

Caracterización de las transformaciones $\alpha \leftrightarrow \beta$ de la aleación Ti-6Al-4V y de las características mecánicas y microestructurales obtenidas

P. TARÍN, A. G. SIMÓN, N. M. PIRIS, J. M. BADÍA, J. M. ANTORANZ

Departamento de Materiales y Producción Aeroespacial, E.T.S.I. Aeronáuticos, Univ. Politécnica de Madrid, 28040 Madrid

En la aleación Ti-6Al-4V la fase α se va transformando en calentamiento en fase β hasta completarse al alcanzar la temperatura β -transus (≈ 1000 °C). La identificación de la cinética de esa transformación es importante (y más todavía en otros tipos de aleaciones de Ti, como las super- α) para realizar tratamientos de solución en los que se deja sin transformar un determinado porcentaje de fase α (llamada primaria). En el presente trabajo se estudia y se valora la cinética y otras características de esa transformación, así como su influencia en transformaciones posteriores en enfriamiento, mediante técnicas de análisis térmico (diferencial y dilatométrico) y con medidas de conductividad eléctrica, estudios metalográficos y medidas de dureza, llevados a cabo tras la realización de tratamientos térmicos controlados. Los tratamientos térmicos realizados, a partir del estado de entrega (mill annealed), fueron calentamientos de 1 hora a temperaturas entre 650 °C y 1050 °C, con enfriamiento en agua con agitación, y posterior calentamiento a 530 °C durante 6 horas y enfriamiento último al aire. Por otra parte, se han determinado las características mecánicas de muestras sometidas a esos tratamientos térmicos.

Palabras clave: Titanio, tratamiento térmico, transformación, dilatometría, análisis térmico diferencial, propiedades mecánicas

$\alpha \leftrightarrow \beta$ transformation, mechanical properties and microstructural characterization of Ti-6Al-4V alloy

In the Ti-6Al-4V alloy, the α phase is gradually transformed into the β phase until β -transus temperature (≈ 1000 °C) is reached, and the transformation completed. It is important to identify transformation kinetics (mainly in other titanium alloy types, as near α) to accomplish solution heat treatments in which a phase α percentage (primary α) remains unchanged. In this paper, kinetics and other transformation characteristics are evaluated, as well as their influence on subsequent cooling transformations, by differential and dilatometric thermal analysis, electric conductivity measurements, hardness measurements and metallographic observation, after performing controlled thermal treatments. Starting from the mill annealed condition, samples were heated at temperatures between 650-1000 °C for 1 hour, then water quenched and subsequently heated at 530 °C for 6 hours, air cooled. Finally, the mechanical properties of samples heat treated as indicated above were obtained.

Key words: Titanium, heat treating, transformation, differential thermal analysis, dilatometry, mechanical properties

1. INTRODUCCIÓN

Al calentar la aleación Ti-6Al-4V (tipo $\alpha+\beta$) la fase α mayoritaria presente se va transformando progresivamente en fase β y se completa al alcanzar la temperatura β -transus (≈ 1000 °C). La identificación de la cinética de esa transformación, permite localizar la temperatura para realizar tratamientos de solución en los que se quiere dejar sin transformar un determinado porcentaje de fase α (llamada primaria). La importancia de ello es mayor en otros tipos de aleaciones de Ti, como las super- α , por variar el comportamiento a fluencia y fatiga con el contenido en α primaria.

En este trabajo se utilizan diferentes técnicas para determinar, experimentalmente, el porcentaje de fase α primaria en función de la temperatura de solución. Los resultados obtenidos por análisis térmico diferencial y por dilatometría ofrecen un buen acuerdo con los obtenidos mediante métodos metalográficos, a pesar de la complejidad que tiene la interpretación de las curvas.

Igualmente, se ha tratado de poner de manifiesto la validez de ensayos rápidos de control del estado de tratamiento, como resultados de ensayos de tracción y medidas de dureza y conductividad. La variación de los valores obtenidos con la temperatura de solución, no son lo suficientemente representativos, o no puede establecerse una buena correspondencia biunívoca como para permitir una valoración fiable de la fase α primaria ni siquiera para poder emplear dichos ensayos como control de los tratamientos térmicos de aleaciones del tipo $\alpha+\beta$.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1. Material utilizado.

Se han usado dos aleaciones Ti-6Al-4V comerciales. Una en forma de plancha de 16 mm de espesor, y otra en forma de barra de 26 mm de diámetro. Ambas con un estado inicial MA ('mill annealing'), tras un proceso de acritud. De las microestructuras de ambas puede deducirse que la temperatura de recocido había sido mayor en la plancha que en la barra. Todos los resultados obtenidos en ambas aleaciones han sido similares salvo en lo referente a esta diferencia microestructural inicial.

