

Efecto de la temperatura del medio de enfriamiento por temple sobre las propiedades mecánicas de la aleación TiAl

Baeza Pérez Rubén de Jesús¹, Aguilar Sánchez Miriam^{2*}, Garfias García Elizabeth², Rangel Torres Gilberto², Muñoz Andrade Juan Daniel²

¹Universidad Autónoma Metropolitana, Estudiante de Licenciatura en Ingeniería Metalúrgica, Av. San Pablo No. 180, Azcapotzalco, Ciudad de México. C.P. 02200. México.

²Universidad Autónoma Metropolitana, Departamento de Materiales. Av. San Pablo No. 180, Azcapotzalco, Ciudad de México. C.P. 02200. México.

*Autor para correspondencia: mas@azc.uam.mx

Recibido:

26/julio/2019

Aceptado:

16/septiembre/2019

Palabras clave:

TiAl, propiedades mecánicas, microestructura

Keywords:

TiAl, mechanical properties, microstructure

RESUMEN

Se analizaron las propiedades mecánicas sobre muestras de una aleación TiAl que fue solubilizada a 1100°C y enfriada en una aleación fundida o baño metálico con una composición Sn-21Bi estabilizado a tres diferentes temperaturas. Así mismo se analizó el cambio microestructural de la aleación y se evaluaron las propiedades mecánicas que dicho tratamiento generó, realizando ensayos de dureza y compresión, dicho tratamiento logró elevar la dureza hasta 4 veces en relación a la probeta testigo. Sin embargo, la mejor relación entre dureza y tenacidad se logra cuando solo se duplica la dureza y se conserva una buena tenacidad en el ensayo de compresión, esto debido a una microestructura mixta y con un porcentaje de fases alfa-beta equitativo. Esta microestructura es producto de las condiciones específicas durante el enfriamiento, con lo cual se demuestra que no solo hay una relación entre las propiedades mecánicas entre el material y su microestructura, sino también depende del porcentaje de fases presentes.

ABSTRACT

Mechanical properties were analyzed on samples of a TiAl alloy that was solubilized at 1100°C and cooled in a molten alloy or metal bath with a Sn-21Bi composition stabilized at three different temperatures. The microstructural change of the alloy was analyzed and the mechanical properties that said treatment generated were evaluated, performing hardness and compression tests. The metallic bath treatment managed to raise the hardness up to 4 times in relation to the control specimen. However, the best relationship between hardness and toughness is achieved when only the hardness is doubled and a good toughness is retained in the compression test, this due to a mixed microstructure with a percentage of equitable alpha-beta phases. This microstructure is a product of the specific conditions during cooling, which demonstrates that there is not only a relationship between the mechanical properties and its microstructure, but also depends on the percentage of phases present.

Introducción

La versatilidad de los materiales que la humanidad utiliza en su vida cotidiana elevan su calidad de vida, una clara muestra de ello es el Titanio, específicamente, las aleaciones de este metal con características tales como baja conductividad térmica, su ligereza y su baja densidad permiten que estas aleaciones sean empleadas en la industria aeroespacial, naval, automotriz e incluso la deportiva. Además, estas características hacen que el material resista las altas temperaturas generadas por la fricción a grandes velocidades, así como un ahorro de combustible (Jiménez et al., 2016). Esto sin mencionar sus propiedades biocompatibles empleadas en elementos protésicos, así como en la medicina dental. La existencia de dos diferentes tipos de estructuras cristalinas (hcp para la fase alfa y bcc para la fase beta) y sus correspondientes temperaturas de transformación alotrópica, son de central importancia, ya que son la base de la gran variedad de las propiedades logradas en las aleaciones de Titanio (Leyens y Peters 2003). Dichas propiedades pueden potenciarse o mejorarse. El presente trabajo pretende dar seguimiento a las propiedades mecánicas de una de las aleaciones de Titanio más utilizada que es la aleación de Titanio con Aluminio (TiAl) así como su optimización mediante tratamiento térmico y enfriamiento en un baño metálico.

