermomechanical Analysis, 2006.
- [18] **S. Bruschi, S. Poggio, F. Quadrini, M.E. Tata**, Workability of Ti-6Al-4V alloy at high temperatures and strain rates, *Materials Letters* 58 (2004) 3622- 3629.
- [19] **S.L. Semiatin, V. Seetharaman, I. Weiss**, Hot workability of titanium and titanium aluminide alloys—an overview, *Materials Science and Engineering A243* (1998) 1-24.
- [20] **George E. Dieter**, “Mechanical Metallurgy”, International student edition, McGraw-Hill, New York, 1998.
- [21] **Joon B. Park**, “Biomaterials: An introduction”, Second Edition, Plenum Press, New York and London, 1992.
- [22] **Joon B. Park**, *The Biomedical Engineering Handbook*, Second Edition, CRC Press LLC, Boca Raton, 2000.
- [23] **M. Masmoudi, D. Capek, R. Abdelhedi, F. El Halouani, M. Wery**, Application of surface response analysis to the optimisation of nitric passivation of cp titanium and Ti6Al4V, *Surface & Coatings Technology* 200 (2006) 6651-6658.
- [24] **C.Y. Yu, L.X. Yang, C.C. Shen, B. Luan, T.P. Perng**, Corrosion behavior of thermohydrogen processed Ti6Al4V, *Scripta Materialia* 56 (2007) 1019 -1022.
- [25] **P. K. Knoll, L. Schaeffer**, Análise microestutural da liga de Titânio $\alpha+\beta$, Ti6Al4V, forjada a quente, Memórias do 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.

- [26] **G.T. Aleixo, S.T. Button, R. Caram**, Forjamento de hastes de próteses femorais em liga de titânio Ti-6Al-4V , Memórias de 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.