2.2. Estudio metalográfico

Las técnicas metalográficas siguen utilizándose ⁽¹⁾ para valorar las transformaciones $\alpha \leftrightarrow \beta$ de las aleaciones de titanio. En este trabajo, se calentaron muestras de ambas aleaciones durante 1 hora, en vacío ($\approx 10^{-3}$ torr.) a temperaturas entre 650 °C y 1050 °C, con enfriamiento posterior en agua con agitación. Algunas de ellas fueron sometidas a un tratamiento posterior de maduración, a 530 °C durante 6 horas y enfriamiento en aire. Fueron pulidas electrolíticamente ⁽²⁾ con 35% de éter monobutilo de etilenglicol y 6% de ácido perclórico, en metanol, (24 V, 45 seg.) observadas sin ataque, y valorando la cantidad de fase α primaria presente en cada muestra.

En la Fig. 1 se muestran algunas de las microestructuras obtenidas en los tratamientos de solución. En la Fig.1.(a) se ve la microestructura del estado inicial MA, con granos de fase α (con herencia de la laminación pero con una recrystalización prácticamente completa), en una matriz de fase β . La Fig. 1 (b) muestra la obtenida tras un tratamiento de solución a 875 °C ; con microestructura similar a la de la Fig. 1 (a), aunque con menor proporción de fase α , ya recrystalizada, y se puede detectar en ella una pequeña proporción de martensita en la matriz, cuyo origen es la fracción de la fase α que se ha transformado en β en el calentamiento.

La proporción de martensita, formando matriz, de la Fig 1.(c) es mayor tras una solución a 950 °C, quedando sólo un 30% de fase α sin transformar, en forma de granos poliédricos dispersos. La Fig. 1.(d) muestra la microestructura obtenida tras una solución a 1000 °C; se identifica una estructura casi totalmente martensítica, en grandes agujas, acorde con el grano muy basto de la fase β desde la que se ha formado, así como pequeños granos equiaxiales de fase α , (presente sólo en algunas zonas, debido a efectos de segregación que elevan en ellas la temperatura de β transus). Los granos de fase α están ubicados generalmente en los bordes de grano de lo que era fase β antes del enfriamiento, demostrando el efecto inhibitor de crecimiento de grano de fase β que tiene la presencia de fase α .

2.3. Análisis térmico diferencial

La Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) viene utilizándose para identificar las transformaciones ⁽⁹⁾. El análisis térmico diferencial (ATD) es otra técnica calorimétrica más sencilla de utilizar, y aunque es más complicada de interpretar y realizar valoraciones, ha sido utilizada con resultados satisfactorios ⁽⁴⁾.

Para los ensayos por ATD se emplearon probetas cilíndricas de 7,5 mm de diámetro y 20 mm de longitud. El calentamiento se hizo a 10 °C/min hasta los 1050 °C, con una permanencia de 15 minutos a dicha temperatura y posterior enfriamiento a 10 °C/min. El calentamiento fue en aire con contacto con él muy restringido.

En la Fig. 2 se muestran los termogramas obtenidos. Se identifica en la Fig. 2 (a) del primer calentamiento, la presencia de un pico exotérmico en torno a los 780 °C, que puede relacionarse con el proceso de recrystalización tras la acritud, que no se había completado en el recocido MA, dado que en el termograma de la Fig. 2 (b), obtenido un ciclo posterior sobre la misma probeta, dicho pico no aparece por haberse completado la recrystalización en el primer calentamiento. A temperaturas más altas se inicia el proceso endotérmico de la transformación $\alpha \rightarrow \beta$, que termina a unos 1000 °C, que corresponde a la temperatura del β transus. Se ha empleado la curva correspondiente al segundo