Dado que esta aleación está en una fase de solubilidad parcial, desde su producción presenta características bien definidas que la llevan a ser empleada en distintas aplicaciones, es por ello que se buscarán las propiedades mecánicas óptimas en esta aleación llevándola como primer paso a una fase de solubilidad total (ASM, 1972b). El comportamiento alotrópico de este material permite diversos cambios en la microestructura por variaciones en el procesamiento termomecánico, (Vázquez et al, 2000) lo que ofrece una amplia gama de propiedades mecánicas y de ellas pueden derivarse aplicaciones que pueden ser benéficas para la calidad de vida humana (Pinke et al., 2004).

Al solubilizar este material y aplicar un enfriamiento severo, se interrumpe la transformación de una fase a otra, el porcentaje transformado influirá en las propiedades mecánicas de la aleación en cuestión y al relacionar este porcentaje transformado con alguna característica física o mecánica del material como lo son la dureza y la resistencia a la compresión, (Kalpakjian y Schmid 2002) se estaría manifestando la cinética propiciada por el tiempo de enfriamiento antes mencionado. El cambio en la morfología de la microestructura de la aleación será entonces modificado. La medición, observación y evaluación de resultados se realizarán mediante ensayos estandarizados (ASTM E9, 2009) y análisis metalográfico, para evaluar las condiciones óptimas en las cuales este material tenga su

máximo aprovechamiento en contraste con las propiedades mecánicas conocidas del mismo metal en su producción más utilizada.

El aluminio es uno de los elementos de aleación más importante del Titanio y también amplía el campo de la fase alfa a alta temperatura como lo es la temperatura de solubilización. Además de extender el campo de la fase α a altas temperaturas, los estabilizadores de esta fase desarrollan un campo bifásico $\alpha + \beta$ siendo este grupo de aleaciones el más utilizado.

Uno de los tratamientos térmicos más utilizados para las aleaciones de Titanio es el solubilizado, con el cual se obtiene una alta resistencia con una adecuada ductilidad, es necesario solubilizar a temperatura adecuada, es decir en los intervalos de temperatura de alfa-beta, la cual, para estas aleaciones, es aproximadamente de 760°C a 1010°C (ASM, 1972b). Al modificar esta temperatura, se altera la cantidad de la fase beta y como consecuencia se cambia la respuesta del envejecido. La selección de la temperatura de este tratamiento generalmente está basada en consideraciones prácticas, tal como es requerido en la temperatura de envejecido y la cantidad de ductilidad obtenida después de este tratamiento (ASM, 1972a).

De este modo, el medio de enfriamiento es definitivo para la optimización de las propiedades mecánicas de la aleación, ya que no solo la morfología de la microestructura determina dichas cantidades mecánicas, sino que también la cantidad de las fases alfa y beta son decisivas.

Metodología

El tratamiento térmico se realizó sobre 3 probetas cilíndricas de la aleación TiAl, además de una probeta testigo. Estas probetas cilíndricas tienen una relación 1.5 veces su altura respecto a su diámetro, por lo que las dimensiones finales de cada cilindro después de un maquinado superficial fueron de 12.7 mm de diámetro y de 19.05 mm de altura considerando lo establecido en la norma (ASTM E9, 2009).

Solubilizado y medio de enfriamiento

Las probetas se solubilizaron por separado a una temperatura de 1100°C por un tiempo de una hora en un horno tipo mufla CARBOLITE FURNACES CSF 1200 ®. El material permaneció dentro del horno en todo momento hasta término del tratamiento.

Para el enfriamiento de esta aleación, se utilizó un baño metálico cuya composición fue de Sn-21Bi. Para comparar los efectos del medio de enfriamiento se consideraron tres temperaturas: 400, 500 y 600°C.

El crisol con la aleación fundida de Sn-21Bi se mantuvo dentro de un horno vertical LINDBERG® durante todos los tratamientos para garantizar que la pérdida de energía del baño sea la mínima. Para la probeta enfriada a 400°C, se utilizó una de estas probetas cilíndricas de TiAl. Para la solubilización se colocó la probeta en la mufla a temperatura ambiente y después de cerrarla, esta fue programada para que alcanzara la temperatura necesaria. Al llegar a los 1100 °C la probeta fue retirada después de una hora, siendo este el tiempo de duración del tratamiento.