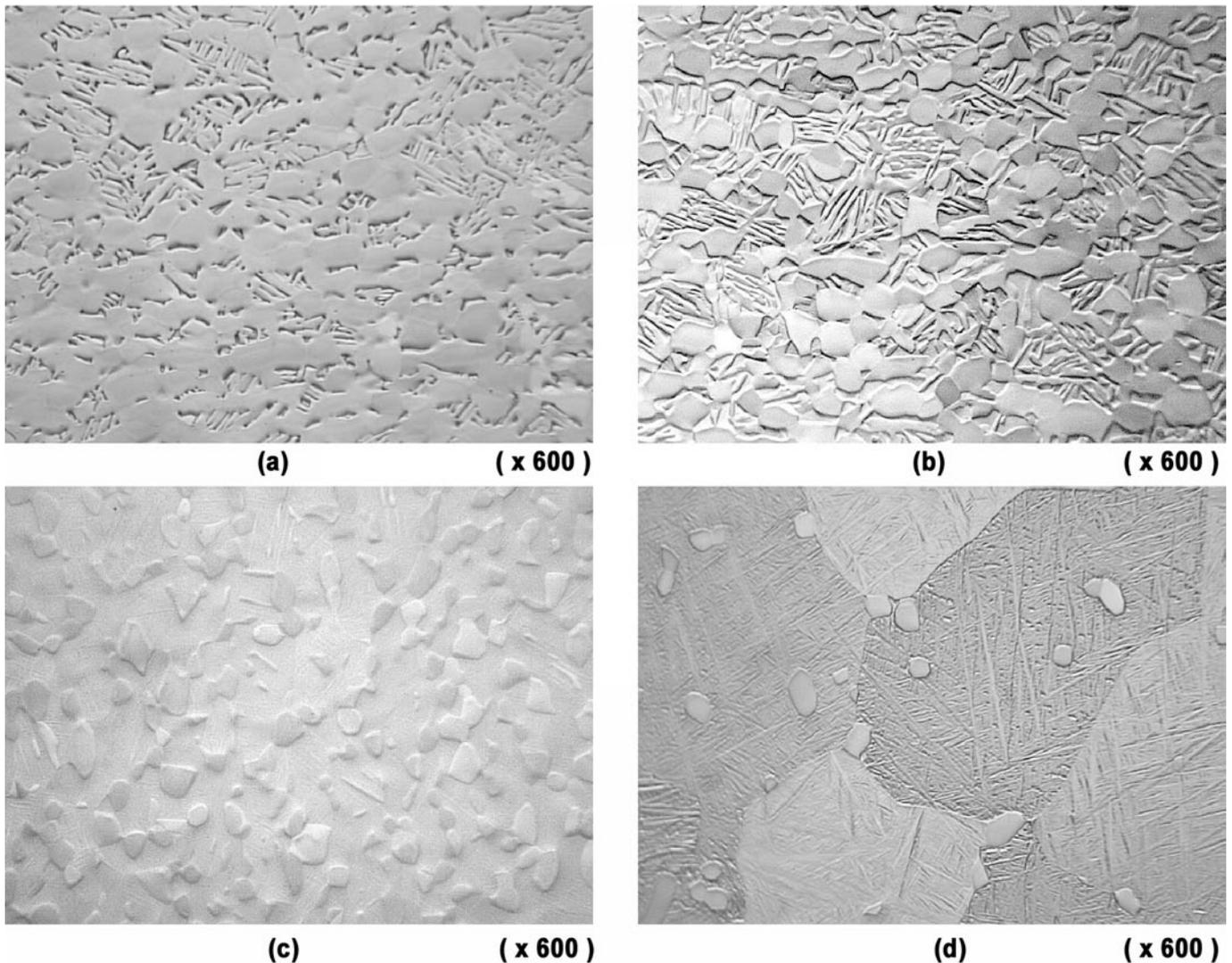


Figura 1. Microestructura de Ti-6Al-4V. a) estado inicial (mill annealed); b) solución a 875 °C; c) solución a 950 °C; d) solución a 1000 °C.

calentamiento para determinar el porcentaje de transformación a cada temperatura. Igualmente se constata que las curvas en enfriamiento son totalmente repetitivas, observándose únicamente la reacción exotérmica correspondiente a la transformación $\beta \rightarrow \alpha$.

2.4. Análisis dilatométrico

La dilatometría es un método ya clásico de identificación de las transformaciones de las aleaciones de titanio (4,5,6,7). Los ensayos dilatométricos se realizaron con probetas de 7 mm de diámetro y 20 mm de longitud. El ciclo térmico y el medio fueron los mismos que en los ensayos por ATD.

En la Fig. 3 se presentan dos ensayos dilatométricos consecutivos llevados a cabo sobre probetas longitudinales extraídas de la plancha. La Fig. 4 recoge ensayos análogos sobre probetas transversales.

La Fig. 3 (a) de un primer calentamiento, muestra una disminución muy apreciable de longitud entre los 800 °C y los 1000 °C, correspondiente a la transformación $\alpha \rightarrow \beta$, acorde con otros trabajos (4,5,6), aunque cuantitativamente mayor a la obtenida por otros autores (6). En el enfriamiento, la dilatación es de menor magnitud. En el termograma de la Fig. 3 (b) de un segundo calentamiento la transformación tiene lugar prácticamente en el mismo margen de temperaturas, pero la contracción relativa es mucho menor, y similar, cuantitativamente, a la dilatación relativa producida en los dos enfriamientos. Ensayos posteriores muestran resultados similares al del segundo calentamiento.

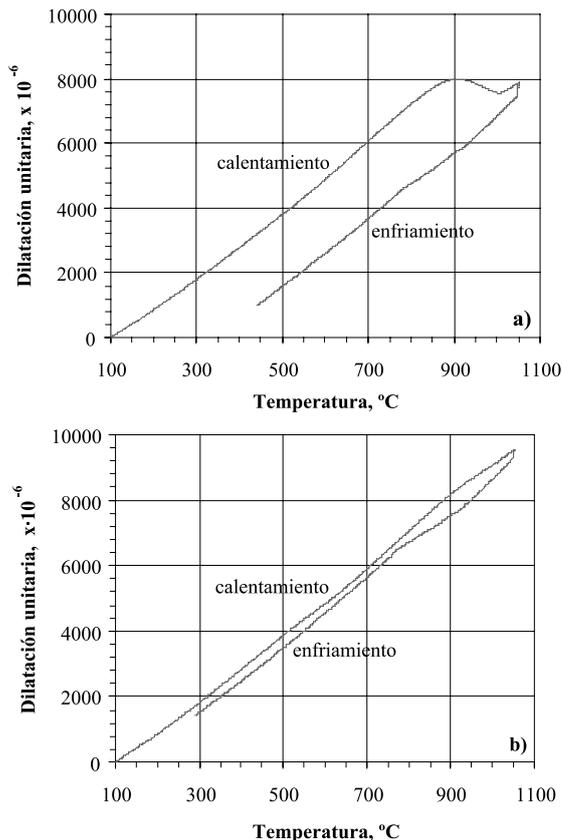


Figura 3. Análisis térmico dilatométrico. Ti-6Al-4V (longitudinal). a) primer calentamiento; b) segundo calentamiento.

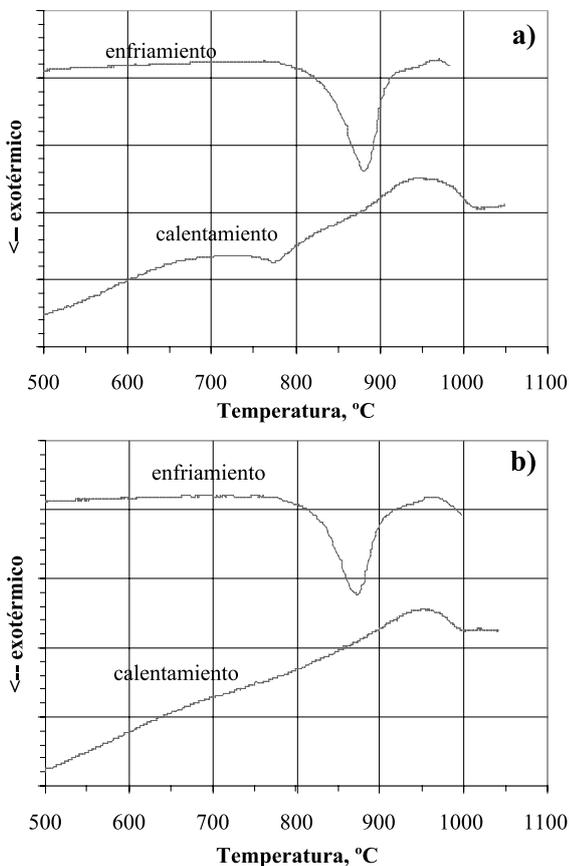


Figura 2. Análisis térmico diferencial. Ti-6Al-4V. a) primer calentamiento; b) segundo calentamiento. (En el eje de ordenadas cada división principal corresponde a 5 °C).

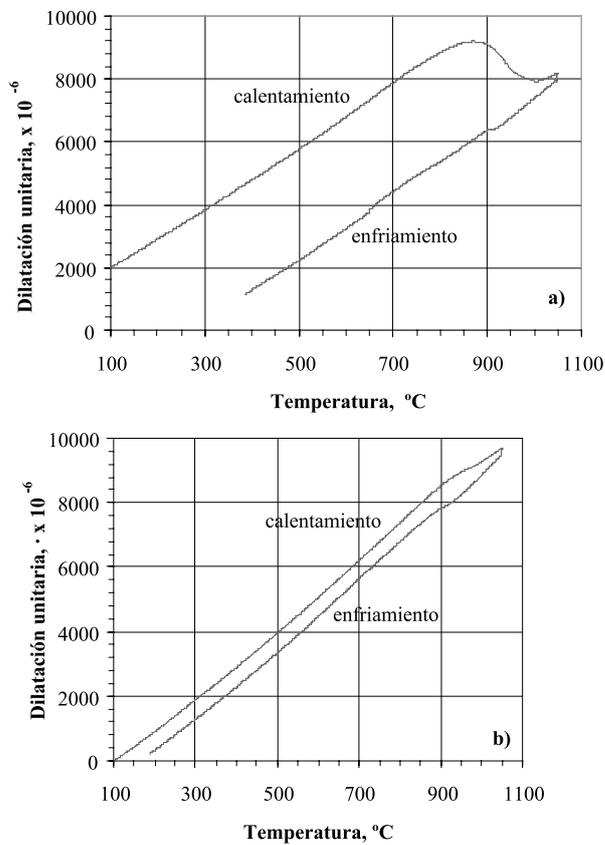


Figura 4. Análisis térmico dilatométrico. Ti-6Al-4V (transversal). a) primer calentamiento; b) segundo calentamiento.