Cuando el tiempo del tratamiento térmico terminó, se retiró la probeta del horno y se introdujo al baño metálico líquido este procedimiento debe realizarse procurando que la pérdida de energía de la probeta y dentro de la mufla que contiene el baño metálico, al momento de abrirse, sea la menor posible por lo que este paso debe realizarse con rapidez y precaución para evitar accidentes.

Al abrir el horno vertical al momento de sumergir la probeta solubilizada, hay pérdida de energía en el baño metálico, por lo que los 400°C marcados por el propio horno, no es la temperatura real del medio de enfriamiento. Esto significa que el Titanio se enfría a una temperatura ligeramente menor. Esta pérdida de energía es recuperada hasta el momento de la estabilización que se considera el momento en el cual el baño recupera su temperatura.

Una vez que la probeta solubilizada es sumergida en el baño metálico, esta gana energía, por lo que la temperatura del medio de enfriamiento sube, el tiempo de estabilización fue registrado en la tabla 1, desde la temperatura máxima alcanzada por la ganancia de energía hasta la temperatura en que el baño llega a la temperatura preestablecida de 400°C utilizando un termopar para corroborar la temperatura que se indica en el display del horno.

Este procedimiento se repitió en las probetas restantes; así como en las temperaturas de enfriamiento siguientes de 500 y 600°C.

Tabla 1. Temperaturas y tiempos de estabilización registrados durante el enfriamiento de las probetas de TiAl.

T _{Enf} ¹ (°C)	Horno (°C)	Termopar (°C)	Incremento ² (°C)	Estabilización ³ (min)
400	360	380	412	3.26
500	480	417	507	3.20
600	558	539	605	2.56

¹Temperatura de enfriamiento (T_{Enf}) de las probetas de TiAl en el baño metálico

²Temperatura que alcanza el baño metálico

³Tiempo de estabilización de la temperatura del baño metálico

A la probeta testigo y a las probetas solubilizadas se les hizo un análisis metalográfico ver figura 1 mediante Microscopía Óptica (MO), el microscopio utilizado fue un Olympus® PMG3. Es posible observar la modificación microestructural a partir de la probeta 1A que es la testigo mostrando la fase alfa (clara) y beta (oscura). La probeta 1B, enfriada a 400°C, es 100% laminar, la probeta 1C, enfriada a 500°C es 75% fase alfa y 25% fase laminar y por último la probeta 1D, enfriada a 600°C, muestra una proporción 50-50% entre las dos fases.

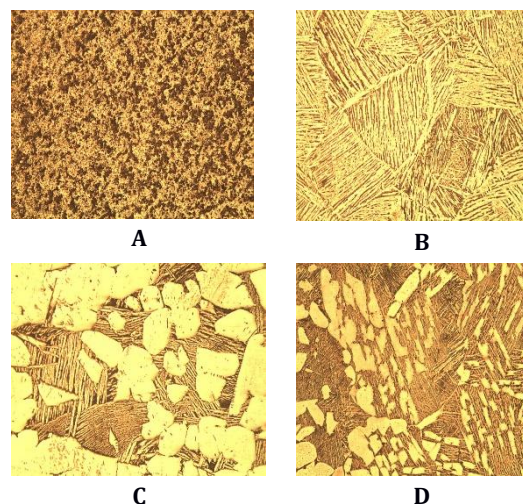


Figura 1. A) Micrografía de la probeta testigo a 100x, B) Microestructura de la probeta enfriada a 400°C tomada a 100x, C) Micrografía de la probeta enfriada a 500°C tomada a 100x, D) Microestructura obtenida después de ser enfriada a 600°C tomada a 100x.

El estudio por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), se realizó mediante un equipo marca Carl Zeiss modelo Gemini Supra 55VP, véase la figura 2.

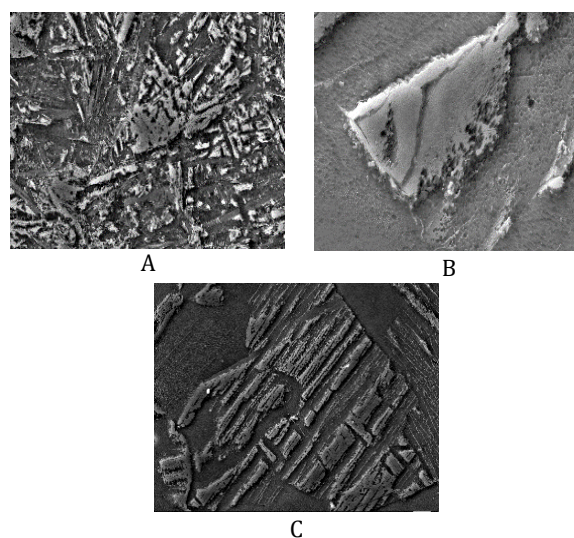


Figura 2. A) Micrografía de la probeta testigo a 2500x, B) Microestructura de la probeta enfriada a 400°C tomada a 5000x, C) Micrografía de la probeta enfriada a 600°C tomada a 1500x. Se muestra claramente la fase laminar a varios aumentos.

En donde la probeta 2A muestra la fase alfa beta sin tratamiento; la probeta 2B muestra el detalle de una de las laminillas de la microestructura 100% laminar de la probeta enfriada a 400°C, y la probeta 2C muestra la micrografía de la probeta enfriada a 600°C que corresponde a una proporción 50-50% entre las fases alfa y laminar, esta micrografía que muestra el detalle de las laminillas a 1500X. En el estudio por MEB se realizó un análisis químico elemental cuantitativo de la aleación TiAl por espectroscopía de dispersión de energía (EDS por sus siglas en inglés), con un equipo marco Oxford modelo X-Max.

Resultados y discusión

Las 3 probetas enfriadas, así como la probeta testigo, fueron sometidas a compresión y al igual que con las pruebas de dureza, los resultados fueron contrastantes. Aquellas que fueron enfriadas a 400 y 500°C cuyas curvas Esfuerzo-Deformación se muestran en la figura 3, llegaron al esfuerzo de fractura, bajo las condiciones del ensayo. Del mismo modo, estas probetas, al presentar las durezas más elevadas, presentan los esfuerzos más bajos lo cual se traduce en un aumento de la fragilidad y una baja tenacidad. Esto indica que una microestructura de laminillas al 100% obtenida a un enfriamiento de 400°C infiere una fragilidad al material y esta fragilidad aumenta con la presencia de la fase alfa que presenta la mayor proporción en el enfriamiento en el baño de 500°C pues la dureza es cuatro veces mayor que la testigo (tabla 2). La microdureza Vickers (HV) fue tomada en el microdurómetro Tukon TM 1102 marca Wilson con un tiempo de 15s y una carga de 500 gr.

Tabla 2. Resultados de las pruebas de dureza realizadas en las probetas de Ti con tres indentaciones por probeta.

Temperatura de enfriamiento de las probetas de TiAl en el baño metálico Sn-21Bi / °C	HV (500 gr)	HRC
Testigo	288.87	28.37
400	556.70	51.30
500	862.30	65.90
600	564.40	53.17

Por otra parte, se tienen las curvas esfuerzo-deformación llevadas a cabo en la Máquina universal para ensayo mecánicos de SATEC Sistem Inc. Con una deformación máxima prevista del 25% debido a que es un ensayo de compresión. La figura 3 correspondientes a la probeta testigo y a la probeta enfriada a 600°C respectivamente. Estas probetas poseen resultados similares, alta deformación, resiliencia y tenacidad, observando que estas probetas no llegaron a la fractura, debido a su aumentada resistencia. La tabla 3 recopila las propiedades mecánicas de las probetas ensayadas y es posible ver que la probeta enfriada a 600°C obtiene las óptimas propiedades mecánicas.

Tabla 3. Propiedades mecánicas extraídas de las curvas σ - ϵ , donde la deformación fue calculada de manera matemática según las dimensiones finales e iniciales de las probetas después de la compresión.