El distinto comportamiento en el primer ensayo, se ha relacionado con la deformación por fluencia que se produce en la aleación a temperaturas muy elevadas, debido a la pequeña carga de compresión (≈ 300 gr.) aplicada sobre la probeta durante el ensayo. Aunque la tensión unitaria sobre la probeta sea pequeña, la temperatura es muy alta y, sobre todo, el proceso de fluencia estará muy favorecida por la difusión existente, propia de la transformación que se está realizando, lo que se corrobora por el hecho de que en ensayos con menor carga (≈ 30 gr.) la contracción medida desde el primer calentamiento es similar a la del segundo calentamiento mostrado en la Fig. 3 (b). La posible razón de la diferencia cuantitativa entre las contracciones del primer y segundo calentamientos de la Fig. 3 (a) y (b), puede residir en el hecho de que la microestructura inicial del primero tiene un grano fino, y la del segundo es del grano muy basto originado en el primer calentamiento por encima del β transus y la microestructura de grano basto es más resistente a fluencia. Los ensayos mostrados corresponden, por lo tanto, a verdaderos ensayos termomecánicos.

En la Fig. 4, correspondiente a ensayos con carga sobre probeta transversal, se comprueba que el cambio de volumen es de diferente magnitud, lo que ya había sido observado ^(4, 6, 9), y que se interpreta como consecuencia de la textura de diferente orientación que se genera en cada ciclo de transformaciones $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$.

La superposición de los efectos de los fenómenos de fluencia y textura a los propiamente de la transformación $\alpha \leftrightarrow \beta$, hace que la interpretación de los resultados de dilatometría sea difícil, y la valoración de la transformación deducida de ellos, pueda admitirse, a priori, muy posiblemente errónea. No obstante, como se mostrará en la Fig. 8, los resultados deducidos de estos ensayos, pueden considerarse como satisfactorios y fiables.

2.5. Medidas de conductividad eléctrica

Las medidas de resistividad eléctrica de probetas mientras se calientan es un método utilizado más recientemente ^(10, 11, 12) para identificar las transformaciones $\alpha \leftrightarrow \beta$. Las medidas realizadas tras los tratamientos pueden ser, como en otras aleaciones (de Al, por ejemplo), representativas de las transformaciones realizadas en ellos.

La Fig. 5 muestra la pequeña variación de la conductividad eléctrica en función de la temperatura de solución, medida tras solución y maduración de 6 horas a 530 °C. Si bien las variaciones pueden ser representativas de las transformaciones producidas en las etapas de los tratamientos, y acorde con las variaciones tras tratamientos similares de otras aleaciones, como las de aluminio (disminución de

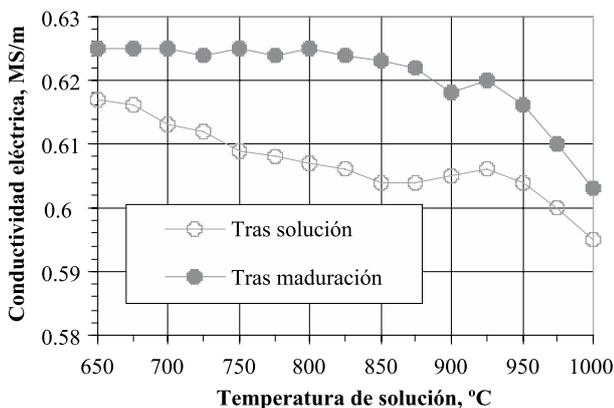


Figura 5. Conductividad eléctrica en función de la temperatura de solución tras temple y tras maduración a 530 °C, 6 horas.

la conductividad al aumentar la temperatura de solución y aumento en la maduración artificial), no puede constituir un método muy fiable para valorar o controlar la transformación, por las pequeñas variaciones cuantitativas de la medida y no existir una correspondencia biunívoca entre la medida y la temperatura de solución (y con ella, la fase α transformada), debido probablemente a que al variar ésta, van variando las proporciones relativas de martensita y fase β metaestable originadas en el temple.

2.6. Características mecánicas

La Fig. 6 muestra las durezas obtenidas tras los tratamientos de solución y tras las maduraciones posteriores. La ligera disminución inicial de dureza con la temperatura de solución, puede corresponder al proceso de recrystalización. A temperaturas superiores a los 800 °C, la mayor cantidad de martensita obtenida tras el temple desde temperaturas crecientes (y menor cantidad de β retenida), hace aumentar la dureza hasta haber alcanzado el β transus en el tratamiento de solución. Las curvas de dureza tras la maduración ponen de manifiesto el aumento de dureza que se produce en este proceso por la transformación de la β retenida y la disminución que supone la transformación de la martensita. En cualquier caso, las pequeñas diferencias de dureza entre los distintos estados de tratamiento y los errores de medida inherentes al método (unido a la dispersión de resultados motivada por la segregación, a la que son muy propensas las aleaciones de titanio) hacen que el control de tratamientos térmicos mediante ensayos sencillos de dureza no resulte muy recomendable.

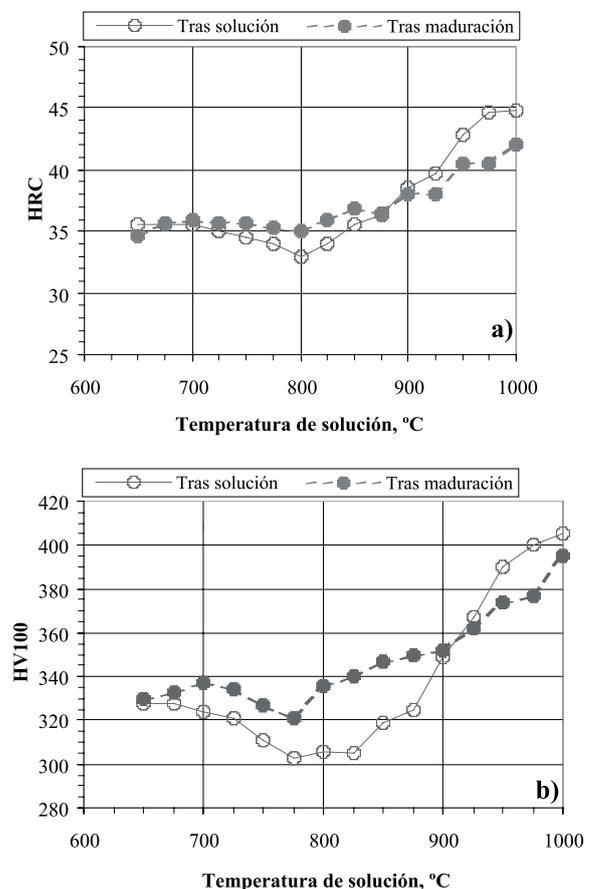


Figura 6. Variación de dureza de Ti-6Al-4V, en función de la temperatura de solución. a) Rockwell C; b) Vickers.

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina universal de tracción MTS de acuerdo con la norma EN 10002-1, sobre probetas cilíndricas de 9 mm de diámetro y 50 mm de longitud base del extensómetro

En la Fig. 7 se muestran las características mecánicas: límite elástico ($R_{p0.2}$), resistencia a tracción (R_m) y alargamiento a rotura (A). Aumentar la temperatura de solución implica mejorar dichas características (hasta un límite, en torno a los 925 °C, por encima del cual la resistencia

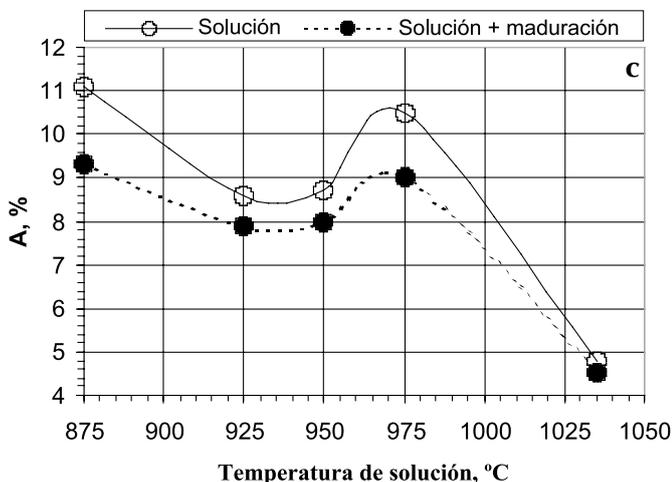
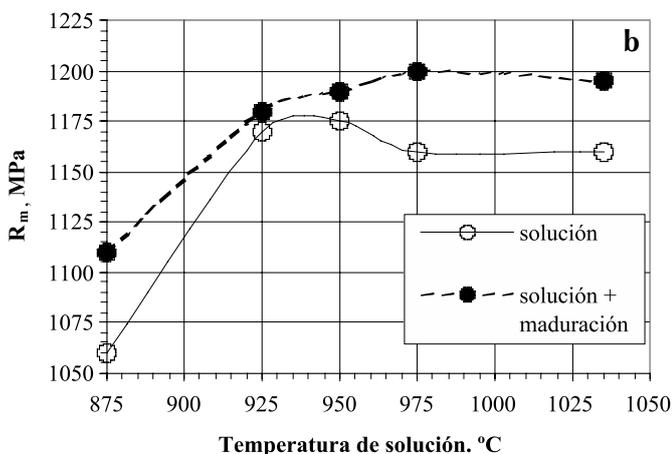
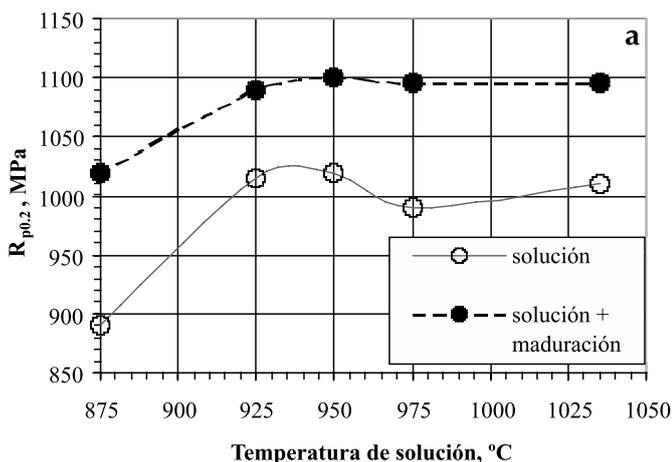