Probeta de TiAl	e %	E MPa	Resiliencia J/mm ³	Tenacidad MPa
Testigo	21.73	20.37	5.33	215.76
Enfriada a 400°C	16.76	19.74	9.92	130.70
Enfriada a 500°C	20.29	21.21	10.54	162.89
Enfriada a 600°C	27.32	19.21	5.72	269.56

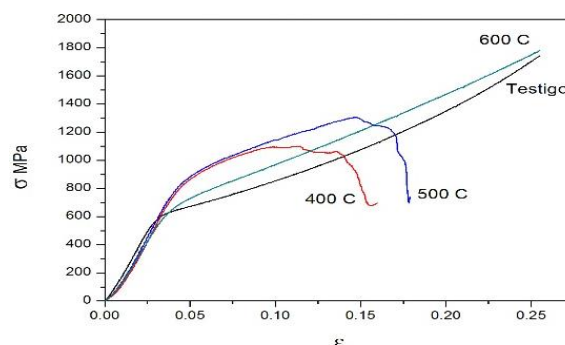


Figura 3. Muestra las curvas generadas de las probetas ensayadas en compresión.

Es posible observar que tanto la probeta testigo como la probeta enfriada a 600°C presentan la misma proporcionalidad de fases, es decir aproximadamente 50% de cada una. La tenacidad tiene un valor muy parecido, sin embargo, la dureza se incrementa al doble en la probeta tratada térmicamente debido a la presencia proporcional de las fases.

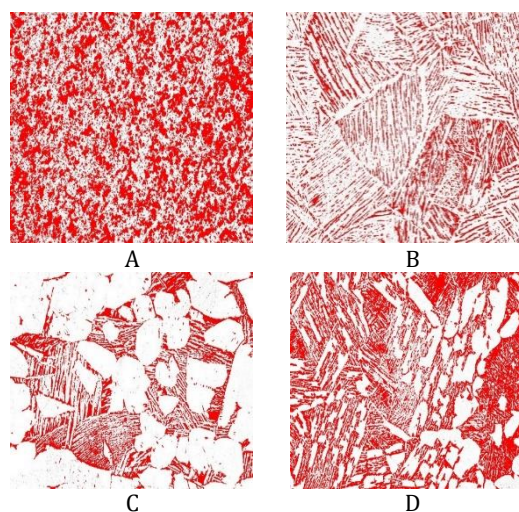


Figura 4. Cálculo de porcentaje de fase beta y alfa. A) Probeta testigo con un 44.42% de fase β y 55.58 de fase α . B) Probeta enfriada a 400°C con 100% de fase laminar. C) Probeta enfriada a 500°C con 25% de fase laminar y 75% de fase α . D) Probeta enfriada a 600°C con 49% de fase laminar y 51% de fase α .

Este porcentaje de fases fue calculado automáticamente mediante el uso del software de uso libre *Image J* (Raskand, 2016) cuyas imágenes se muestran en la figura 4, este software calcula el porcentaje de la fase β (fase oscura), usando las micrografías de la figura 1, por lo que el porcentaje restante será la fase α (fase clara).

El análisis por EDS sobre las zonas de la fase alfa en las probetas, muestra una composición de 99.584 de Titanio y un 0.193 de Aluminio. La figura 5 muestra un espectro característico de dicha aleación.

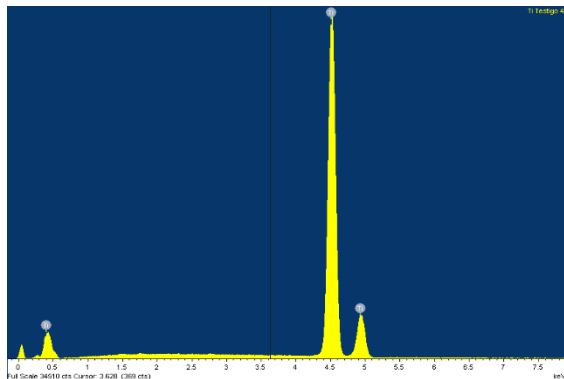


Figura 5. Espectro obtenido por EDS de la probeta testigo mostrando Titanio y Aluminio como elementos aleantes.