Figura 7. Variación de propiedades mecánicas de Ti-6Al-4V. a) límite elástico; b) resistencia a tracción; c) alargamiento a rotura.

y el límite elástico se mantienen prácticamente constantes), excepto el alargamiento, que disminuye apreciablemente para tratamientos a temperaturas superiores a la de β -transus, debido, probablemente, al crecimiento del tamaño de grano. Tras maduración, la variación es prácticamente la misma. La variación del alargamiento presenta una inflexión, con un máximo a los 975 °C, que corresponde a una mayor relación entre R_m y $R_{p0.2}$. La muy baja plasticidad tras soluciones a 1050 °C se debe al grano muy basto originado en el tratamiento de solución a temperatura superior al β transus.

La variación de los valores de resistencia, así como los de dureza, son acordes con las transformaciones producidas, pero no existe una correlación entre ambos tipos de valores, ya que puede comprobarse que la realización del tratamiento de maduración produce siempre un aumento de resistencia y puede originar un aumento de dureza o una disminución de ella. Este comportamiento que podría calificarse de anómalo, tal vez pueda justificarse por las discontinuidades que se observan en variación de los valores de resistencia y los de plasticidad, con la temperatura de solución, y la no correspondencia entre ellos, debiendo tener en cuenta, además, el gran aumento del tamaño de grano con temperaturas altas de solución, y la variación relativa de los constituyentes formados en el temple, y su diferente comportamiento en la maduración.

Los resultados de ensayos mecánicos no parecen idóneos para valorar la transformación $\alpha \rightarrow \beta$.

3. VALORACIÓN DE LA FASE A NO TRANSFORMADA.

En la Fig. 8 se muestra la evolución de la transformación $\alpha \rightarrow \beta$, con la temperatura de solución obtenida por distintos métodos (metalográfico, análisis dilatométrico y análisis térmico diferencial). El acuerdo entre los resultados de los diferentes métodos parece suficientemente bueno, a pesar de las posibles fuentes de error citadas con anterioridad. Es, además, bastante coincidente con lo obtenido por métodos teóricos ⁽¹³⁾.

Otros autores ⁽¹¹⁾ han puesto de manifiesto el buen acuerdo de los resultados obtenidos por dilatometría y los de medidas de resistividad in-situ.

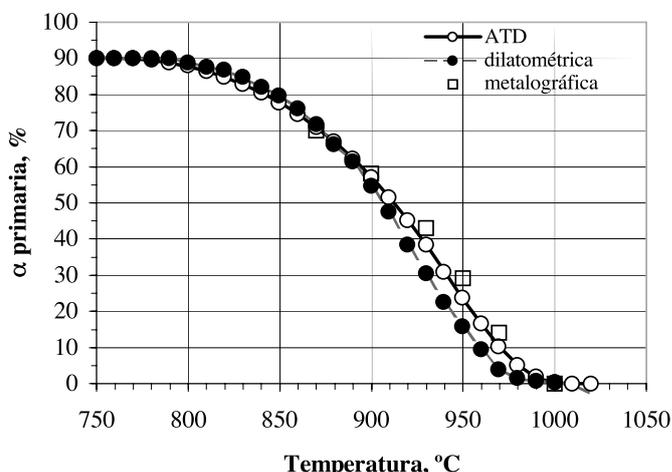


Figura 8. Porcentaje de fase α primaria en función de la temperatura de solución obtenido por distintos métodos

4. CONCLUSIONES

Si bien el método más válido para la valoración de la transformación $\alpha \rightarrow \beta$ es el metalográfico, los análisis térmicos diferencial y dilatométrico proporcionan un método rápido de valoración y unos resultados de la evolución de la transformación, válidos, a pesar de la dificultad de interpretar los termogramas y las variables ajenas a la propia transformación (fluencia y textura, sobre todo) que influyen en los resultados, sobre todo en la dilatometría.

De los resultados de los ensayos mecánicos se deduce que la temperatura de solución para obtener un comportamiento mecánico óptimo es la comprendida en el margen de 925-975 °C, pues es la situación que proporciona máxima resistencia y límite elástico sin que se produzca pérdida de plasticidad.

Las medidas de dureza ponen sólo relativamente de manifiesto las transformaciones que se producen en la solución y en la maduración, por lo que no constituyen un método muy fiable para la valoración o control de la transformación.

Las medidas de conductividad eléctrica realizadas tras los tratamientos, aunque pueden considerarse representativas de las transformaciones producidas, tampoco constituirían un método muy fiable para valorar o controlar la transformación.

Asimismo, el estudio de las curvas de dureza indica que no puede obtenerse una buena correlación entre esta propiedad y la resistencia del material (como ocurre en los aceros).

BIBLIOGRAFÍA

- 1.- J.I. Qazi, O.N. Senkov, J. Rahim, A. Genc, F.H. Froes. "Phase transformations in Ti-6Al-4V.xH Alloys". Metallurgical and Materials Transactions A. 2001, vol 32A,, pp.2453-2463.
- 2.- I. Fernández, L. Rubio, J.M. Antoranz, J.M. Badía, P. Tarín, A. García. "Revisión de las técnicas de preparación metalográfica de aleaciones de titanio". VII Congreso Nacional de Tratamientos Térmicos y de Superficie. Madrid, oct. 1998.
- 3.- S. Malinov, Z. Guo, W. Sha, A. Wilson "Differential Scanning Calorimetry study and computer modelling of $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformations in a Ti-6Al-4V alloy". Metallurgical and Materials Transactions A. 2001, vol 32A,, pp.879-887.
- 4.- P.Tarín. I.Goñi. "Estudio metalográfico y de las transformaciones en titanio y aleaciones mediante técnicas de análisis térmico". V Asamblea General, CENIM. Madrid, (Octubre, 1981).
- 5.- A.A. Il'in, M. Yu Kollerov "Volumetric effects of polymorphic conversion in titanium alloys". Dokl. Physi. Chem. July 1986, 289, (1-3) pp. 616-620.
- 6.- F. Le Maître. "Etude des transformations en refroidissement continu de l'alliage de titane Ti-64". Mem. Scien. Rev. de Metallurgie. LXVII, 1970. [12] pp.563-574.
- 7.- C. Loier, G. Thauvin. "Influence of deformation on the $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ transformation kinetics of Ti-6Al-4V Alloy". Jour. of the Less-Common Met., 1985, 108, pp. 295-312.
- 8.- J. Spreadborough, J.W. Christian. "The measurement of the lattice and debye temperatures of titanium an silver by X-ray methods". Proc. Phys. Soc. 1959. Vol. 74, pp.609-615.
- 9.- J.J. English, G.W. Powell. "Thermal dilatation behaviour of titanium alloys during repeated cycling trough the alfa-beta transformation" Trans. of the Metal. Soc. of AIME, 1966, 236, pp. 1467-1473.
- 10.- A. Mekideche, D. Ansel, B. Jounel. "Resistometric and D.S.C. Study of the microstructural transformations of titanium alloys, mainly Ti6Al4V, during heat treatments". Titanium '95: Science and Technology. Vol. III, pp. 2587-2594, 1996, The Institute of Materials, London.
11. S. Bein, J. Bechet. "Comparative approach of phase transformations in titanium alloys Ti-6.2.4.6, β -CEZ and Ti-10.2.3 using dilatometric analysis and electrical resistivity measurements." Titanium '95: Science and Technology, vol. III, pp. 2353-2360, 1996, The Institute of Materials, London.
- 12.- S.K. Kim, J.K. Park, "In-situ measurement of continuous cooling $\beta \rightarrow \alpha$ transformation behaviour of CP-Ti". ". Metal. And Mat. Trans. A., 2002, 33 (A), pp. 1051-1056.
- 13.- I. Katzarov, S. Malinov, W. Sha. "Finite element modelling of the morphology of β to α phase transformation in Ti-6Al-4V alloy". Metal. And Mat. Trans. A., 2002, 33 (A), pp. 1027-1040.

Recibido: 1.2.03

Aceptado: 30.11.03