Conclusiones

Un tratamiento típico de temple seguido de la solubilización por arriba de 1000°C da como resultado la estructura alfa prima (martensita). En este trabajo se enfrió en un baño de metal fundido (Sn-21Bi) a 3 diferentes temperaturas, probetas de aleación TiAl. Cuando el baño se encuentra a 400°C, este enfriamiento en particular da lugar a una estructura típica laminar de alfa y beta, con fase alfa delineando los granos laminares, la cual duplica su dureza respecto de la típica Widmānstatten obtenida en un enfriamiento convencional al aire después del solubilizado.

Los enfriamientos planteados a partir de la temperatura de solubilización de la aleación de TiAl lograron elevar ciertas propiedades mecánicas al generar una microestructura característica, es decir, un enfriamiento interrumpido en la temperatura de estabilización del metal fundido que influye en la cantidad de la fase alfa transformada y cambia significativamente sus propiedades mecánicas.

Al solubilizar por completo la fase beta y al templar en el baño líquido metálico a 500°C, se interrumpe la transformación de beta a alfa, obteniendo una estructura conocida como dúplex (Morita et al., 2005) que es 75% fase alfa y 25% fase laminar de placas mezcladas de la fase alfa y beta de estructura similar a la Widmānstatten.

La mejor respuesta es una combinación de propiedades que se obtiene en la probeta del baño cuya temperatura se mantiene 600°C calculando aproximadamente 50% de fase laminar y 50% de fase alfa dando una dureza de solo el doble de la testigo, con lo que no se incrementa demasiado la fragilidad y por tanto conserva la tenacidad sin llegar a la fractura en el ensayo de compresión, atribuyendo esta mejora en propiedades a la mezcla equitativa de fases.

Agradecimientos

Agradezco la invaluable colaboración de los compañeros Antonio López y de la gran ayuda del ingeniero Antonio Vega y al Técnico de la Planta de Procesos Metalúrgicos y Materiales (PPMM) Ing Edgar Luna Urbina por el apoyo en la realización de los Tratamientos Térmicos.

Referencias

- American Society for Metals ASM (1972a). Vol 7: Metals Handbook, Atlas of Microstructures of industrial alloys 8th Edition, 323-334.
- American Society for Metals ASM (1972b). Vol 2: Metals Handbook, Heat Treatments 8th Edition, 301-303.
- American Society for Testing and Materials ASTM E9-09 (2009). Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature.
- Kalpajian S., Schmid S. R. (2002). Manufactura Ingeniería y Tecnología, 4^{ta} Ed. Prentice Hall, 69-72.
- Leyens C., Peters M. (2003). Titanium and titanium alloys. Fundamentals and applications. Ed Wiley, 1-2
- Morita T., Hatsuoka K., Iizuka T., Kawasaki K. (2005). Strengthening of Ti-6Al-4V Alloy by Short-Time Duplex Heat Treatment, *Materials Transactions, The Japan Institute of Metals*, 46 (7), 1681-1686.
- Pinke P., et al. (2004). The influence of heat treatment parameters on the microstructure of the Ti6Al4V titanium alloy. *Proceedings of 12th International Scientific Conference CO-MAT-TECH* Bratislava, 104-108.
- Rasband W. S. (1997-2016). *Image J*, U. S. National Institutes of health Bethesda Maryland, U.S.A. Recuperado el 26 de abril de 2016, de <http://imagej.nih.gov/ij/>
- Sandoval J. A., Negrete S. J., Torres-Villaseñor G. (2006). Cinética de la transformación de fase $\alpha+\eta\rightarrow\beta$, por microscopía electrónica de transmisión, de una aleación eutéctico Zn-Al solidificada rápidamente. *Revista Mexicana de Física*, 52 433-434.
- Vázquez V.A., De Damborenea J., González J.J. (2000). Ciencia e Ingeniería de la Superficie de los Materiales Metálicos, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, p. 492-493.